



---

**Universidad de Valladolid**

---



**ESCUELA DE INGENIERÍAS  
INDUSTRIALES**

**DISEÑO Y PUESTA A PUNTO DE UN SISTEMA DE VACÍO PARA  
SINTERIZACIÓN DE PROBETAS PULVIMETALÚRGICAS DE ACERO  
INOXIDABLE**

Proyecto fin de carrera

Autores:

**Óscar Álvaro Perrote**

**Carlos Ferrero Peña**

Tutora:

**D<sup>a</sup> Cristina García Cabezón**

Febrero 2013

# 1. JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO

El proyecto que a continuación se presenta, tiene como objeto el diseño y puesta a punto de un sistema de vacío para sinterización de probetas pulvimetalúrgicas. Nos permitirá obtener resultados sobre la influencia del procesado en el comportamiento mecánico a tracción de los aceros inoxidables obtenidos a partir de polvos.

La selección de la técnica de procesado utilizada se ha realizado teniendo en cuenta todas las ventajas que la metalurgia de polvos ofrece para la fabricación de piezas de forma compleja, que van desde consideraciones técnicas hasta económicas, de acabado superficial o diseño de piezas, que con otros métodos productivos serían inviables. A pesar de estas ventajas cuenta con el inconveniente de la porosidad que limita el comportamiento mecánico con lo que nos proponemos mejorar este comportamiento mediante la sinterización en vacío.

En cuanto a materiales, se analiza el comportamiento de aceros inoxidables, pulvimetalúrgicos, ya que poseen un gran interés industrial por su amplia utilización en sectores tan diversos como la industria de la automoción, aeronáutica, petroquímica o industrias químicas donde es imprescindible un buen compromiso entre características mecánicas, dureza y resistencia a corrosión.

En este sentido es especialmente interesante la utilización de una atmósfera de vacío con el fin de evitar la oxidación a alta temperatura, la corrosión y la precipitación de fases secundarias que pudieran inducir fragilización. Igualmente es preciso conocer la microestructura de los materiales en estudio para poder correlacionar las características mecánicas del material con las fases y micro constituyentes que lo integran.

## 2. OBJETIVOS

El objetivo principal del proyecto es diseñar y poner en funcionamiento un sistema de vacío de dos bombas (rotativa y difusora) para sinterizar probetas pulvimetalúrgicas de los aceros inoxidables AISI 316L, AISI 430L y DÚPLEX 50/50 a las que se practicarán ensayos de tracción para conocer su comportamiento mecánico. Una vez optimizado el proceso, se estudian las propiedades mecánicas. El comportamiento de estos aceros frente a la corrosión se evaluará de forma cualitativa mediante la práctica A, de ASTM A262.

Analizaremos la microestructura y las características mecánicas de los aceros de diferente composición química, obtenidos en diferentes condiciones de compactado y sinterización. Se pretende correlacionar la microestructura observada con la dureza, micro dureza, resistencia y ductilidad de los materiales en estudio con objeto de conocer la influencia de variables como la composición química de los polvos, la presión de compactación, la presión de vacío y la velocidad de enfriamiento de sinterización.

El objetivo último del proyecto es conocer la composición química y las condiciones de compactado y sinterización óptimas que originan el máximo reforzamiento mecánico para aceros inoxidables pulvimetalúrgicos sinterizados en atmósfera de vacío.

### **3. PLAN PARA EL DESARROLLO DEL PROYECTO**

El proyecto se llevará a cabo en una serie de fases claramente diferenciadas que se detallan a continuación:

#### **1ª ETAPA: Definición del material de trabajo.**

Trabajaremos con 3 tipos de polvos inoxidables. Austenítico (Tipo AISI 316L), Ferrítico (Tipo 430L) y un acero dúplex obtenido a partir de mezclas de los anteriores con la siguiente composición: 50A/50F.

#### **2ª ETAPA: Optimización del proceso.**

Previo a la puesta en funcionamiento, o al diseño del sistema de vacío, se hace un estudio de todas las variables de influencia en el proceso de conformado por sinterización y se establecen dos presiones de compactación.

Se pone a punto el horno de sinterización, y se crea una atmósfera de vacío en el interior. Para ello, se diseña un sistema capaz de generar vacío, constituido principalmente por dos bombas. Una rotativa para desalojar un alto caudal de aire, y otra, difusora para afinar el vacío. Mediante la acción de succión de estos elementos, se obtienen dos presiones distintas en función de la utilización de una sola o las dos en serie.

Así mismo, se establecerán las condiciones para provocar dos velocidades de enfriamiento diferentes tras la sinterización. Una lenta en la que las probetas permanecerán en el interior del horno y otra rápida, que consistirá en depositarlas en agua justo después de finalizar el proceso de sinterizado. De esta forma, incluiremos otra variable más que nos permitirá optimizar el comportamiento mecánico.

#### **3ª ETAPA: Obtención de las probetas**

Realización de las probetas de tracción en la prensa por compresión. Para ello, distinguiremos 2 presiones de compactación.

#### **4ª ETAPA: Sinterización**

En esta etapa trataremos de estudiar la influencia de la atmósfera de sinterización. Se utilizarán dos presiones de vacío dentro de la cámara de sinterización. Una de alto vacío (0.062Pa), y otra de bajo vacío (11 Pa) con los distintos enfriamientos llevados a cabo.

## **5ª ETAPA: Caracterización mecánica**

Se llevará a cabo la realización del ensayo de tracción de todas las probetas sinterizadas, lo que nos permitirá la obtención del diagrama tensión-deformación y las propiedades mecánicas más importantes aplicables al diseño mecánico (límite elástico, resistencia mecánica, alargamiento de rotura, estricción, etc.) Se clasificarán los datos en función de las diferentes variables de composición química, compactación y sinterización consideradas. El estudio del comportamiento mecánico se completará con la medida de la macro dureza de los diferentes tipos de aceros en sus diferentes condiciones de compactado y sinterización.

## **6ª ETAPA: Caracterización microestructural**

Se prepararán probetas metalográficas procedentes de las probetas de tracción, y en estado de pulido, se comprobará el buen sinterizado de las mismas y se medirá la porosidad mediante técnicas de análisis de imagen. Después se realizará un estudio microestructural, conocido como la práctica A de ASTM A262, mediante ataque electrolítico con oxálico que revelará de forma cualitativa la susceptibilidad a la corrosión ínter y transgranular.

## **7ª ETAPA: Análisis de resultados**

Se analizan los resultados de propiedades y características mecánicas obtenidos en el ensayo de tracción con objeto de analizar la influencia de las variables metalúrgicas en estudio. Se realiza un estudio comparativo entre estas propiedades y características y la macro dureza que presenta el material. Finalmente se correlacionan todos estos datos con la microestructura con objeto de concluir las condiciones de procesado óptimas para reforzar el comportamiento mecánico de los aceros inoxidables pulvimetalúrgicos.

## **4. CONCLUSIONES**

Una vez realizadas todas las etapas, y después de analizar concienzudamente todos los datos obtenidos, se extraen las conclusiones. Como extracto de las más importantes, podemos afirmar lo siguiente.

❖ Tras una caracterización metalográfica, y un análisis de imagen, se observa que mientras los aceros inoxidables ferríticos y austeníticos muestran la estructura típica de ferrita y austenita respectivamente, en los aceros dúplex pulvimetalúrgicos aparecen micro constituyentes que no son usuales en los aceros dúplex convencionales. Tal es el caso del constituyente mixto.

❖ El ataque electrofítico con ácido oxálico pone de manifiesto la alta resistencia a la corrosión de todas las composiciones sinterizadas en vacío cuando son enfriadas rápidamente en agua. Sin embargo, para las muestras enfriadas lentamente, es mayor el riesgo de corrosión de tipo generalizada. Para el acero base ferrítico y dúplex se produce una descromización de la matriz, por lo que la corrosión es más evidente tanto en borde de grano como en el interior.

❖ Los estudios de difracción de rayos X confirman la presencia de austenita y ferrita para los aceros 316L y 430L respectivamente siendo minoritaria la presencia de precipitados secundarios. Estos son fundamentalmente carburos, y aparecen si el enfriamiento ha sido lento. Para el acero dúplex la cantidad de austenita aumenta con la velocidad de enfriamiento, a la vez que se reduce la precipitación de fases secundarias.

❖ El comportamiento mecánico de los aceros, evaluado mediante el ensayo de tracción, depende fundamentalmente del tipo de polvo utilizado, del modo de enfriamiento y de la composición química de los aceros. No obstante se observa un reforzamiento cuando se incrementa la presión de compactación, consecuencia de la disminución de porosidad. Este reforzamiento es más evidente cuando se trabaja con aceros ferríticos y austeníticos.

❖ En general, en las probetas enfriadas en el horno, podemos observar un claro efecto beneficioso de la presión de compactación en el comportamiento mecánico. Al aumentar la presión disminuye el grado de porosidad lo que justifica el incremento de resistencia y de ductilidad observado en el ensayo de tracción. En el caso de enfriamiento en agua el efecto de la presión de compactación no es significativo.

❖ Para los aceros con enfriamiento lento el efecto de la presión de sinterizado es muy importante. Tanto en el acero austenítico como en el ferrítico se observa claramente que las probetas que se han sinterizado en condiciones de alto vacío a 0.062 Pa tienen mejor comportamiento mecánico que las que se han sinterizado únicamente con la bomba rotativa. Así mismo, la capacidad de deformación es también mucho mayor. En las muestras enfriadas en agua sigue observándose la misma tendencia, presentando mejor comportamiento mecánico las muestras sinterizadas en condiciones de alto vacío, aunque como sucedía con la presión de compactación, el efecto es poco significativo.

❖ La influencia del modo de enfriamiento en el comportamiento mecánico es claramente diferente para los aceros base y los aceros dúplex. En el caso de los aceros base, tanto para el acero austenítico como para el ferrítico el enfriamiento en agua supone una notable ventaja en el comportamiento mecánico del material. Se consigue a

la vez que un notable aumento de la resistencia mecánica, un importante incremento de la ductilidad. Sin embargo en el caso del acero dúplex el modo de enfriamiento apenas influye en el comportamiento del material a tracción, obteniéndose no obstante, un ligero incremento en la resistencia mecánica y ductilidad en la muestra enfriada en el agua.

❖ Los aceros duplex siempre presenten mayor resistencia mecánica para cualquier condición de compactado, sinterización y modo de enfriamiento que los aceros base. Podemos ver que en todos los casos los aceros duplex tienen mayor resistencia mecánica y mayor ductilidad que los aceros de partida con los que se ha formado la mezcla primitiva

❖ En el caso del enfriamiento en agua, el acero fabricado a partir de mezcla de polvos ferríticos y austeníticos es el que muestra mejor comportamiento, especialmente en lo relativo a la resistencia mecánica. Si bien, la ductilidad es menor, debido probablemente a la formación de martensita en el constituyente mixto.

❖ En buena correlación con los resultados de resistencia mecánica se puede afirmar que el enfriamiento en agua tiene un claro efecto endurecedor para cualquier presión de compactado, para cualquier presión de sinterizado y para las tres composiciones de polvos inoxidables utilizadas. Una vez más, este efecto es más notable en los aceros base austenítico y ferrítico que en el acero dúplex, que de origen, es mucho más duro en cualquier condición. Por tanto, este parámetro si influye pero lo hace en menor grado que en el resto.

❖ El acero dúplex es el que muestra un mejor comportamiento mecánico, independientemente de las condiciones de análisis. Como ejemplo, la muestra que presenta el mejor comportamiento mecánico, en cuanto a dureza, y resistencia mecánica, se obtiene para esta composición 50/50 compactada a 750Mpa, sinterizada en alto vacío y enfriada en agua.

❖ Esta última conclusión sirve de corolario para todas las postuladas anteriormente, ya que si de por sí, el acero dúplex es el que mejor comportamiento mecánico tiene en cualquier medio de estudio, además, hemos realizado sobre él las operaciones que nos ofrecen ciertas mejoras:

1. Incremento de la presión de compactación, lo que supone una disminución de la porosidad, y por consiguiente, un aumento en la resistencia mecánica.

2. Disminución de la presión de sinterización, lo que reduce notablemente la aparición de corrosión trans e inter granular. Así mismo, reduce la aparición de elementos que favorecen la fragilidad.
3. Incremento en la velocidad de enfriamiento, lo que aumenta la resistencia mecánica, y la ductilidad.



---

**Universidad de Valladolid**

---



**ESCUELA DE INGENIERÍAS  
INDUSTRIALES**

**DISEÑO Y PUESTA A PUNTO DE UN SISTEMA DE VACÍO PARA  
SINTERIZACIÓN DE PROBETAS PULVIMETALÚRGICAS DE ACERO  
INOXIDABLE**

Proyecto fin de carrera

Autores:

**Óscar Álvaro Perrote**

**Carlos Ferrero Peña**

Tutora:

**D<sup>a</sup> Cristina García Cabezón**

Febrero 2013



## **AGRADECIMIENTOS**

*La realización de este proyecto no habría sido posible sin la ayuda, colaboración y ánimo de las siguientes personas, a las que queremos agradecer su confianza en nosotros, con las líneas siguientes.*

*A nuestras tutoras, Cristina y Yolanda, ya que sin su inestimable ayuda y paciencia no habríamos sido capaces ni de empezar este proyecto. También, a todo el departamento de Metalografía por acogernos como parte del grupo.*

*Y por último, a nuestras familias y amigos por el apoyo mostrado en los muchos momentos de dudas y desesperación durante todos estos años en la Universidad.*

*Gracias a todos ellos.*



# ÍNDICE

<b>1. Justificación del proyecto.....</b>	<b>9</b>
1.1 Enunciado del proyecto	
1.2 Justificación del proyecto	
1.3 Objetivos	
1.4 Plan para el desarrollo del proyecto	
<b>2. Aceros inoxidables.....</b>	<b>15</b>
2.1 Introducción	
2.2 Elementos de los aceros inoxidables	
2.3 Tipos de aceros inoxidables	
2.4 Características y aplicaciones de los aceros inoxidables más comunes	
2.5 Aceros inoxidables pulvimetalúrgicos	
<b>3. Proceso de pulvimetalurgia.....</b>	<b>31</b>
3.1 Introducción	
3.2 Etapas del proceso de pulvimetalurgia	
3.2.1 Manufactura de polvos	
3.2.2 Dosificación y mezcla	
3.2.3 Compactación	
3.2.4 Sinterización	
3.2.5 Mecanizado final	
3.3 Propiedades de los productos sinterizados	
3.4 Productos sinterizados	
3.5 Ventajas e inconvenientes	
<b>4. Proceso experimental.....</b>	<b>55</b>
4.1 Introducción	
4.2 Diseño y descripción del sistema de vacío	
4.2.1 Bomba rotativa. Características y funcionamiento	
4.2.2 Bomba difusora. Características y funcionamiento	
4.3 Manipulación y funcionamiento del equipo	
4.3.1 Modo de empleo para la obtención de bajo vacío	
4.3.2 Modo de empleo para la obtención de alto vacío	

4.4	Obtención de las probetas	
4.4.1	Introducción	
4.4.2	Dimensiones y peso de las probetas	
4.4.3	Mezcla y pesado de los polvos	
4.4.4	Proceso de compactación de los polvos	
4.4.5	Proceso de sinterización	
4.4.6	Proceso de enfriamiento de probetas	
4.5	Caracterización mecánica	
4.5.1	Ensayo de macrodureza	
4.5.2	Ensayo de tracción	
4.5.2.1	Introducción y descripción del proceso	
4.5.2.2	Proceso experimental	
4.5.2.3	Resultados obtenidos	
4.6	Estudio microestructural	
4.6.1	Medida de la porosidad	
4.6.2	Ataque electrolítico con ácido oxálico	
4.6.2.1	Descripción del ensayo	
4.6.2.2	Desarrollo del ensayo	
<b>5.</b>	<b>Estudios de viabilidad.....</b>	<b>81</b>
5.1	Análisis químico	
5.2	Caracterización mecánica	
5.2.1	Ensayo de tracción	
5.2.2	Ensayo de dureza	
<b>6.</b>	<b>Análisis de resultados.....</b>	<b>91</b>
6.1	Caracterización microestructural	
6.1.1	Grado de porosidad superficial	
6.1.2	Densidad de los productos sinterizados	
6.1.3	Observación microestructural. Ataque con ácido oxálico	
6.1.3.1	Aceros enfriamiento en el horno	
6.1.3.2	Aceros enfriamiento en el agua	
6.1.4	Observación microestructural. Difracción de rayos X	
6.2	Caracterización mecánica. Ensayo de tracción	

6.3 Caracterización mecánica. Ensayo de dureza	
<b>7. Conclusiones.....</b>	<b>135</b>
<b>8. Anexos.....</b>	<b>141</b>
8.1 Anexo I: Micrografías	
<b>9. Bibliografía.....</b>	<b>163</b>



# **JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO**



# **1. INTRODUCCIÓN**

## **1.1. ENUNCIADO DEL PROYECTO**

Diseño y puesta a punto de un sistema de vacío para sinterización de probetas pulvimetalúrgicas de acero inoxidable.

## **1.2. JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO**

El proyecto que a continuación se presenta tiene como objeto el diseño y puesta a punto de un sistema de vacío para sinterización de probetas pulvimetalúrgicas que nos permita obtener resultados sobre la influencia del procesado en el comportamiento mecánico a tracción de los aceros inoxidables obtenidos a partir de polvos. La selección de la técnica de procesado utilizada se ha realizado teniendo en cuenta todas las ventajas que la metalurgia de polvos ofrece para la fabricación de piezas de forma compleja que van desde consideraciones técnicas como puede ser la resistencia a la corrosión y oxidación, resistencia al desgaste, maquinabilidad, etc.; hasta económicas, de acabado superficial o diseño de piezas que con otros métodos productivos serían inviables. A pesar de estas ventajas cuenta con el inconveniente de la porosidad que limita el comportamiento mecánico con lo que nos proponemos mejorar este comportamiento mediante la sinterización en vacío. Como materiales se analiza el comportamiento de aceros inoxidables, uno de los grupos de aceros pulvimetalúrgicos de mayor interés industrial por su amplia utilización en sectores tan diversos como la industria de la automoción, aeronáutica, petroquímica o industrias químicas donde es imprescindible un buen compromiso entre características mecánicas, dureza y resistencia a corrosión. En este sentido es especialmente interesante la utilización de atmósfera de vacío con el fin de evitar la oxidación a alta temperatura, la corrosión y la precipitación de fases secundarias que pudieran inducir fragilización. Igualmente es preciso conocer la microestructura de los materiales en estudio para poder correlacionar las características mecánicas del material con las fases y microconstituyentes que lo integran.

## **1.3. OBJETIVOS**

El objetivo principal del proyecto es diseñar y poner en funcionamiento un sistema de vacío de dos bombas (rotativa y difusora) para sinterizar probetas pulvimetalúrgicas de los aceros inoxidables AISI 316L, AISI 430L y DÚPLEX 50/50 a las que se practicarán ensayos de tracción para conocer su comportamiento mecánico. Una vez optimizado el proceso, se estudian las propiedades mecánicas. El comportamiento de estos aceros frente a la corrosión se evaluará de forma cualitativa mediante la práctica A, de ASTM A262.

Analizaremos la microestructura y las características mecánicas de los aceros de diferente composición química y obtenidos en diferentes condiciones de compactado y sinterización. Se pretende correlacionar la microestructura observada con la dureza, microdureza, resistencia y ductilidad de los materiales en estudio con objeto de conocer la influencia de variables como la

composición química de los polvos, la presión de compactación, la presión de vacío y la velocidad de enfriamiento de sinterización.

El objetivo último del proyecto es conocer la composición química y las condiciones de compactado y sinterización óptimas que originan el máximo reforzamiento mecánico para aceros inoxidables pulvimetalúrgicos sinterizados en atmósfera de vacío.

## **1.4. PLAN PARA EL DESARROLLO DEL PROYECTO**

El proyecto se llevará a cabo en una serie de fases claramente diferenciadas que se detallan a continuación:

### **1ª ETAPA: Definir el material de trabajo.**

Trabajaremos con 3 tipos de polvos inoxidables. Austenítico (Tipo AISI 316L), Ferrítico (Tipo 430L) y un acero dúplex obtenido a partir de mezclas de los anteriores con la siguiente composición: 50A/50F.

### **2ª ETAPA: Optimización del proceso.**

Se hace un estudio de todas las variables de influencia en el proceso de conformado por sinterización de probetas de tracción pulvimetalúrgicas. Se establecen dos presiones de compactación. Se pone a punto el horno de sinterización en presencia de una atmósfera de vacío. Se utilizarán dos bombas mediante las cuales se obtiene dos presiones de vacío en función de la utilización de una sola bomba o las dos en serie. Así mismo se establecerán las condiciones para llevar a cabo la obtención de probetas con diferentes velocidades de enfriamiento tras la sinterización, una de enfriamiento lento en el horno y otra de enfriamiento rápido en agua, que nos permitan optimizar el comportamiento mecánico.

### **3ª ETAPA: Obtención de las probetas**

Realización de las probetas de tracción en la prensa por compresión. Para ello, distinguiremos 2 presiones de compactación.

### **4ª ETAPA: Sinterización y distintos enfriamientos.**

En esta etapa trataremos de estudiar la influencia de la atmósfera de sinterización, se utilizan dos presiones de sinterización de 0.062Pa (alto vacío) y 11 Pa (bajo vacío) y de los distintos enfriamientos llevados a cabo.

La atmósfera elegida será de vacío y los enfriamientos en horno y enfriamiento rápido en agua desde la temperatura de sinterización.

### **5ª ETAPA: Caracterización microestructural**

Observación de las probetas en estado de pulido (comprobación del buen sinterizado de las mismas y medida de la porosidad mediante técnicas de análisis de imagen. Preparación y observación de probetas metalográficas obtenidas a partir de las probetas pulvimetalúrgicas de tracción. Estudio microestructural, práctica A, mediante ataque electrolítico con oxálico que revela de forma cualitativa la susceptibilidad a la corrosión intergranular/transgranular.

### **6ª ETAPA: Caracterización mecánica**

Se llevará a cabo el realización del ensayo de tracción que nos permita la obtención del diagrama tensión-deformación y las propiedades mecánicas más importantes aplicables al diseño mecánico (límite elástico, resistencia mecánica, alargamiento de rotura, estricción, etc.) de las probetas sinterizadas en función de las diferentes variables de composición química, compactación y sinterización consideradas. El estudio del comportamiento mecánico se completa con la medida de la macrodureza de los diferentes tipos de aceros en sus diferentes condiciones de compactado y sinterización.

### **7ª ETAPA: Análisis de resultados y conclusiones.**

Se analizan los resultados de propiedades y características mecánicas obtenidos en el ensayo de tracción con objeto de analizar la influencia de las variables metalúrgicas en estudio. Se realiza un estudio comparativo entre estas propiedades y características y la macrodureza que presenta el material. Finalmente se correlacionan todos estos datos con la microestructura con objeto de concluir las condiciones de procesado óptimas para reforzar el comportamiento mecánico de los aceros inoxidables pulvimetalúrgicos.



# **ACEROS INOXIDABLES**



## **2. ACEROS INOXIDABLES**

### **2.1 INTRODUCCION**

Acero es la denominación común que reciben los productos siderúrgicos procedentes de una mezcla homogénea entre hierro y carbono, que en proporciones diferentes, y según su tratamiento, adquiere especial elasticidad, dureza, o resistencia.

Siendo más específicos, sólo se contempla como acero aquella mezcla que tenga una cantidad de carbono comprendida entre el 0.03 y el 1.8%. Por debajo de este intervalo, consideraremos la aleación como sólo hierro, y por encima, hasta el 6.7% de carbono, la consideraremos fundición.

Es conveniente ser muy cuidadoso con la nomenclatura de los productos, ya que debido a sus diferentes características, las aplicaciones a las que están destinados, son bastante diferentes. Por ejemplo, el hierro como tal, apenas tiene interés industrial, salvo si aprovechamos sus buenas características magnéticas para la fabricación de imanes, o núcleos de motores o transformadores. Así mismo las fundiciones son más frágiles y duras que los aceros, pero debido a sus bajos puntos de fusión son interesantes a la hora de obtener piezas complicadas mediante la técnica de moldeo.

Los primeros trabajos realizados para la fabricación de aceros inoxidables datan del siglo XIX. Ya en aquellos días, se sabía que el hierro aleado con ciertos metales, como el cobre y el níquel resistía mejor a la oxidación que el acero ordinario. En 1865 ya se hacían, aceros con 25 y 35% de níquel que resistían muy bien la acción de la humedad del aire, aunque en esa época no se llegó a estudiar ni a conocer bien esta clase de aceros. Siete años después, en 1872 Woods y Clark fabricaron aceros con 5% de cromo que tenían también mayor resistencia a la corrosión que los hierros ordinarios de esa época.

Posteriormente en 1892 Hadfield, en Sheffield, estudió las propiedades de ciertos aceros aleados con cromo y dio a conocer en sus escritos que el cromo mejoraba sensiblemente la resistencia a la corrosión. En 1904-1910, León Guillet y Albert M. Portevin realizaron en Francia numerosos estudios sobre aceros aleados con cromo y níquel, determinando microestructuras y tratamientos de muchos de ellos. Llegaron a fabricar aceros muy similares a los típicos aceros inoxidables que se usan en la actualidad, pero hasta entonces nunca le dieron especial atención a la inoxidabilidad.

El desarrollo original de lo que son actualmente los aceros inoxidables se inició en el comienzo de la primera guerra mundial. En forma independiente, y casi a la vez, en Inglaterra y en Alemania se descubrieron los aceros inoxidables tal como los conocemos ahora.

Fue el metalúrgico inglés Harry Brearly, en 1912, quién investigando cómo mejorar una aleación para proteger los cilindros de los cañones, encontró que agregando cromo a los aceros de bajo carbono, se obtenían aceros resistentes a las manchas (stainless) o resistentes a la oxidación.

Por otra parte, los doctores Strauss y Maurer, de Alemania, patentaron en las mismas fechas dos grupos de aceros inoxidables al cromo-níquel de bajo contenido de carbono; uno de éstos, con la denominación 18-8, ha sido utilizado desde entonces en numerosas aplicaciones.

Las propiedades y composiciones de los aceros inoxidables se mantuvieron en secreto durante la primera guerra mundial, pero a partir de ahí, la familia de los aceros inoxidables ha crecido en forma impresionante. En la actualidad se cuenta con un gran número de tipos y grados de acero inoxidable, con una gran variedad de acabados, dimensiones, tratamientos, etc.

Su resistencia a la corrosión, y sus propiedades higiénicas y estéticas, hacen del acero inoxidable un material muy atractivo para satisfacer diversos tipos de demandas, como por ejemplo:

- En el hogar: cubertería y menaje, fregaderos, sartenes y baterías de cocina...
- En la ciudad: paradas de autobús, ascensores, escaleras, y resto de mobiliario urbano, fachadas de edificios, vagones de metro e infraestructuras de las estaciones...
- En la industria: equipamiento para la fabricación de productos alimentarios y farmacéuticos, plantas para el tratamiento de aguas potables y residuales, plantas químicas y petroquímicas, componentes para la automoción y aeronáutica, depósitos de combustible y productos químicos...

El acero inoxidable es un material sólido y no un revestimiento especial aplicado al acero común para darle características "inoxidables". Aceros comunes, e incluso otros metales, son a menudo cubiertos o "bañados" con metales blancos como el cromo, níquel o zinc para proteger sus superficies o darles otras características superficiales. Mientras que estos baños tienen sus propias ventajas y son muy utilizados, el peligro radica en que la capa puede ser dañada o deteriorarse de algún modo, lo que anularía su efecto protector. La apariencia del acero inoxidable puede, sin embargo, variar y dependerá en la manera que esté fabricado y en su acabado superficial.

Cada tipo de acero inoxidable tiene sus características mecánicas y físicas y será fabricado de acuerdo con la normativa nacional o internacional establecida.

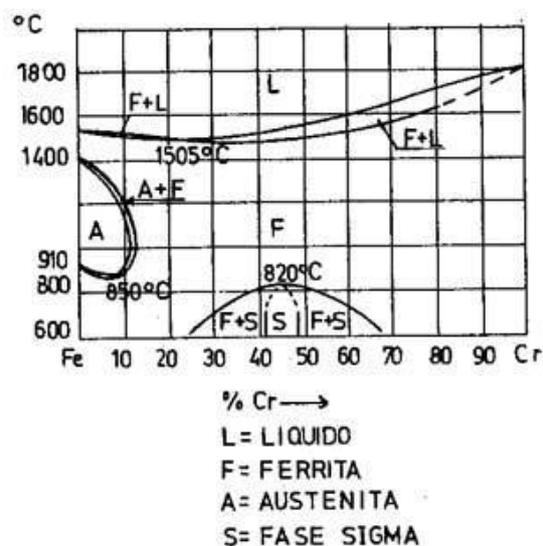
## 2.2 ELEMENTOS EN LOS ACEROS INOXIDABLES

En las complejas aleaciones que son los aceros inoxidables, debemos prever la existencia de diversas soluciones sólidas como la ferrita, la austenita, y zonas de transición en las que coexisten estas dos soluciones. La aparición de estas fases estará vinculada a la existencia de elementos de aleación, como pueden ser, entre los más importantes, el cromo y el níquel.

Mientras el cromo actúa favoreciendo la ampliación de la ferrita, el níquel actúa en sentido opuesto ampliando el área de existencia de la austenita, por lo que tendremos que prestar especial atención en las cantidades de uno o de otro, según las características que queramos para nuestro acero.

### Cromo

El cromo es el elemento fundamental de aleación en los aceros inoxidables. Es un elemento alfégeno, ya que restringe el campo de existencia de la austenita (hierro  $\gamma$ ) para favorecer la expansión de la ferrita (hierro  $\alpha$ ), tal y como se aprecia en el diagrama hierro-cromo de la figura.



Observando atentamente el diagrama, se advierte que, para contenidos de cromo hasta aproximadamente un 12%, existe un campo cerrado de austenita (hierro  $\gamma$ ). Para aleaciones con un contenido de cromo inferior, tiene lugar, partiendo del estado líquido, primero la separación de ferrita, luego la transformación de la misma en austenita y finalmente su retransformación en ferrita.

En los aceros inoxidables con alto contenido en cromo, se puede observar la presencia de un compuesto intermetálico (fase  $\sigma$  o martensita), muy perjudicial debido a su baja tenacidad, incluso en caliente, y a su baja resistencia a la corrosión.

Cuando a la aleación binaria hierro-cromo se le añade carbono, el estudio del diagrama que se produce, permite apreciar que el punto eutectoide se encuentra desplazado hasta contenidos menores

de carbono, comparado con el diagrama hierro-carbono. Para un 12% de cromo, el contenido de carbono en ese punto es del 0.40%.

El cromo se disuelve en la ferrita y muestra una fuerte tendencia a formar carburos de cromo y carburos complejos. Sirve para aumentar la dureza y la resistencia a la tracción de los aceros, mejora la templabilidad, impide las deformaciones en el temple, aumenta la resistencia al desgaste, etc.

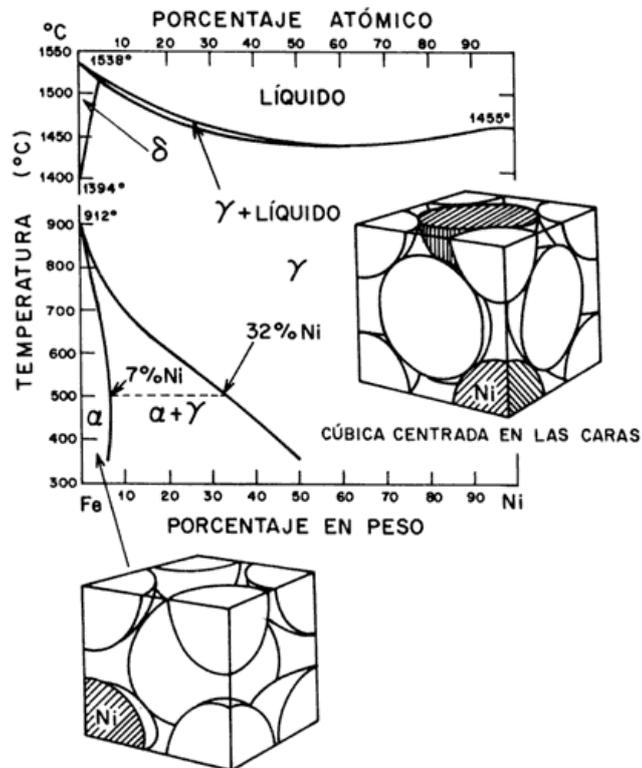
## Níquel

Una de las ventajas más grandes que aparece asociada al empleo de níquel, es que este elemento evita el crecimiento del grano excesivo en los tratamientos térmicos, lo que sirve para producir en los aceros que lo contengan gran tenacidad.

El níquel además hace descender los puntos críticos, y por ello, los tratamientos pueden hacerse a temperaturas ligeramente más bajas que las que corresponden a aceros ordinarios.

Experimentalmente se observa que en los aceros aleados con níquel se obtiene para una misma dureza, un límite de elasticidad ligeramente más elevado, mayores alargamientos y mayores resistencias que con los aceros al carbono o de baja aleación.

Para estudiar la influencia del níquel hay que fijarse en el diagrama hierro-níquel.



A diferencia del anterior, es un elemento gammágeno, ya que amplía el campo de existencia de la austenita (hierro  $\gamma$ ) en detrimento de los de la ferrita (hierro  $\alpha$ ) y de la martensita (hierro  $\delta$ ).

Así mismo, el diagrama hierro-níquel revela que para contenidos de níquel superiores al 40%, la aleación se convierte en magnética a pesar de la presencia de la austenita.

## **Silicio**

Este elemento aparece en todos los aceros, al igual que el manganeso, porque se añade intencionadamente durante el proceso de fabricación. Ambos se emplean como elementos desoxidantes, con objeto de evitar que aparezcan en el acero poros y otros defectos internos.

Es un elemento de carácter fuertemente alfégeno. Al igual que el cobre, mejora la resistencia a la oxidación, ya que aumenta la adherencia de la película pasiva cuando se expone a elevadas temperaturas.

Para porcentajes comprendidos entre 3 y 5,5 %, produce la formación de ferrita, y mejora la resistencia a la corrosión por picadura. Sin embargo, para porcentajes superiores al 6,75%, la velocidad de corrosión aumenta, debido a que desplaza al carbono hacia el límite de grano produciendo así la corrosión intergranular. Por todo ello, es conveniente que la concentración del silicio sea baja para que la resistencia a la corrosión sea mayor.

Con él, se mejora la resistencia y se disminuye la ductilidad. Aunque sus efectos aún no han sido estudiados en profundidad, mejora del comportamiento frente a la corrosión en distintos medios, por lo que aparece como un elemento atractivo para aleaciones.

## **Aluminio**

Se emplea en los aceros resistentes a alta temperatura. Junto con el níquel y el titanio, da lugar a la precipitación de intermetálicos provocando así un endurecimiento estructural. Se emplea también como desoxidante.

## **Molibdeno**

Mejora notablemente la resistencia a la tracción, la templabilidad y la resistencia a la corrosión de los aceros.

El molibdeno se disuelve en la ferrita, pero tiene una fuerte tendencia a formar carburos. Es un potente estabilizador y tiende a retardar el ablandamiento de los aceros durante el revenido.

## **Titanio y Niobio**

Son elementos alfégenos y suelen adicionarse a los aceros austeníticos principalmente para evitar la precipitación de carburos de cromo, que conlleva asociada una corrosión intercrystalina. Dado su fuerte carácter carburígeno pueden además dar lugar a fenómenos de endurecimiento por precipitación.

Se suele añadir pequeñas cantidades de titanio a algunos aceros muy especiales para desoxidar y afinar el grano.

### **Cobalto y wolframio**

Se añaden básicamente porque combinados con la ferrita, aumentan su dureza, y resistencia en caliente. Como efecto negativo, reducen la templabilidad de los aceros.

Son unos de los pocos elementos que aleados con el acero, mueven el punto eutectoide hacia la derecha del diagrama

### **Manganeso**

Se añade en los aceros inoxidables con bajo contenido en níquel para paliar la deficiencia de éste, ya que el manganeso es un elemento de carácter gammágeno. Sin embargo, no puede reemplazarlo totalmente, porque la solubilidad del cromo disminuye con el aumento del contenido en manganeso, pudiéndose presentar la precipitación de otras fases.

En general la adición de este elemento mejora la resistencia y la dureza. También retarda fuertemente la segregación de azufre, mejorando de esta forma la resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables. El manganeso al igual que el cromo aumenta la solubilidad del nitrógeno.

Actúa como desoxidante y evita, en parte, que en la solidificación del acero que se desprendan gases que den lugar a porosidades perjudiciales en el material.

### **Nitrógeno**

Es un elemento fuertemente gammágeno, que puede sustituir al níquel en los aceros austeníticos cuando las exigencias económicas lo hacen necesario. Obviamente, el acero tendrá peores características que el acero original aleado con níquel.

### **Azufre y Fósforo**

Estos dos elementos están siempre presentes en todos los aceros, como impurezas derivadas del propio proceso de obtención. Son perjudiciales, salvo en contadas excepciones, ya que confieren fragilidad a los aceros.

Podemos encontrarlos en los límites de grano jugando un papel muy importante en la corrosión intergranular, ya que la favorecen notablemente.

Podemos encontrar azufre en forma de sulfuros en la matriz y en el límite de grano hacia donde se desplaza por el crecimiento de los carburos de cromo.

Así mismo, podemos indicar que además el azufre tiene tendencia a combinarse con molibdeno y manganeso, provocando que la concentración efectiva de estos elementos disminuya.

## 2.3 TIPOS DE ACEROS INOXIDABLES

Hay cinco grupos básicos de aceros inoxidables clasificados de acuerdo con su estructura metalúrgica: austeníticos, ferríticos, martensíticos, dúplex y de endurecimiento por precipitación.

- **Martensíticos:** Su contenido en carbono está comprendido entre el 0,1 y el 0,5%, con puntas incluso del 1%, y su contenido en cromo oscilará entre el 11% y el 18%. Son endurecibles con tratamientos térmicos y tienen alta resistencia independientemente de la temperatura de trabajo. Por ello, suelen usarse en turbinas de gas, ejes, y árboles. Los martensíticos puros no son soldables, y son muy estables, por lo que se utilizan en elementos de precisión como puede ser material quirúrgico o rodamientos.
- **Ferríticos:** El contenido de cromo está comprendido entre el 16% y el 30% con contenidos en carbono inferiores al 0,1% que pueden aumentar hasta el 0,35% cuando el cromo esté en el límite superior. La estructura cristalina BCC (cúbica centrada en el cuerpo), les confiere una buena resistencia mecánica y una ductilidad moderada. No admiten temple, son magnéticos, y de bastante ductilidad, por lo que son económicos a la hora de realizar trabajos en frío como la embutición o la estampación.
- **Austeníticos:** Además de tener un contenido en cromo entre el 16 y 26%, contienen níquel en proporción del 6 al 22% y contenidos en carbono muy bajos, inferiores al 0,1% y que sólo pueden aumentarlo hasta el 0,25% en casos de máximo contenido de cromo y níquel. Estos aceros son los más utilizados por su amplia variedad de propiedades, buena resistencia a la tracción, tenacidad y ductilidad. Son los que mejor resistencia tienen a la corrosión, y no son endurecibles por tratamientos térmicos. No son magnéticos y tienen una excelente soldabilidad. Se les puede adicionar: molibdeno, tungsteno, silicio, cobre, titanio para mejorar sus propiedades
- **Dúplex o austenoferríticos:** son aquellos cuya composición está equilibrada para que junto a la austenita exista también una cierta cantidad de ferrita. Combinan las características de los dos anteriores, destacando sobretudo la elevada resistencia a la corrosión tanto en medios uniformes, picaduras, y corrosión bajo tensión, o por fatiga. Son fácilmente soldables, y tienen buenas características mecánicas.
- **Aceros endurecibles por precipitación:** Se obtienen a partir del endurecimiento por tratamiento térmico de envejecimiento y ofrecen una alternativa a los aceros inoxidables austeníticos cuando se desea asociar elevadas características mecánicas y de maquinabilidad.

En general, podemos agrupar las características en la tabla siguiente

Tipo	Resistencia a la corrosión	Dureza	Magnéticos	Templables	Soldabilidad
Martensíticos	Baja	Alta	Si	Sí	Pobre
Ferríticos	Buena	Media/baja	Sí	No	Limitada
Austeníticos	Excelente	Alta	No	No	Excelente

## 2.4 CARACTERÍSTICAS Y APLICACIONES DE LOS ACEROS INOXIDABLES MÁS COMUNES

### MARTENSÍTICOS

**AISI 403.**- Se emplea en partes críticas de maquinaria sometidas a altos esfuerzos y donde se requiere, además buena resistencia al calor, corrosión, desgaste abrasivo o erosión.

**AISI 410.**- Es el tipo más usado de la familia martensítica debido a sus atractivas características y su bajo costo. Se emplea en tuercas, tornillos, cubiertos, herramientas de cocina, partes de horno a bajas temperaturas, equipo para refinación de petróleo, vajillas, partes para turbinas a gas o vapor, etc. Tiene un coeficiente de expansión poco menor que el del acero al carbono, mientras que la conductividad térmica es casi la mitad correspondiente al valor para el acero al carbono. Puede desarrollar una excelente combinación de resistencia mecánica y dureza mediante adecuado tratamiento térmico. En la condición de recocido, es dúctil y es una buena opción para conformado en frío y otras operaciones de transformación donde el uso final está destinado a ambientes moderadamente corrosivos.

**AISI 416.**- Otra versión del tipo 410, donde el azufre o el selenio son adicionados para producir las mejores características de maquinabilidad de la clase martensítica, aunque tiene menor desempeño en ductilidad y formabilidad que el 410. Se utiliza en conectores, cerraduras, cabezas de palos de golf, partes de bombas, flechas, partes para válvulas, etc.

**AISI 420.**- Es una modificación del 410, con alto contenido de carbono, que le permite alcanzar mayor dureza y mayor resistencia al desgaste aunque menor resistencia a la corrosión. Se utiliza para instrumentos dentales y quirúrgicos, hojas de cuchillos, moldes, herramientas, etc.

**AISI 422.**- Diseñado para el servicio a temperaturas de hasta 650° C, donde lo que prima es la resistencia mecánica. Presenta una maquinabilidad baja.

**AISI 431.**- Diseñado para obtener altas propiedades mecánicas mediante tratamientos térmicos junto con buena resistencia al impacto. Empleado para fabricar conectores, cerraduras, partes para transportadores, equipo marino...

**AISI 440.**- Utilizados en donde se requiere una alta dureza, resistencia a la abrasión y buena resistencia a la corrosión. De baja maquinabilidad. Sus principales aplicaciones son: cuchillería, partes resistentes al secado, equipo quirúrgico, inyectores, etc.

### FERRÍTICOS

**AISI 405.**- Conocido como un grado soldable del tipo 410 se utiliza en partes resistentes al calor, equipo para refinación, racks para templado de acero.

**AISI 409.**- Es un acero estructural de uso general, que se utiliza en aplicaciones que no requieren alta calidad de apariencia. Se usa para fabricar silenciadores y convertidores catalíticos para automóviles, cajas de trailer, tanques de fertilizantes, contenedores...

**AISI 430.**- Es el más popular de los aceros inoxidables simplemente al cromo. Es un acero dúctil que tiene buenas características de formabilidad. Tiene buena resistencia a la corrosión y una buena apariencia de acabado, por lo que es ideal para muebles, decoración interior, adornos y molduras automotrices. Así mismo, se utiliza también en equipo químico de proceso, sobretodo, relacionado con ácido nítrico.

**AISI 434.**- Es una variación del tipo 430 que contiene molibdeno y niobio que incrementan la resistencia a la corrosión. Es particularmente ventajoso para usos automotrices exteriores.

**AISI 446.**- Contiene el máximo contenido de cromo de toda la familia ferrítica, por lo que tiene la mayor resistencia a la corrosión de su clase. Por esto, se recomienda para uso en atmósferas de comportamiento azufroso a altas temperaturas (1000° C). No debe ser utilizado en aplicaciones en donde se requiera alta resistencia mecánica. Se utiliza para la fabricación de bases para tubos de rayos X, partes de quemadores, tubos para pirómetros, válvulas y conectores, etc.

## **AUSTENÍTICOS**

**AISI 301.**- Menor resistencia a la corrosión que otros aceros de la serie 300. Puede ser fácilmente formado y ofrece buenas propiedades de soldabilidad. Se utiliza en partes de aviones, adornos arquitectónicos, cajas de ferrocarril y de trailer, equipos para procesamiento de alimentos...

**AISI 303.**- Especial para propósitos de maquinado, con buena resistencia a la oxidación en ambientes de hasta 900° C.

**AISI 304.**- Caracterizado por su buena soldabilidad, buenas propiedades mecánicas, y buen comportamiento a temperaturas elevadas, (800 a 900° C. se recomienda para construcciones ligeras que requieran buena resistencia a la corrosión y cuando se requiera soldar altos espesores. Algunas aplicaciones son equipo químico de proceso, accesorios para aviones, remaches, equipo para hospitales, etc.

**AISI 309.**- Poseen alta resistencia mecánica, tenacidad y excelente resistencia a la oxidación en temperaturas de hasta 1000° C. Calentadores de aire, equipo químico de proceso, partes de quemadores de turbinas de gas e intercambiadores de calor son algunas de las aplicaciones más comunes fabricadas con este tipo de acero.

**AISI 310.**- Es frecuentemente usado en servicios de alta temperatura. Se utiliza para fabricar calentadores de aire, equipo para tratamiento térmico de aceros, equipo químico de procesos, etc.

**AISI 316.**- Resistente a la corrosión frente a diversos agentes químicos agresivos, ácidos y atmósfera salina. Se utiliza para adornos arquitectónicos, equipo para el procesamiento de alimentos, farmacéutico, fotográfico, textil, etc.

**AISI 321.**- Es similar al 304, pero contiene una adición de titanio equivalente a cinco veces el contenido de carbono. Las principales aplicaciones de este acero son recipientes a presión y almacenamiento, partes de motores de jet, equipo químico de proceso, etc.

## 2.5 ACEROS INOXIDABLES PULVIMETALÚRGICOS

Los polvos de acero inoxidable son normalmente prealeados, y similares en cuanto a composición con las distintas familias de inoxidables obtenidos por procedimientos convencionales. Entonces, dentro de los inoxidables obtenidos por pulvimetalurgia, habrá tantos como aleaciones podamos obtener. Esas composiciones no necesariamente serán las óptimas para materiales que tengan poros, y por eso, ante este comportamiento, los fabricantes de polvos de acero inoxidable presentan nuevas composiciones para responder a las necesidades específicas del mercado.

Los grupos contemplados serán por tanto los ferríticos, austeníticos, martensíticos, dúplex, y endurecibles por precipitación.

En base a un artículo de Chris Schade (Hoeganaes Corp.) que estudia los diferentes grados de aceros inoxidables según AISI, podemos obtener las siguientes conclusiones:

Ferríticos: de largo los más usados en la industria, y sobretodo en la automovilística. En general, son magnéticos y tienen una moderada ductilidad y resistencia a la corrosión. Así mismo, son relativamente débiles si los sometemos a altas temperaturas. A medida que se van aumentando los niveles de cromo, la resistencia a la corrosión, y las propiedades mecánicas aumentan. Si introducimos otros elementos de aleación, como por ejemplo el molibdeno, el niobio, o el azufre, favoreceremos la maquinabilidad, y evitaremos la formación de carburos de cromo, que serán el gen de la corrosión intergranular

Austeníticos: contienen níquel y cromo, y tienen una excelente resistencia a la corrosión en diferentes medios. Se definen como no magnéticos, de alta resiliencia, y muy dúctiles, lo que favorece el conformado en frío. Si sometemos este tipo de aceros a un proceso de soldadura, corremos el riesgo de que aparezcan carburos de cromo en los bordes de grano. Para tratar de frenar esta aparición, se añadirá titanio o niobio, prefiriéndose el segundo, ya que el titanio se oxida si le sometemos a agua atomizada. Como en las demás categorías de inoxidables, existe una gama llamada "súper austeníticos", donde los incrementos en los niveles de níquel, cobre y molibdeno aumentan la resistencia a la corrosión. Este incremento en los elementos de aleación tiene una consecuencia negativa sobre la compresibilidad de los polvos, produciéndose una disminución de la densidad, y por tanto, una disminución de las características mecánicas.

Martensíticos: son similares a los ferríticos en cuanto a niveles de cromo se refiere, aunque tienen características específicas como el magnetismo, dureza y resistencia mecánica. La resistencia a la corrosión es la menor de todas las categorías, por lo que será interesante en medios poco agresivos, en los que se vayan a aprovechar sus buenas características mecánicas. A medida que los contenidos de carbono aumentan, se favorece la aparición de carburos de cromo lo que incrementará la dureza y la fragilidad de la aleación.

Endurecibles por precipitación: el endurecimiento se consigue a través de la formación de compuestos intermetálicos provocados por el cobre o el aluminio, presentes en este tipo de aleaciones. Tienen características mecánicas superiores a los martensíticos, y una mejor resistencia a la corrosión. Como desventaja frente a éstos, el coste de producción es mucho mayor, debido al elevado precio de los elementos de aleación. Algunos tratamientos térmicos pueden variar las características de estas aleaciones, como por ejemplo, perder resistencia mecánica. Por lo tanto, operaciones como soldadura, no serán convenientes. Las aleaciones que contienen elevadas cantidades de aluminio dificultarán el proceso de pulvimetalurgia, debido a la tendencia a la formación de nitruros, y la dificultad de reducir los óxidos de este material durante el sinterizado.

Dúplex: Técnicamente son inoxidables que contienen austenita y ferrita, pero los estudios más recientes empiezan a mezclar ferrita con martensita, obteniéndose resultados muy interesantes. La mayor ventaja de estos aceros es que cada fase aporta sus propias características, mejorando notablemente las propiedades del conjunto. Son superiores a los austeníticos en cuanto a dureza y resistencia a la corrosión, sobretodo a la que se produce bajo tensión.



# **PROCESO DE PULVIMETALURGIA**



## **3.-EL PROCESO DE PULVIMETALURGIA**

### **3.1 INTRODUCCIÓN**

La metalurgia de polvos se define como el conjunto de procesos que nos permiten, partiendo de polvos metálicos, obtener componentes, piezas, elementos con formas y propiedades prefijadas, etc. Es decir, es el nombre que recibe un proceso en el que se mezclan dosis concretas de polvos metálicos finos, se comprimen para darles una forma definida (compactado) y luego se calientan (sinterizado), en una atmósfera controlada, a una temperatura inferior al punto de fusión del ingrediente principal, durante un tiempo suficiente para que se unan o suelden las superficies de las partículas en contacto y se establezcan las propiedades buscadas. Este proceso, vulgarmente conocido como sinterizado, se presta fácilmente a la producción en masa de piezas pequeñas de gran precisión y formas complicadas.

El desperdicio de materiales es mínimo; admite materiales o mezclas poco comunes; y permite lograr grados de porosidad o permeabilidad controlados. Sus zonas de aplicación se orientan hacia los casos en que las ventajas económicas son de peso, o bien hacia los que el producto no puede manufacturarse de otro modo.

Debido a la pérdida de protagonismo de los metales en muchos de los campos en los que ahora se están utilizando nuevos materiales como polímeros, la metalurgia de polvos ha extendido su utilización a todos éstos materiales.

Productos típicos fabricados mediante las técnicas de metalurgia de polvos son engranajes, ruedas dentadas, levas, cojinetes, herramientas de corte, productos porosos, filtros y componentes de automoción como segmentos de pistones, guías de válvulas, varillas de conexión y pistones hidráulicos.

Los avances actuales en esta tecnología permiten utilizarla para la construcción de piezas relacionadas con la aeronáutica.

Los metales mayormente utilizados en pulvimetalurgia son hierro, cobre, aluminio, estaño, níquel, titanio y metales refractarios.

Para elementos hechos de latón, bronce, acero y acero inoxidable son utilizados polvos prealeados donde cada partícula de polvo es por sí misma una aleación.

La pulvimetalurgia puede competir con procesos de fabricación del tipo de moldeo, forja, y mecanizado, en particular cuando se trata de producir piezas de forma compleja.

## CONSIDERACIONES GENERALES DE DISEÑO:

Para diseñar un elemento utilizando la técnica de metalurgia de polvos han de tenerse en cuenta 6 consideraciones principales; la elección del proceso a seguir dependerá en gran medida de ellas:

**Tamaño:** Debido a la naturaleza física del proceso y a la limitación del equipo de fabricación, el tamaño del producto final está condicionado. Cuando la compactación se realiza por inyección de metal, el tamaño es una variable a tener muy en cuenta, mientras que cuando se realiza por presión isostática en caliente no es trascendente.

**Forma compleja:** Una de las razones por las que la pulvimetalurgia es elegida como proceso de fabricación para determinadas piezas es por su capacidad para producirlas con forma compleja. Por tanto la forma final del producto dependerá del método usado para consolidar los polvos.

**Tolerancias:** El control de las tolerancias dimensiones es una característica que se tiene en cuenta en todos los procesos de producción de polvos y que se convierte en un factor muy importante en pulvimetalurgia. Las tolerancias están determinadas mediante varios parámetros como son las características del polvo, la compactación y el ciclo de sinterizado.

**Sistemas materiales:** La forma del polvo, el tamaño y la pureza son factores importantes en la aplicación de una técnica de aplicación del polvo. Generalmente las partículas han de ser de forma esférica y regular, lo cual no quiere decir que para otros procesos sea requerida una forma más irregular.

**Propiedades:** La funcionalidad de cualquier producto está determinada por sus propiedades físicas y mecánicas. En pulvimetalurgia estas propiedades están directamente relacionadas con la densidad del producto y las condiciones del proceso.

**Cantidad y Coste:** El que el proceso de producción de un producto mediante un proceso de pulvimetalurgia sea rentable o no está determinado por el número de piezas que sean producidas.

## 3.2 ETAPAS DEL PROCESO DE PULVIMETALURGIA

Un proceso pulvimetalúrgico consta normalmente de cinco etapas fundamentales:

1. Manufactura de los polvos.
2. Dosificación y mezcla.
3. Compactado
4. Sinterizado.
5. Mecanizado final.

A éstas les puede seguir una segunda elaboración para conseguir unas propiedades o una precisión particulares.

### 3.2.1 MANUFACTURA DE POLVOS

Hay distintos métodos de producción de metal dependiendo de cuál sea la base metálica que se va a emplear.

Muchos polvos metálicos, sin embargo, pueden ser fabricados por más de un método; las propiedades de los productos pulvimetalúrgicos dependen mucho de las características de los polvos metálicos que se empleen, y también del método de fabricación elegido. Entre las importantes se encuentran la composición y pureza, el tamaño de las partículas y su distribución y la forma de las partículas y la textura superficial de éstas. Estas características son importantes porque afectan significativamente a la permeabilidad y al movimiento de las partículas durante la compactación y en consecuencia, a las operaciones de sinterizado.

Para producir polvos metálicos se siguen varios procesos, cada uno de los cuales transmite unas propiedades y características definidas a los polvos y a los productos resultantes.

Se puede hacer una distinción de tres grupos de métodos de fabricación:

- Métodos mecánicos.
- Atomización de material fundido o en estado líquido.
- Métodos químicos.

#### a) **Métodos Mecánicos:**

El principal método empleado para la obtención de polvo consiste en la trituración y molienda de las materias primas. Consiste en la trituración y mezcla en un molino de bola mediante ruptura frágil o menos dúctil durante la trituración.

Cuando se trata de materiales frágiles, las partículas de polvo presentan formas angulares, mientras que los metales dúctiles son fácilmente desmenuzables y no son susceptibles de aplicaciones en metalurgia.

Otro tipo de método de fabricación mecánica de polvos consiste en la misma mezcla de polvos de metales o metales en el molino de bola bajo el impacto de bolas duras. Los polvos se fracturan y sueldan unos con otros mediante procesos de difusión formando polvos aleados.

**b) Atomización del metal fundido o en estado líquido:**

Este es el método más generalizado y consiste en la desintegración de un chorro de un metal fundido mediante un fluido (agua, gas), que provoca su rápido enfriamiento atomizándose el material (que suele requerir un tratamiento térmico posterior).

El tamaño de las partículas formadas depende de la temperatura del metal, del grado de movimiento, del tamaño de inyector y de las características del surtidor.

En una de sus formas, el metal fundido, al fluir desde un orificio, recibe el impacto de una corriente de gas o líquido.

En otra de sus formas, un arco eléctrico incide sobre un electrodo que gira rápidamente dentro de un recinto evacuado y relleno de gas inerte. Este método es particularmente recomendable para obtener polvos prealeados, ya que, empleando un electrodo de aleación, todas las partículas del polvo tendrán la misma composición de aleadores. Así, pueden obtenerse polvos de acero inoxidable, y de aleaciones de base níquel, como metal - base, de titanio, de base cobalto, así como de algunos aceros de baja aleación.

Las principales ventajas de este método son su universalidad (pues pueden fabricarse tanto polvos de metales puros como de aleaciones, de la forma antes indicada), su flexibilidad, y el poder regular a voluntad el tamaño, forma y granulometría de las partículas.

Los fluidos que se emplean para la atomización son agua, aire y gases inertes.

El agua proporciona partículas irregulares mientras que la atomización gaseosa proporciona polvos esféricos.

**c) Métodos químicos:**

Estos métodos parten de diversos compuestos como son, por ejemplo: óxidos, sulfuros y sulfatos y de un agente reductor.

Tipos:

- **Reducción directa de óxidos:** Es el método más empleado en la producción de polvos de hierro; utiliza gases como hidrógeno y monóxido de carbono como agentes reductores. De este modo los óxidos metálicos muy finos son reducidos a estado metálico

puro. Los polvos producidos mediante este método son esponjosos y porosos y tienen tamaño uniforme bien sea esférico o de forma angular.

- **Deposición electrolítica:** La deposición electrolítica utiliza soluciones acuosas o sales fundidas. Los polvos producidos por este método son los más puros.
- **Descomposición de carbonilos:** El material de partida es chatarra seleccionada, esponjas, etc. Los carbonilos metálicos como el carbonilo de hierro y el de níquel están formados por la reacción de monóxido de carbono con el hierro y el níquel. Los productos de reacción son entonces descompuestos a hierro y a níquel produciendo pequeñas, densas y esféricas partículas de alta pureza.
- **Otros métodos:** Menos utilizado es el método de la precipitación desde una solución química produciendo finos filamentos mediante un mecanizado y condensación de vapor.

Estos métodos, solos o combinados, permiten obtener en forma pulverulenta casi cualquier metal o aleación. Tras su obtención, muchos de éstos sufren una operación de secado y quizás un termotratamiento antes de avanzar más en el proceso.

## **CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS. ENSAYOS Y EVALUACIÓN DE POLVOS METÁLICOS.**

El comportamiento de los polvos metálicos durante las diversas operaciones de compactación y sinterización depende de la forma, tamaño y distribución de las partículas, y de la estructura de los polvos. Para ello se han desarrollado diversos ensayos específicos que permiten hacer un control de calidad y validar los polvos para el proceso anterior. Así, una vez obtenidos los polvos es preciso estudiar las características siguientes, entre otras: composición, microestructura, tamaño y forma de partículas y granulometría, densidad aparente, fluencia, compresibilidad y superficie específica. La determinación de todas estas propiedades viene reglada por las correspondientes normas, y nos condicionará el diseño de útiles a emplear y procesos a seguir.

### **a) Composición química:**

La composición química influye sobre la compactibilidad (la presencia de óxidos superficiales puede provocar problemas en el utillaje, sobre todo si se trata de óxidos abrasivos como la sílice) y la sinterabilidad del material (las impurezas en los polvos metálicos pueden activar o deprimir la sinterización); Para determinar estas impurezas y óxidos hay dos tipos de ensayos normalizados: el ASTM Standard E159, pérdida al hidrógeno (mide el contenido en oxígeno del polvo) y el ASTM Standard E194, contenido de insolubles en ácido (sílice, alúmina, silicatos insolubles y otros materiales refractarios contenidos en el polvo). Estos dos ensayos se usan como índices de la calidad del polvo.

**b) Morfología y tamaño de las partículas:**

Tal vez sean estas características las más importantes de un polvo, estando ambas íntimamente relacionadas, ya que es necesario conocer la morfología de las partículas para encontrar el mejor método de medir su tamaño. Sin embargo, la mayoría de los polvos no son esféricos y esto se debe tener en cuenta para no cometer errores. Los dos conceptos básicos para distinguir diferentes tipos de partículas son sus dimensiones y su contorno superficial. Hirschhorn presenta la siguiente forma de caracterizar la forma de las partículas:

- Una dimensión: Aciculares, irregulares.
- Bidimensionales: Dendríticas, en escamas.
- Tridimensionales: Esféricas, redondas, irregulares, porosas, angulares.

Existen numerosos métodos experimentales para medir el tamaño de las partículas como el tamizado, la microscopía (óptica convencional o electrónica), la sedimentación o la medida del área superficial mediante la absorción de un gas o un líquido, entre otros. Cada método es útil dentro de un rango de tamaño determinado. Tanto el tamaño como la forma de las partículas están vinculados a la superficie específica de las partículas. En general, para la compactación y la sinterización interesa la mayor superficie específica posible, siendo lo más interesante el tamaño pequeño y la forma irregular; según la distribución granulométrica se tienen estructuras de compactación distintas, propiciando las formas irregulares un mejor contacto en la compactación, obteniéndose una mejor resistencia en verde.

**c) Velocidad de flujo:**

Se trata de un ensayo normalizado (ASTM Standard B312); esta característica de los polvos está ligada con el tiempo necesario para llenar la cavidad de la matriz de compactación. Esta característica depende de la forma, tamaño y distribución de las partículas, siendo las partículas esféricas obtenidas por atomización las que presentan mayor velocidad de flujo. Puede influir esencialmente en la duración del prensado y, por tanto, en la cadencia de producción. Unas características de flujo deficientes pueden también producir el amontonamiento del polvo bajo las boquillas y hacer necesario el uso de boquillas de alimentación múltiples o un vibrado antes de prensar.

**d) Densidad aparente:**

La densidad aparente mide la aptitud del polvo para llenar el espacio disponible sin aplicación de una presión externa y se define como el peso por unidad de volumen de polvo vertido libremente, expresada en  $\text{g/cm}^3$ . Es una de las características más útiles e importante de un polvo, al determinar el volumen real ocupado por una masa de polvo y por lo tanto la profundidad de la cavidad de la matriz, y el largo de la carrera de la prensa necesario para compactar y densificar el polvo. Este ensayo está normalizado según la norma ASTM B 212.

**e) Compresibilidad:**

Compresibilidad y compactibilidad son términos sinónimos para polvos metálicos. Evalúan la efectividad de la presión aplicada para elevar la densidad del polvo. El ensayo normalizado (ASTM Standard B331) la define como la capacidad de una cierta cantidad de polvo de experimentar densificación bajo la acción de una presión de compactación. Frecuentemente se asocia a la densidad en verde, ya que ensayos específicos a diversas presiones de compactación permiten obtener diferentes densidades en verde y, en consecuencia, construir las curvas de compresibilidad para un material dado. La compresibilidad de un material en polvo se determina a través de la curva de la densidad en verde en función de la presión de compactación.

**f) Sinterabilidad o resistencia en crudo:**

La sinterabilidad es la capacidad que tiene un polvo para ser sinterizado (en determinadas condiciones de atmósfera y temperatura); es decir, es la respuesta térmica de los polvos. Se valora la aptitud para manipular los productos después de compactados, pero antes de sinterizados.

Frecuentemente se mide mediante un parámetro de densificación, definido como:

$$\text{Parámetro de densificación} = 100 \cdot \frac{(D_s - D_0)}{(D_t - D_0)}$$

Donde:

- $d_s$  es la densidad de sinterización
- $d_0$  la densidad en verde
- $d_t$  la densidad teórica.

Este parámetro representa un valor relativo entre el valor de la densidad en verde a una determinada presión y la densidad teórica del material. La sinterabilidad también se estima mediante gráficas temperatura - densidad de sinterización, mediante dilatometrías diferenciales, o mediante análisis térmicos diferenciales.

### 3.2.2 DOSIFICACIÓN Y MEZCLA

Es poco frecuente que un solo polvo posea todas las características necesarias para un proceso y producto dados.

La mezcla de los polvos es el segundo paso a dar en el proceso de la pulvimetalurgia y es llevado a cabo siguiendo las siguientes consideraciones:

- Debido a que los polvos hechos en diferentes procesos tienen diferentes tamaños y formas deben ser mezclados para obtener uniformidad. La mezcla ideal es aquella en la que

todas las partículas del mismo material están distribuidas de manera uniforme.

Se sabe perfectamente que un producto de densidad más alta da por resultado unas propiedades de resistencia mecánica y a la fatiga superiores. Si bien, teóricamente, la densidad debería ser mayor cuando el tamaño de las partículas no sea uniforme, las partículas más finas tienden a separarse y segregarse durante la manipulación y mezclado. Por ello, numerosos consumidores prefieren utilizar partículas de tamaño uniforme en sus procesos.

➤ Los polvos metálicos y los de otros materiales deben ser mezclados de tal manera que con esta mezcla se consigan propiedades físicas y mecánicas adecuadas para el producto final.

Distribuyendo íntimamente materiales inmiscibles, o bien combinando metales y no metales, tales como carburo de wolframio y cobalto en el caso de las herramientas de corte, pueden conseguirse productos de materiales especiales.

➤ Los lubricantes deben ser mezclados con los polvos para mejorar sus características de movimiento. El resultado es que se reduce la fricción entre las partículas dentro de las matrices. Típicos lubricantes son: el ácido esteárico o el estearato de zinc en proporciones del 5% en peso.

Ciertos polvos pueden jugar un doble papel, como le ocurre al grafito, que hace de lubricante en el compactado y de fuente de carbono al alearse con el hierro durante el sinterizado. Los lubricantes, tales como el grafito y el ácido esteárico, mejoran las características de flujo y compresibilidad a expensas de la resistencia en crudo. Los aglutinantes producen el efecto contrario.

➤ La mezcla de los polvos debe ser llevada a cabo bajo condiciones controladas para impedir la contaminación o el deterioro.

Ese deterioro está producido por una mezcla excesiva, lo cual puede originar alteraciones en la forma de las partículas, lo que haría que la siguiente operación a realizar, la compactación, fuera más difícil. Los polvos pueden mezclarse en el aire o en atmósfera inerte (sin oxidación) y en líquidos, los cuales actúan como lubricantes y hacen la mezcla más uniforme, empleando a menudo agua o disolvente para obtener mejores mezclas, reducir el polvo y los riesgos de explosión. Se pueden homogeneizar grandes partidas de polvo, normalmente en cantidades de hasta 16e4N para asegurar todas las condiciones de producción y conseguir un producto uniforme.

### **3.2.3 COMPACTACIÓN**

En todo proceso pulvimetalúrgico una de las operaciones más críticas y determinantes es el compactado.

La compactación es la etapa en la que los polvos mezclados son prensados en matrices que imprimen su forma usando pistones hidráulicos o mecánicos. Los propósitos de la compactación son obtener la forma y densidades requeridas y hacer que el contacto entre partículas sea lo suficientemente fuerte como para ser procesado más adelante.

El prensado de los polvos es conocido como compactación en verde y a los polvos se les conoce como comprimido en crudo. Los polvos deben de tener facilidad de movimiento en el interior de la matriz. El prensado generalmente es llevado a cabo a temperatura ambiente aunque también puede hacerse a elevadas temperaturas.

La densidad en verde de los compactos depende de la presión aplicada, a medida que aumenta la presión de compactación la densidad en verde se aproxima al valor de la densidad teórica de la matriz. Otro factor importante es la distribución por tamaño de las partículas. Si todas las partículas son del mismo tamaño, teóricamente aparecerá porosidad cuando sean prensadas (el 24% en volumen).

El aumento de la densidad origina un aumento del módulo de elasticidad al igual que el aumento de la conductividad eléctrica.

Los factores a tener en cuenta a la hora de elegir un método de compactación son:

- Continuidad del proceso
- Densidad final (presión de compactación).
- Direccionalidad de la presión.
- Velocidad del flujo del polvo.
- Temperatura del polvo y del molde de compactación.

No todos los métodos permiten variar la velocidad de aplicación de la presión durante la compactación.

## **TÉCNICAS DE COMPACTACIÓN DE POLVOS**

Hay numerosas diferencias entre las técnicas de compactación pero la más notoria se observa en la temperatura bajo la cual se realiza la compactación y la discretización del proceso. De acuerdo con esto se puede hablar de compactación por un lado, y de inyección por otro pudiendo en ambos casos hacer el proceso en frío o en caliente.

### **Compactación en frío**

La compactación en frío consiste en la densificación de los polvos en una matriz de acero templado o de carburo de wolframio aplicando una presión a un punzón empleando prensas hidráulicas o excéntricas.

Ésta compactación puede ser uniaxial, biaxial, e isostática. En función de las direcciones en las cuales hay compactación o densificación debida al movimiento relativo entre las partículas (acercamiento entre ellas) y de la técnica de compactación, cambian las condiciones de trabajo y por tanto las facilidades o maquinaria necesaria.

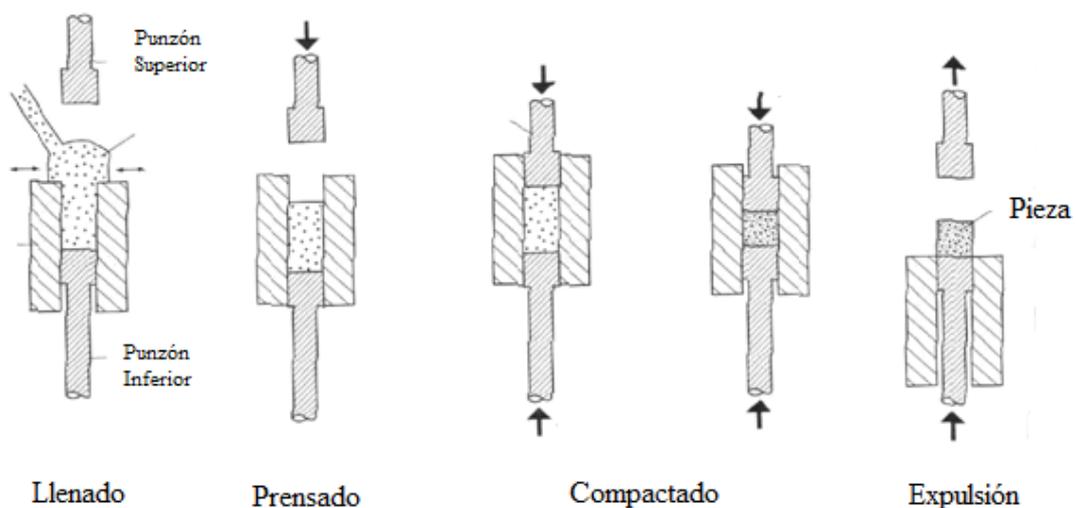
Para reducir la resistencia a la compactación existen lubricantes sólidos especiales que se añaden a la mezcla y reducen la fricción entre las partículas, si bien si estos lubricantes contaminasen las partículas de polvo se deben emplear métodos de compactación alternativos.

El tamaño y la forma de los polvos viene limitado por la presión necesaria, la capacidad de compresibilidad, la plasticidad y la densidad que se quiere obtener, siendo limitaciones para muchos productos pulvimetalúrgicos las siguientes:

- un área máxima de compactación de  $160 \text{ cm}^2$ .
- un espesor máximo de 75 mm.
- un peso máximo de 2.2kg.

En su mayoría, el compactado se hace en prensas mecánicas, aunque también se emplean mucho prensas hidráulicas e híbridas (combinadas de mecánica, hidráulica o neumática). Las prensas mecánicas pueden ser de excéntrica, manivela o rótula. Las presiones varían entre 70 y 1000 MPa.

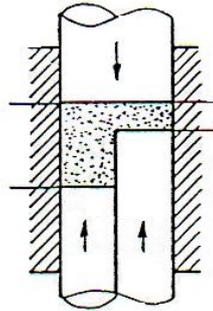
En casi todos los casos, el polvo preparado fluye a la matriz por gravedad hasta que rebosa un poco. Este exceso se elimina por rasado, y así el volumen determina la cantidad. La prensa se cierra y comprime el polvo. Otra posibilidad es controlar por pesada la cantidad de polvo, y también dosificarlo preformándolo en tabletas en una máquina especial para ello.



Durante el compactado, se produce una especie de soldadura en frío de los granos de polvo puestos en contacto íntimo hasta hacer ligazones atómicas.

Como las partículas de polvo se desplazan primordialmente en la dirección de la fuerza aplicada y el polvo no fluye como un líquido, cuando la presión se aplica, la densidad máxima se da en la proximidad del pistón y decrece con la distancia a él.

Como la densidad es función del espesor, es difícil conseguir productos en los que haya medidas diferentes de espesores. Cuando se busca un espesor no uniforme, se recurre a prensas o procedimientos más complicados. En la figura se ilustra la compactación de una pieza de dos espesores mediante la actuación de émbolos múltiples en la matriz interior.



Otros métodos para lograr un compactado uniforme están la utilización de una prensa hidráulica que aplica una serie de estrujamientos rápidos, de intensidad controladamente creciente, la compactación hidrodinámica, la adición de polvo entre aplicaciones sucesivas de la presión, al objeto de formar un comprimido uniforme, y el uso de lubricante adicional (con tal que la resistencia en crudo no se resienta).

### **Compactación en caliente:**

La compactación en caliente es utilizada cuando se quiere aumentar la resistencia en verde y la densidad en verde de los aceros pulvimetalúrgicos. Cuando se combina con altas temperaturas de sinterizado este proceso produce piezas con muy buenas propiedades mecánicas y a un muy bajo coste.

Debido al aumento de la densidad en verde, las piezas así compactadas, aumentan su maquinabilidad en condiciones en verde.

Esta técnica puede ser utilizada para producir piezas aisladas de alta resistencia magnética.

### **PROPIEDADES DE LOS COMPACTOS EN VERDE.**

#### **Densidad en verde y porosidad**

La densidad de la pieza en estado compactado o densidad en verde, es una propiedad muy útil en metalurgia de polvos. No sólo mide la efectividad de la compactación con respecto a la densificación, sino que también determina el comportamiento del material durante la sinterización. En general, la densidad en verde aumenta al aumentar la presión de

compactación (ya que ésta favorece el movimiento de partículas, su deformación y fractura) y el tamaño de partículas (ya que favorece el movimiento de partículas y una mejor distribución de tensiones dentro de la masa de polvos, provocando una mayor deformación), y al disminuir la dureza y resistencia de las partículas (ya que se favorece la deformación) y la velocidad de compactación (ya que se favorece el movimiento de partículas).

La distribución de la densidad en verde en los distintos puntos de la pieza puede obtenerse a través de técnicas de corte o por medidas de dureza de una probeta y las variaciones en la distribución de la densidad en verde en un compacto pueden reducirse o eliminarse mediante el uso de lubricantes que reducen la fricción con las paredes de la matriz, el empleo de altas presiones de compactación, el empleo de bajas relaciones altura/diámetro, el uso de matrices flotantes y compactaciones de doble efecto, y precompactando alguna parte del compacto.

### **Resistencia en verde**

La resistencia en verde de los compactos proviene de la unión mecánica de las irregularidades en las superficies de las partículas, lo que se mejora con la deformación plástica. La resistencia en verde crece con la superficie del polvo (lo que equivale a aumentar la irregularidad y disminuir el tamaño de las partículas), con el aumento de la rugosidad superficial de las partículas, y con la densidad en verde (presión de compactación) y al disminuir la densidad aparente (como consecuencia de los dos primeros factores) la contaminación y oxidación superficial de las partículas y al disminuir la cantidad de algunos aditivos (elementos aleantes como el grafito y el lubricante reducen las uniones mecánicas apropiadas en los polvos de hierro).

### **Defectos de los compactos**

Los defectos de los compactos en verde pueden disminuir la resistencia en verde, pero lo que es más importante, provocan rechazos de las piezas (o de lotes) después de la sinterización. El principal problema son las grietas, siendo las más típicas las de delaminación (grietas planas perpendiculares a la dirección de compactación, que no son siempre fáciles de detectar). Las principales causas de la formación de delaminaciones son la recuperación elástica de la pieza, las tensiones inducidas durante la retirada de la carga de compactación o durante la eyección, las presiones de compactación elevadas, variaciones de la densidad en verde, exceso de lubricante y la presencia de gases ocluidos. Los métodos para eliminar o minimizar las delaminaciones, son el empleo de polvos de alta compresibilidad, un buen diseño de la matriz, reducir la presión de compactación si es excesiva, y variar el tipo o la cantidad de lubricante empleado, mejorando la lubricación de las paredes de la matriz.

Otro defecto típico es la falta de material, que puede venir provocada por una grieta que rompa la pieza o por un mal llenado de la matriz.

## Lubricación

El lubricante tiene como misión reducir la fricción entre el polvo y la pared de la matriz y los punzones, con lo que se pueden emplear mayores presiones de compactación. También reduce la fricción entre el compacto y la pared de la matriz durante la eyección del mismo. Además, el lubricante no debe interferir en el proceso de sinterización.

El método más empleado industrialmente es la mezcla de los polvos metálicos con el lubricante. Este método es el más sencillo, y además de mejorar la lubricación entre el polvo y la pared, la mejora entre las propias partículas. Sin embargo, tiene el inconveniente de poder provocar grietas si está en exceso, y puede afectar negativamente a las propiedades del polvo tras la lubricación. Los lubricantes más empleados son estearatos, ácido esteárico y ceras.

La adición de lubricantes sobre un sistema inicialmente conlleva un aumento de las densidades aparente y en verde, y luego un descenso de las mismas al seguir aumentando la cantidad de lubricante añadido. De cualquier forma, el lubricante aumenta la densidad en verde respecto al polvo sin lubricar para la misma presión de compactación. Además, el lubricante reduce la presión de eyección de las piezas y normalmente reduce la resistencia en verde del compacto.

### 3.2.4 SINTERIZACIÓN

Durante el sinterizado, los polvos metálicos compactados se enlazan; en realidad es una operación de fritado mediante un calentamiento en hornos a una temperatura que es normalmente inferior al punto de fusión del constituyente principal, (en su mayoría a temperaturas del 70 al 80% de la suya de fusión, mientras que ciertos materiales refractarios puede que requieran temperaturas cercanas al 90%); si la temperatura de sinterización está por encima de la de fusión de alguno de los ingredientes, estos componentes se limitarán a fluir por los intersticios de los materiales de punto de fusión más alto.

El sinterizado se produce en una serie de fases que dependen de la temperatura, el tiempo, la composición de la atmósfera, el flujo, la circulación y la dirección.

Los hornos usados para la sinterización normalmente son similares a los hornos de atmósfera protegida usados en la soldadura y en los tratamientos térmicos de los aceros. Sin embargo, la diferencia más significativa entre ambos tipos reside en un cuidado especial al elegir la atmósfera de sinterizado.

Principalmente, los compactos pulvimetalúrgicos son porosos, por lo tanto, hay un gran área superficial expuesta a la atmósfera del horno con lo que las posibilidades de sufrir una oxidación seca son muy grandes, de ahí ese cuidado tan exhaustivo en la elección correcta de la atmósfera.

Las temperaturas de sinterización son considerablemente más altas que las temperaturas de los tratamientos térmicos, por ejemplo, 1120°C para el hierro y los aceros, comparado con los 900°C para la cementación en el endurecimiento de los aceros.

Esta combinación de gran superficie de exposición y de altas temperaturas produce unos enlaces químicos relativamente fuertes.

Por la tendencia actual a realizar esta etapa a temperaturas cada vez más altas y por otros requisitos adicionales, se requieren hornos con ciertas capacidades y con finos o estrictos controles en las atmósferas utilizadas.

## **HORNO CONTINUO**

Un horno continuo de sinterizado para los compactos de polvos tienen varias designaciones como:

- Horno con transporte mediante cinta transportadora con cadena de engranajes.
- Horno con transporte mediante cinta transportadora con cadena de engranajes cerámicos.
- Horno con transporte mediante rodillos.
- Horno con mecanismo de empuje.
- Horno WALKING-BEAM.
- Horno continuo de vacío.

Un horno continuo tiene cuatro áreas distintas:

- Zona de precalentamiento.
- Zona de alta temperatura o zona de sinterizado.
- Zona de enfriamiento lento o zona de transición.
- Zona de enfriamiento final.

### **Características de cada una de las zonas de un horno:**

#### **a) Zona de precalentamiento.**

La finalidad de la zona de precalentamiento es eliminar el lubricante del material compactado en verde. Por ello, esta zona también recibe el nombre de zona de deslubricación o zona de quemado.

Los lubricantes más comunes usados en la compactación son el estearato de zinc, estearato de litio, acrowax y parafina. Se usan porque tienen unos puntos de fusión

relativamente bajos, sobre los 220°C, lo que quiere decir que la temperatura máxima de esta zona no tiene porque ser muy superior a ésta.

Es importante para el compactado en verde tener un control en el rango de calentamiento para evitar abrasar ciertas partes de las piezas, ya que el lubricante líquido al evaporarse e intentar llegar a la superficie produce porosidades.

La mayoría de las zonas de precalentamiento contienen una cámara cerrada que forma un estrecho pasillo para que el lubricante evaporado salga del horno. Esta cámara previene la condensación del lubricante en otros componentes del propio horno, lo que acortaría la vida útil del horno en cuestión.

Los sistemas humedecidos con nitrógeno, también conocidos como burbujas, ayudan a aumentar el punto de rocío en la zona de precalentamiento para facilitar el proceso de deslubricación. El nitrógeno es aportado desde el fondo de un tanque precintado o sellado, conectado al contenedor lleno de agua, y entonces se recoge por la tapa del contenedor y se inyecta dentro de la zona de precalentamiento después de haber sido humedecido.

Los sistemas de eliminación del lubricante se intensifican especialmente en partes donde las áreas son grandes o en hornos para cargas pesadas.

La longitud de la zona de eliminación del lubricante varía dependiendo de si se trata como una unidad separada previa o de si es una sección combinada con la siguiente.

El éxito del proceso de deslubricación se basa principalmente en la combustión de los productos mediante la quema de un gas combinado con la atmósfera del horno para intentar conseguir las condiciones más eficaces para la eliminación de ese lubricante.

#### **b) Zona De Alta Temperatura.**

La finalidad de la zona de alta temperatura es conseguir la unión entre las partículas, mientras que al mismo tiempo aumenta la densidad debido a la contracción sufrida por las mismas.

Se llama zona de alto calentamiento debido a que las piezas pulvimetalúrgicos alcanzan la temperatura de sinterizado en el menor tiempo posible y entonces quedan las partículas adecuadamente unidas o enlazadas y los elementos aleados difunden en la matriz. La temperatura máxima en esta zona suele ser normalmente de 1177 °C para los polvos de hierro y de 1300°C para las aleaciones de cromo- níquel.

La amplitud o longitud de esta zona depende de la sección transversal y del espesor de las piezas y puede ir del 100 al 200% de la longitud de la zona de precalentamiento.

El calentamiento se puede realizar en una cámara abierta o bien en una cámara cerrada, es decir, una especie de envoltorio o cobertura.

Los hornos de cámara pueden ser de aleaciones o cerámicos. Los hornos de cámara cerrada cerámicos pueden ser de carburo de silicio o alúmina; con los carburos de silicio se ofrece la mejor conductividad térmica, lo cual les aporta la mejor resistencia al choque térmico.

Estas cámaras cerradas cerámicas están hechas mediante una estructura tipo macho / hembra a medida.

Cada sección de la cámara cerrada cerámica puede ser una pieza simple o puede ser una de dos piezas formada por una base y una tapa.

Debido a la porosidad de las cámaras cerámicas, cada parte del horno que las contiene es sellada y purgada con gas nitrógeno para asegurar que las piezas de pulvimetalurgia tratadas están aisladas del aire exterior.

La zona de alta temperatura puede calentarse con gas o con electricidad. Cuando el calentamiento se realiza con gas, en las cámaras cerradas hechas con materiales refractarios, es preferible mantener calientes los gases para la entrada de la atmósfera del horno.

Si el calentamiento es eléctrico los hornos pueden estar compuestos de carburo de silicio o molibdeno, dependiendo de la temperatura máxima de la sección de calentamiento.

**c) Zona De Enfriamiento Lento.**

La finalidad de la zona de enfriamiento lento es facilitar el desarrollo de la microestructura o actúa como una zona de transición, para disminuir el choque térmico entre la zona más caliente y la más fría del horno. Esta zona puede ser una cámara abierta o una cámara cerrada cerámica.

**d) Zona De Enfriamiento Final.**

La finalidad de la zona final de enfriamiento es el enfriamiento propiamente dicho de las piezas pulvimetalúrgicas con una oxidación muy baja, gracias a la atmósfera, antes de su salida del horno hacia el ambiente exterior.

Normalmente, la zona final consiste en un enfriamiento en agua, para lo cual se usa una especie de cámara cerrada en la que se mantienen las piezas expuestas directamente al agua. Estos tipos en su gran mayoría radian el agua con la única limitación de la necesidad de conducir los productos por medio de un mecanismo de transferencia.

Como al mojar las piezas el agua se calienta, este se recircula hacia la zona final de esta fase donde se acepta un agua más caliente. La longitud de esta zona normalmente es 150 a 250 veces la zona de sinterizado.

Una camisa de enfriamiento puede ser de varios tipos. Puede ser de interior simple y el exterior una camisa de acero con una corriente de agua entre medias.

La zona de enfriamiento puede estar abierta en la zona alta para eliminar la presión de armado y se pueden insertar soldaduras en el interior y en el exterior de la chaqueta para ayudar a direccionar el chorro o flujo de agua.

La temperatura del agua es uniforme en las múltiples inyecciones para eliminar el choque térmico.

#### *PRESINTERIZADO:*

A la pulvimetalurgia se recurre mucho para producir piezas de materiales que sean de mecanizado muy difícil. Cuando en piezas de este tipo se desee hacer algún mecanizado, frecuentemente ello puede facilitarse mediante una operación de *presinterizado*, en la cual las piezas compactadas se calientan durante un corto periodo a una temperatura considerablemente inferior a la final de sinterización. Esta operación comunica a las piezas una resistencia suficiente para que puedan manipularse y mecanizarse sin dificultad. Luego, reciben el sinterizado definitivo, durante el cual hay poco cambio dimensional. De este modo, el mecanizado posterior al sinterizado puede reducirse a un mínimo o eliminarse por completo.

#### **SINTERIZACION EN VACIO**

Con la sinterización en atmósfera de vacío, se pretende evitar la oxidación a alta temperatura y reducir los óxidos. El oxígeno residual forma óxidos que dificultan la difusión de partículas durante la sinterización.

En este proyecto se tratará de determinar las ventajas e inconvenientes que aporta la atmosfera de vacío en el proceso de sinterización, prestando una particular atención al problema del Cr que, a bajas presiones, se evapora. Sin la presencia de Cromo, no se forma la fina película en la superficie del acero y desaparece la resistencia a la corrosión.

Los materiales sinterizados en vacío presentan mejores características mecánicas y mejor resistencia a la corrosión que los sinterizados en atmósferas industriales por el menor peligro de precipitación de fases secundarias ricas en cromo que originan descromización y por tanto problemas de corrosión localizada. Por otra parte se trata de fases duras y frágiles que pueden deteriorar el comportamiento mecánico.

#### **3.2.5 MECANIZADO FINAL**

En numerosas ocasiones, las piezas sinterizadas salen del horno listas para su empleo. Sin embargo, son muchos los productos que requieren una o más operaciones posteriores, bien sea para acrecentar su precisión o para dotarlos de unas características particulares.

Para restituir la precisión dimensional puede hacerse un segundo prensado, operación conocida como *reprensado, matrizado o acuñado*. La pieza se coloca en una matriz y se somete a una presión igual o mayor que la inicial de prensado. Entonces sobreviene un leve corrimiento plástico, resultando un producto muy uniforme en lo relativo a dimensiones y nitidez de detalles. Además, el acuñado puede mejorar la resistencia entre un 25 y un 50%; es una operación en frío.

Cuando en el segundo prensado tenga una deformación masiva del metal, la operación será una *forja pulvimetalúrgica*. En estos casos, el proceso pulvimetalúrgico sirve para producir

un primordio que está a sólo una operación de forja de la forma final. En efecto, las operaciones normales de forja de producir un tocho o lingote, cortarlo, recalentarlo y deformarlo secuencialmente hasta la forma deseada, queda sustituida por la manufactura de un primordio, relativamente sencillo, por sinterización y una operación de forja final que produce una forma más compleja, aumenta la precisión y aporta las ventajas del corrimiento del metal. Esta operación de forja densifica aún más el primordio, a menudo hasta el 99% de la densidad teórica, y mejora significativamente sus propiedades. Si bien hay que hacer uso de atmósferas o cubrimientos para evitar la oxidación en un forjado en caliente, este proceso puede reducir de modo importante la chatarra y los desperdicios, y amplía los procesos pulvimetalúrgicos mejorando las propiedades y aumentando las posibilidades, en cuanto a tamaño de grano uniforme, y pueden hacerse de aleaciones o materiales compuestos de aparición reciente.

La permeabilidad de los productos sinterizados producidos con porosidad controlada abre otras dos posibilidades: la *impregnación* y la *infiltración*. La primera consiste en obligar a un aceite u otro líquido a penetrar en la red porosa, bien por inmersión de la pieza en un baño y aplicando presión, o combinando depresión y presión. La aplicación más corriente es la fabricación de cojinetes impregnados de aceite. En este caso, el cojinete en sí contiene de un 10 a un 40% de aceite en volumen, que liberará a lo largo de su vida cuando sobre él actúen cargas y en consecuencia, se eleve su temperatura.

Cuando sea indeseable la estructura porosa de una pieza sinterizada, ésta puede someterse a infiltración metálica. Aquí, al interior del producto se fuerza a entrar un metal fundido, de menor punto de fusión que el ingrediente principal mediante presión o por capilaridad. Las propiedades tecnológicas resultantes, tales como la resistencia o la tenacidad, son generalmente comparables a las del metal macizo. Por infiltración puede asimismo sellarse poros antes de un tratamiento galvánico, mejorar la maquinabilidad, o fabricar componentes estancos a los gases o a los líquidos.

Los productos sinterizados pueden también someterse a operaciones de acabado más convencionales, tales como tratamientos térmicos, superficiales y mecanizados. Si la pieza es de alta densidad o está impregnada de metal, pueden seguirse las técnicas habituales. Pero si es de baja densidad, hay que tomar precauciones especiales. Así, en los tratamientos térmicos, deben emplearse de nuevo atmósferas protectoras y evitarse ciertos líquidos para enfriar rápidamente; en el mecanizado deben afinarse bien las velocidades y avances y cuidar que la pieza no absorba lubricante y evitar los problemas consiguientes. Por otra parte, son aplicables casi todos los métodos de acabado superficial, pero también con ciertas modificaciones en el caso de piezas porosas o de baja densidad.

### 3.3 PROPIEDADES DE LOS PRODUCTOS SINTERIZADOS.

Dado que las propiedades de los productos sinterizados dependen de tantas variables (tipo y tamaño del polvo, cantidad y tipo de lubricante, presión de prensado, temperatura y tiempo de sinterización, tratamientos de acabado, etc.) es difícil exponer una información de validez general. Las propiedades abarcan todos los valores desde los correspondientes a las piezas porosas de baja densidad, con resistencias del orden de sólo 70 MPa, hasta los de las piezas de alta densidad y porosidad mínima, con resistencias de 275 a 350 MPa como valores más comunes. En general, no obstante, las propiedades mecánicas muestran todas, una fuerte dependencia de la densidad, dependencia que las propiedades relacionadas con la fractura, tales como tenacidad, ductilidad y fatiga, exhiben más intensamente que la resistencia y la dureza. Las propiedades mecánicas de los metales menos resistentes son muchas veces equivalentes a las del mismo metal forjado. Como los aleantes se añaden para conseguir polvos de más resistencia, las propiedades resultantes tienden a quedar por debajo de las de los productos forjados en cuantías variables, pero habitualmente importantes.

Si para elevar la densidad, se emplean prensas de más capacidad o se hacen operaciones de forja, tanto más tenderán las propiedades mecánicas de los sinterizados a aproximarse a las de los forjados.

La porosidad puede asimismo afectar a las propiedades físicas. Dada la existencia de cavidades y fisuras de oclusión, la resistencia a la corrosión tiende a ser menor. Con la densidad varían también las propiedades eléctricas, térmicas y magnéticas. Como aspecto positivo, la porosidad favorece mucho la amortiguación de sonido y las vibraciones y numerosas piezas sinterizadas se diseñan para aprovechar esas características.

### 3.4 PRODUCTOS SINTERIZADOS.

Los productos comúnmente producidos por pulvimetalurgia pueden clasificarse generalmente, en cuatro grupos:

Productos porosos, productos de formas complicadas, productos de materiales de mecanizado muy difícil y productos en los que se reúnen las propiedades de dos metales o de metales y no metales.

#### a) **Productos Porosos:**

Tales son cojinetes, filtros y reguladores de presión y caudal. Un gran volumen de productos sinterizados lo constituyen cojinetes impregnados de aceite hechos de aleaciones de hierro o cobre. Se aplican extensamente en rotativas, electrodomésticos y automóviles, ya que no requieren engrasarse durante su vida en servicio.

Los filtros pueden hacerse con poros de casi todas las medidas, algunos de hasta 0.0025mm.

**b) Productos de Formas Complicadas:**

Requerirían un mecanizado considerable fabricados por otros procedimientos. Por sinterizado se fabrican grandes cantidades de pequeños engranajes. Gracias a la precisión y acabado fino posibles, muchas piezas no necesitan más elaboración y otras sólo un leve mecanizado final. Algunos de estos engranajes están impregnados en aceite y, por tanto, son autolubricados. Otras formas complejas, tales como fijadores, levas y pequeñas palancas de disparo, que de ordinario suponen unos costes de mecanizado elevados, es frecuente que puedan obtenerse económicamente por pulvimetalurgia.

**c) Productos de Materiales de Mecanizado Muy Difícil:**

Una de las primeras aplicaciones modernas de la pulvimetalurgia fue la producción de herramientas de corte de carburo de wolframio. Esta sigue siendo una aplicación importante, a la que se ha incorporado el uso de otros carburos.

**d) Productos en los que se reúnen las propiedades de dos metales o de metales y no metales:**

Esta característica singular de los procesos pulvimetalúrgicos se aprovecha en no pocos productos. Así, en la industria eléctrica, se acostumbra a combinar cobre y grafito en componentes tales como escobillas de grupos convertidores, a las que el cobre aporta su aptitud para admitir corrientes de gran intensidad y el grafito la lubricación. Análogamente, se han construido cojinetes de grafito combinado con hierro o cobre, o de mezclas de dos metales, tales como estaño y cobre, en las que un metal más blando se dispersa en una matriz de otro más duro. En los contactos eléctricos se combinan muchas veces cobre o plata con wolframio, níquel o molibdeno. El cobre o la plata proporcionan una gran conductividad, mientras que el wolframio, níquel o molibdeno proveen de resistencia a la fusión a causa de la elevada temperatura de formación de arco de todos ellos.

### **3.5 VENTAJAS E INCONVENIENTES.**

Al igual que la mayoría de los demás procesos de manufactura, la pulvimetalurgia posee algunas ventajas e inconvenientes propios con los que deben familiarizarse los proyectistas para aprovecharlas acertada y económicamente.

**ENTRE LAS VENTAJAS TENEMOS:****1. Gran rapidez de producción:**

Las etapas del proceso son todas sencillas y pueden lograrse altas cadencias de producción. Las exigencias de mano de obra cualificada son reducidas porque el proceso es muy automatizable. La uniformidad y reproducibilidad se cuentan entre las más altas.

**2. Posibilidad de producir formas complicadas:**

Aparte de las limitaciones expuestas antes, es posible producir formas muy complicadas, tales como engranajes de combinación, levas y chavetas internas. Muchas veces pueden obtenerse sinterizadas piezas que no pueden mecanizarse ni fundirse económicamente.

**3. Posibilidad de conseguir una amplia gama de composiciones:**

Pueden obtenerse sin inconvenientes piezas de una pureza muy alta, o combinarse materiales completamente distintos. Existe la posibilidad de ajustar las composiciones a los pedidos.

**4. Posibilidad de conseguir una amplia gama de propiedades:**

La densidad puede variar desde la de los productos de alta porosidad o permeables, hasta la de los de alta densidad, equivalentes a sus homólogos forjados. El amortiguamiento de ruidos y vibraciones puede adaptarse a la medida de cada producto. Es, asimismo, posible una amplia variación en la resistencia mecánica.

**5. Eliminación de la chatarra:**

La pulvimetalurgia es el único proceso de fabricación ordinario en el que no se desprecia material, mientras que en el moldeo, el mecanizado o la conformación en prensa, la chatarra excede muchas veces del 50%. Esto es importante cuando intervienen materiales de precio, y a menudo posibilita la utilización de materiales más caros sin incremento del coste global del producto.

**LOS INCONVENIENTES PRINCIPALES SON LOS SIGUIENTES:****1. Características Mecánicas Inferiores:**

En la mayoría de los casos, para un material dado, las piezas sinterizadas carecen de las propiedades físicas de las forjadas o fundidas. Por tanto, hay que limitar su uso cuando intervienen tensiones mecánicas elevadas. No obstante, es frecuente que pueda alcanzarse la resistencia mecánica necesaria recurriendo a materiales diferentes, y habitualmente más caros, o a una segunda elaboración como la forja.

**2. Costo de Matrices Relativamente Alto:**

Dado lo elevado de las presiones y la gran abrasión que se da en el proceso, las matrices deben construirse de materiales caros y ser relativamente robustas. Casi nunca será económico producir menos de 10.000 piezas iguales.

**3. Costo de Materiales Elevado:**

Por unidad de peso, los metales en polvo son considerablemente más caros que los laminados o fundidos. Sin embargo, la ausencia de chatarra y la desaparición del mecanizado suelen compensar el costo de la materia prima. Además, como la pulvimetalurgia se aplica habitualmente a la obtención de piezas más bien pequeñas, en la práctica dicho costo no es grande.

#### **4. Limitaciones de Diseño:**

Realmente, la pulvimetalurgia no es adecuada a determinadas formas. Así las piezas deben presentar una sección uniforme a lo largo de la dirección de compresión el cociente longitud / diámetro está limitado y más aún el tamaño global que debe adaptarse a la capacidad de las prensas disponibles.

#### **5. Disminución de la Resistencia a la Corrosión:**

Una de las principales desventajas de los aceros pulvimetalúrgicos frente a los comerciales es la menor resistencia a la corrosión, puesto que se trata de un material poroso, la superficie expuesta será mayor.

# **EL PROCESO EXPERIMENTAL**



## **4. PROCESO EXPERIMENTAL**

### **4.1 INTRODUCCIÓN**

Uno de los principales objetivos de este proyecto es diseñar y poner a punto un sistema para conseguir una atmósfera controlada, en la que se trate de llegar al mayor vacío posible. De esta forma, no será preciso utilizar ningún tipo de atmósfera controlada dentro de nuestra cámara de sinterizado.

Se ha recurrido al vacío, porque es una de los procesos de sinterización más usadas dentro de la industria de la pulvimetalurgia, debido a que una vez amortizado el equipo, el gasto de energía durante el proceso es menor que en otro tipo de atmósferas protectoras.

Se define como vacío absoluto a la ausencia total de materia en un determinado espacio o lugar. Por extensión, se denomina también vacío a la condición de una región donde la densidad de partículas es muy baja, o la de una cavidad cerrada donde la presión de aire u otros gases es menor que la atmosférica.

La definición más interesante para este proyecto, es la de cavidad cerrada en la que la presión del aire interior es menor que la atmosférica. Por ello, la principal función del sistema será extraer en su mayoría el aire que pueda quedar dentro de la cámara de sinterización.

### **4.2 DISEÑO Y DESCRIPCIÓN DEL SISTEMA DE VACÍO**

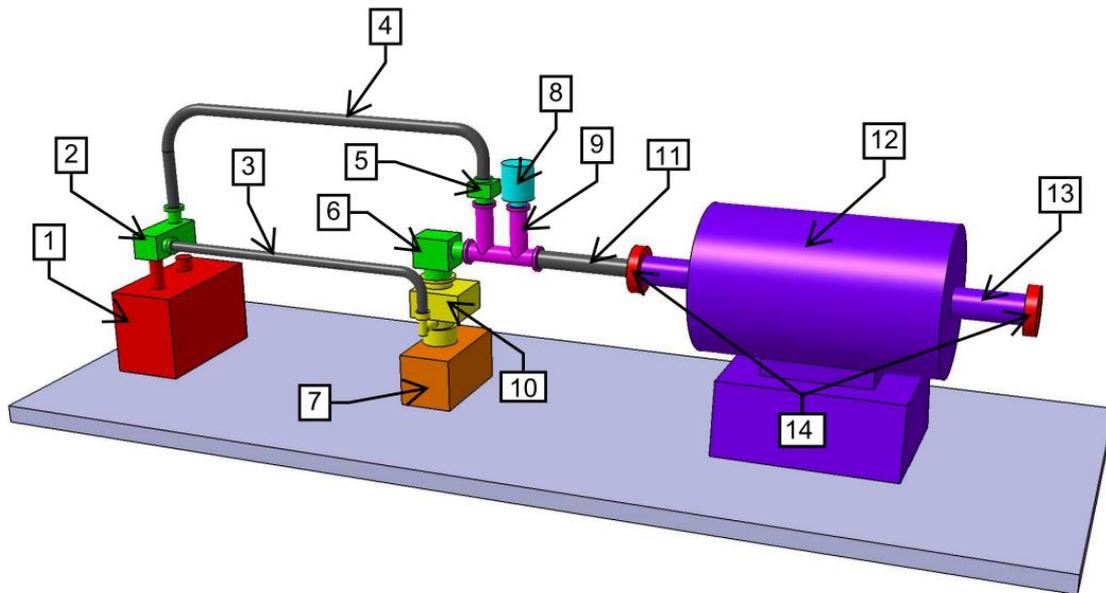
La generación de vacío en la cámara de sinterizado constará de dos fases claramente diferenciadas. En la primera, se extraerá la mayor parte del aire residual con métodos mecánicos convencionales (bomba rotativa de paletas), y en la segunda, se afinará el vacío con una bomba de difusión de aceite, que funcionará respaldada por la primera. Para que dicha bomba de difusión funcione, debe haberse creado un vacío previo en ella.

Para poder medir la presión que tenemos en el interior de la cámara, se necesitará un manómetro de lectura visible capaz de medir presiones inferiores a la atmosférica.

Por tanto, el circuito diseñado tendrá que ser capaz de, una vez montado, y sin manipulaciones posibles, salvo apertura o cierre de válvulas, asimilar las siguientes premisas:

- Conexión directa de la bomba rotativa a la cámara de sinterización
- Conexión directa de la bomba difusora a la cámara de sinterización.
- Interconexión de respaldo entre bomba rotativa y difusora
- Toma para la colocación del manómetro

En la figura siguiente se aprecia de forma esquemática el sistema



Las anotaciones sobre el dibujo se corresponden con:

- 1.- Bomba rotativa.
- 2, 5 y 6.- Válvulas de cierre.
- 3.- Conexión de respaldo.
- 4.- Conexión de válvula rotativa a cámara.
- 7.- Soporte anti-térmico.
- 8.- Manómetro.
- 9.- "T" para conexiones y manómetro.
- 10.- Bomba difusora.
- 11.- Conexión de manómetro a cámara
- 12.- Horno
- 13.- Cámara de sinterización.
- 14.- Bridas de cierre.

Los principales elementos que constituyen el sistema de vacío, son comerciales, de la marca Edwards, siendo el horno de marca Carbolite. Las características técnicas de todos los aparatos se detallan a continuación.

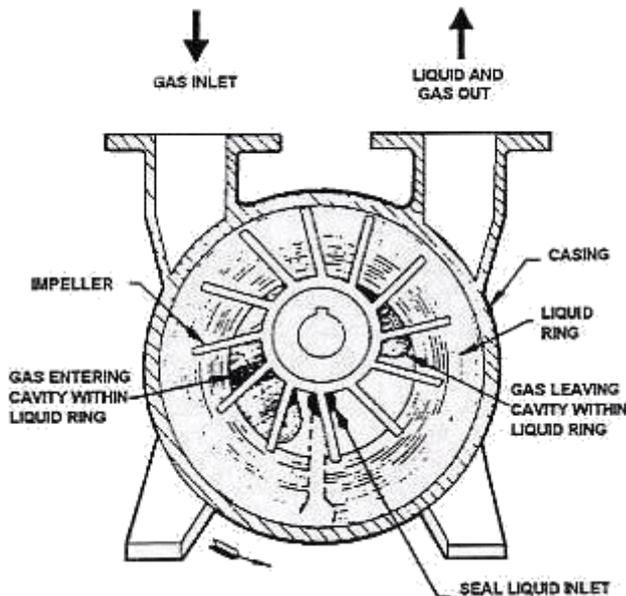
#### 4.2.1 BOMBA ROTATIVA. CARACTERÍSTICAS Y FUNCIONAMIENTO

Como bomba de bajo vacío, y principal elemento mecánico de extracción, se ha elegido una bomba rotativa de paletas Edwards RV8, ya que sus características, son las más adecuadas para las necesidades de este proyecto. Se detallan aquí:

Caudal desplazado	9.7 m <sup>3</sup> h <sup>-1</sup>
Presión última	2 x 10 <sup>-3</sup> mbar / 1.5 x 10 <sup>-3</sup> Torr
Máxima presión exterior admisible	1 bar
Potencia del motor 50/60Hz	450 / 550W
Régimen de giro nominal 50/60Hz	1500 / 1800rpm
Peso (sin aceite)	28 kg.
Capacidad de aceite (Máx/Mín)	0.45 / 0.75 l
Aceite recomendado	Ultragrade 19
Borde de entrada	NW25
Borde de salida	NW25
Nivel de ruido	48 dB(A) @ 50 Hz
Temperatura de operación	12 – 40 °C

El funcionamiento se basa en la depresión que crean las paletas en la cámara al girar. Siguiendo la figura siguiente se entenderá con mayor claridad.

Las paletas, al girar, crean una depresión en la tobera de admisión arrastrando de esta forma el aire residual del circuito hacia la tobera de escape.



Así mismo, la propias paletas generan una corriente de aceite, que por efecto de centrifugado, se desplaza hacia el exterior de la carcasa. De esta forma, el aceite funciona como un perfecto sellante a presiones externas, y como fluido de arrastre en la tobera de admisión. El aceite, al pasar por dicha tobera, genera un efecto Venturi, y contribuye a arrastrar el aire hacia la tobera de salida.

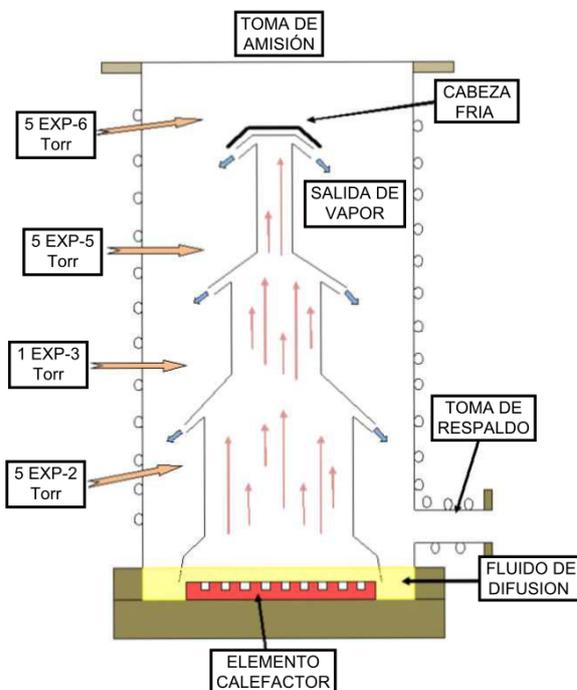
Para un correcto funcionamiento de la bomba, se debe vigilar en nivel de aceite periódicamente, y reponerlo, si el estado no es el óptimo, ya que es el principal agente por el que la succión se mantiene.

#### 4.2.2 BOMBA DIFUSORA. CARACTERISTICAS Y FUNCIONAMIENTO

Como bomba de alto vacío, se ha elegido una bomba difusora de aceite Edwards EO50/60, ya que se adapta perfectamente a las necesidades del estudio, y las conexiones permiten la concordancia con el sistema. Las características se detallan en la siguiente tabla.

Caudal desplazado	60 l/s
Presión última	$< 3.8 \times 10^{-7}$ Torr
Máxima presión exterior	0.45 Torr
Carga de fluido	20 ml
Conexión de entrada	QF50
Conexión de respaldo	QF10
Potencia del calentador	50/60 Hz, 200/250 W
Peso	995 g

El funcionamiento de esta bomba se basa en el efecto Venturi, ya que el fluido interior se calienta hasta convertirse en vapor, y ese vapor incrementa la velocidad al pasar por unos difusores, arrastrando con él partículas de aire. En el esquema siguiente se aprecia con mayor claridad.



El aire residual de la cámara de vacío será arrastrado por la salida de vapor a través de los difusores, y conducido a la toma de respaldo, donde la bomba mecánica lo extraerá hacia el exterior. De ahí la importancia de un circuito polivalente que permita distintas conexiones.

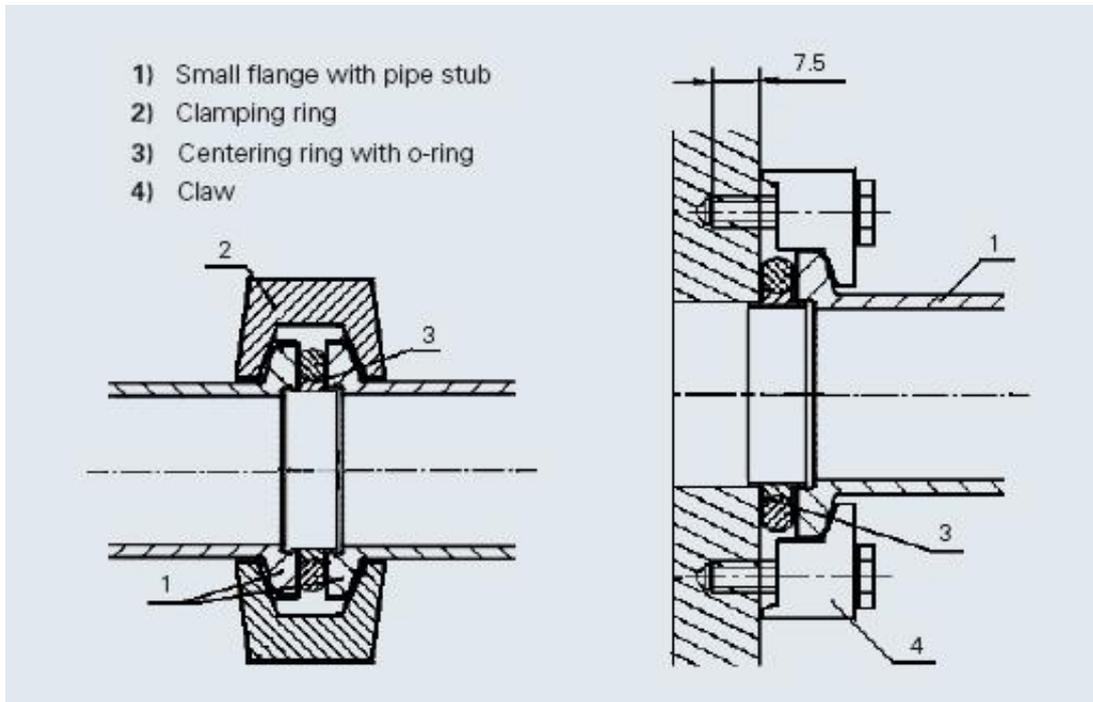
En el caso de este proyecto, el elemento calefactor se conectará a la red eléctrica, proporcionando de esta forma energía suficiente como para llevar el fluido interior hasta la ebullición.

### 4.3 MANIPULACIÓN Y FUNCIONAMIENTO DEL EQUIPO

Una vez explicadas las bases en las que se sustentará el equipo, y entendido el funcionamiento de los elementos principales, se realizarán conexiones con tubos flexibles hasta llegar a un sistema como el indicado en la figura del apartado 4.2.

Cada extremo de tubo, y cada toma de admisión o de escape de las bombas, tienen un adaptador normalizado, por lo que será relativamente fácil acoplar uno con otro.

Para que las uniones sean completamente estancas ante cualquier fuga, se colocará una junta tórica entre cada uno de los adaptadores, lubricada con grasa para vacío, preferiblemente Apiezon. El correcto posicionamiento de la junta tórica, se garantizará montando ésta sobre un anillo autocentrante cuyo diámetro exterior coincidirá con el diámetro interior del tubo, tal y como se indica en la figura siguiente.

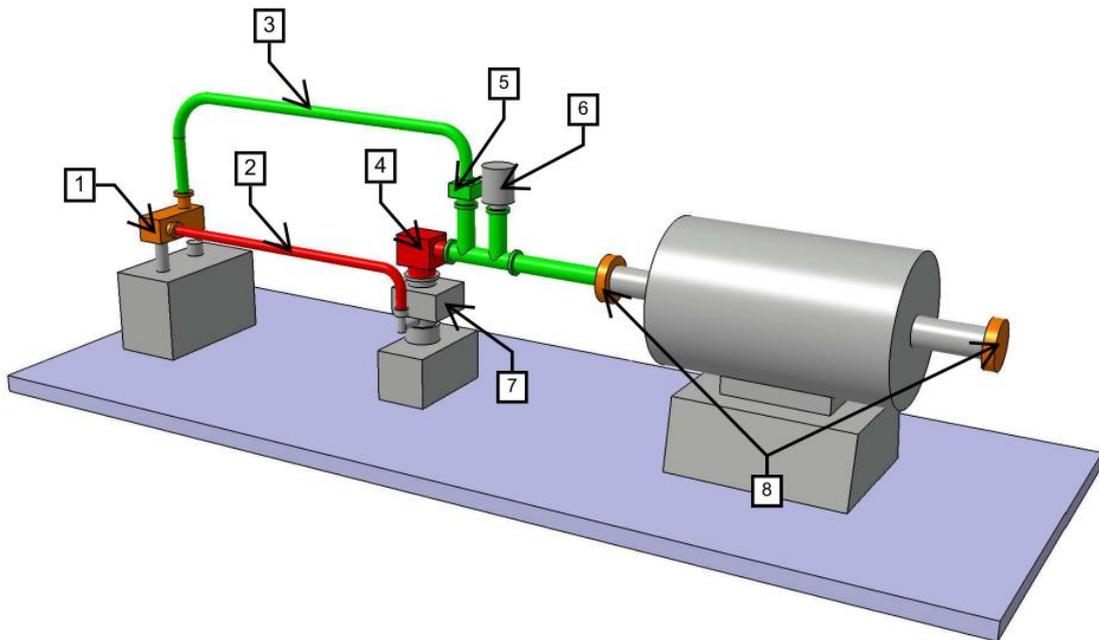


Para que la unión quede perfectamente fijada, pero siga existiendo la posibilidad de un desmontaje posterior, se utilizarán abrazaderas de mariposa de sección como la que se indica en la figura (Clamping ring). Se utilizarán preferiblemente éstas, frente a abrazaderas convencionales de tornillo, para un rápido ensamblaje manual, y facilitar el desensamblado en caso de modificación, o reposición de alguno de los elementos de la unión. El material usado para las abrazaderas será indistintamente aluminio, plástico o acero inoxidable, descartándose este último en la medida de lo posible por la ausencia de fuerzas elevadas que actúen sobre la unión.

Una vez montado el sistema, procederemos a la puesta en funcionamiento, en la que se pueden diferenciar dos apartados. A saber, para la obtención de alto y bajo vacío.

### 4.3.1 MODO DE EMPLEO PARA LA OBTENCIÓN DE BAJO VACÍO

En este modo de funcionamiento únicamente intervendrá la bomba rotativa, por lo que se anulará el resto mediante la manipulación adecuada de válvulas. Basándonos en la figura adjunta, realizaremos los siguientes pasos



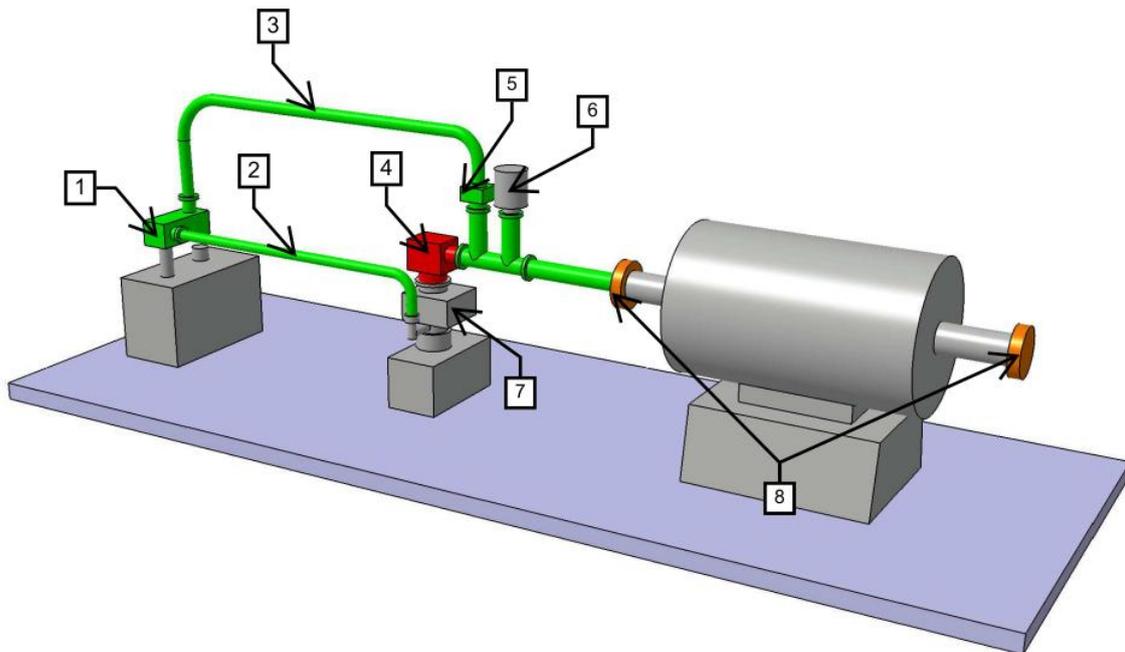
Después de asegurar las mordazas que harán las veces de tapón (8) se cerrarán la válvula de la rotativa (1) y la válvula de la difusora (4) de tal forma que el circuito de respaldo (2), y la propia bomba (7) queden completamente aislados del resto del circuito que va a estar en funcionamiento.

Para que funcione correctamente, la válvula 5 debe permanecer abierta en todo momento, ya que a través de ella permitimos la conexión directa de la bomba rotativa con el horno.

Una vez que el sistema está como se ha indicado, y el manómetro (6) indica la presión atmosférica, es el momento de proceder al encendido de la bomba rotativa. Ésta, dispone de dos posiciones de trabajo, a saber, alto caudal, y alto vacío, por lo que será conveniente empezar trabajando en la primera. Una vez que la presión del manómetro haya descendido, y se haya estabilizado, se cambiará el selector hacia la posición de alto vacío, y se dejará trabajando tanto tiempo como dure el proceso que se está llevando a cabo dentro del horno. Una vez terminado este proceso, se apagará la bomba, y se abrirán las mordazas.

### 4.3.2 MODO DE EMPLEO PARA LA OBTENCIÓN DE ALTO VACÍO

Este es el modo de funcionamiento en el que el equipo obtiene el máximo rendimiento, y la presión dentro de la cámara de sinterización es la menor posible. Para ello, hay que operar con el cuidado de seguir las indicaciones que se detallan en este apartado, ya que el incumplimiento de alguna de ellas puede deteriorar parte del equipo, o hacer que aparezca un envejecimiento prematuro de los fluidos internos. Para una mejor explicación, nos apoyaremos en la imagen siguiente.



La primera medida que se debe tener en cuenta será tratar en la medida de lo posible que el fluido interno de la bomba difusora (7) no esté sometido a presión atmosférica si su temperatura es elevada, ya que se oxidará, y perderá las propiedades específicas. Por ello, antes de encender la bomba difusora, se debe haber generado vacío en el circuito de respaldo.

La puesta en funcionamiento comenzará por cerrar las mordazas (8) como se ha explicado en el apartado 4.3.1, y acto seguido, se abrirán las válvulas 1 y 5, y se cerrará la 4. De esta forma, el circuito de respaldo (2) estará en posición de trabajo, y se conectará la bomba rotativa a la cámara mediante el circuito 3.

El siguiente paso será poner en funcionamiento la bomba rotativa, siguiendo los dos pasos que se han indicado en el apartado anterior, y cuando el vacío se haya estabilizado, se encenderá la bomba difusora (7). Para trabajar de forma óptima, debe coger temperatura durante unos 5 minutos, por lo que durante ese tiempo, el sistema estará trabajando solamente con la bomba rotativa.

Una vez que se haya alcanzado la temperatura de trabajo de la difusora, se cerrará la válvula 5, dejando inutilizado el circuito 3.



## 4.4 OBTENCIÓN DE LAS PROBETAS

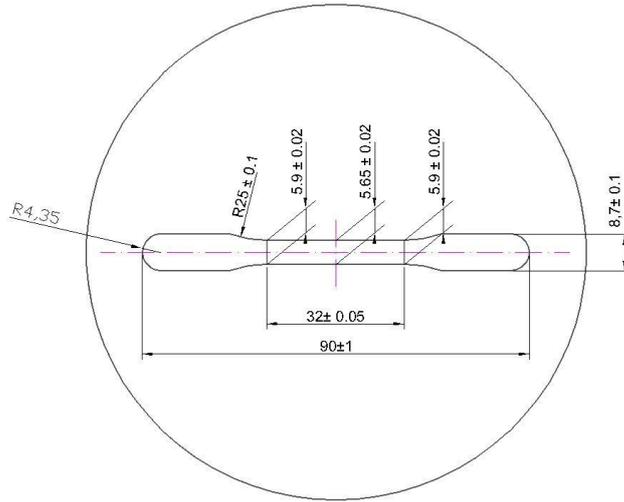
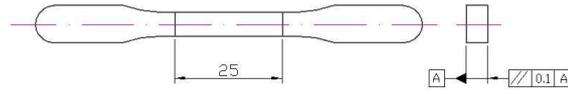
### 4.4.1 INTRODUCCIÓN

En el siguiente apartado explicaremos el proceso que hemos seguido para la obtención de las probetas de tracción, que posteriormente utilizaremos para realizar todos los ensayos que nos ayudaran a obtener la caracterización mecánica de los materiales sinterizados. En cada uno de los apartados del proceso, explicaremos detalladamente los pasos a seguir para realizar un estudio correcto y describiremos los aparatos utilizados durante todo el proceso.

Se fabricaran probetas del tipo “dog-bone” que son las que se utilizan para realizar ensayos de tracción. Dichas probetas se realizarán de acuerdo a lo estipulado en la norma UNE-EN ISO 2740 para materiales metálicos sinterizados. El tipo y dimensiones del utillaje, es decir, la matriz de compactación utilizada para realizar las probetas también se obtendrá de la misma norma.

Probeta y matriz de compactación del ensayo de tracción





Las probetas que debemos fabricar se resumen en el siguiente cuadro donde se clasifican en función del tipo de polvo empleado en la probeta, la carga de compactación, presión de vacío en el sinterizado y el tipo de enfriamiento.

	Tipo de polvo	Carga de compactación (KN)	Presión de Vacío (Pa)	Enfriamiento	Denominación
1	316L	475	11	Horno	3A1H
2	316L	475	11	Agua	3A1A
3	316L	475	0.062	Agua	3A2A
4	316L	432	11	Horno	3B1H
5	316L	432	11	Agua	3B1A
6	316L	432	0.062	Agua	3B2A
7	316L	432	0.062	Horno	3B2H

8	430L	475	11	Horno	4A1H
9	430L	475	11	Agua	4A1A
10	430L	432	11	Horno	4B1H
11	430L	432	11	Agua	4B1A
12	430L	432	0.062	Horno	4B2H
13	430L	432	0.062	Agua	4B2A

14	Dúplex 50/50	475	11	Horno	5A1H
15	Dúplex 50/50	475	11	Agua	5A1A
16	Dúplex 50/50	475	0.062	Agua	5A2A
17	Dúplex 50/50	432	11	Horno	5B1H
18	Dúplex 50/50	432	11	Agua	5B1A
19	Dúplex 50/50	432	0.062	Agua	5B2A

En total el número de probetas que debemos fabricar es de 19, mas las que hemos necesitado para optimiza el proceso.

#### 4.4.2 DIMENSIONES Y PESO DE LAS PROBETAS

Las dimensiones de las probetas, vienen establecidas en la norma UNE-EN ISO 2740. La única medida en la que tenemos un cierto margen de maniobra es en el espesor, ya que la norma nos permite realizar probetas con espesores comprendidos entre un máximo y un mínimo. El espesor que hemos elegido para nuestras probetas es de 4.5mm.

La cantidad de polvo que debemos colocar en la matriz de compactación, para cumplir con las dimensiones establecidas, es de 20g por probeta.

### 4.4.3 MEZCLA Y PESADO DE POLVOS

Una vez determinado el peso y dimensiones de las probetas, se procede a la preparación de los polvos que después colocaremos en la matriz de compactación. Para el caso de las probetas simples, es decir las formadas por un solo tipo de polvos, no es necesario realizar mezcla, ya que los polvos vienen preparados para realizar la compactación directamente. En el caso de las probetas dúplex, las compuestas por mezcla de dos tipos de polvos diferentes, es necesario realizar una mezcla homogénea de ambos.

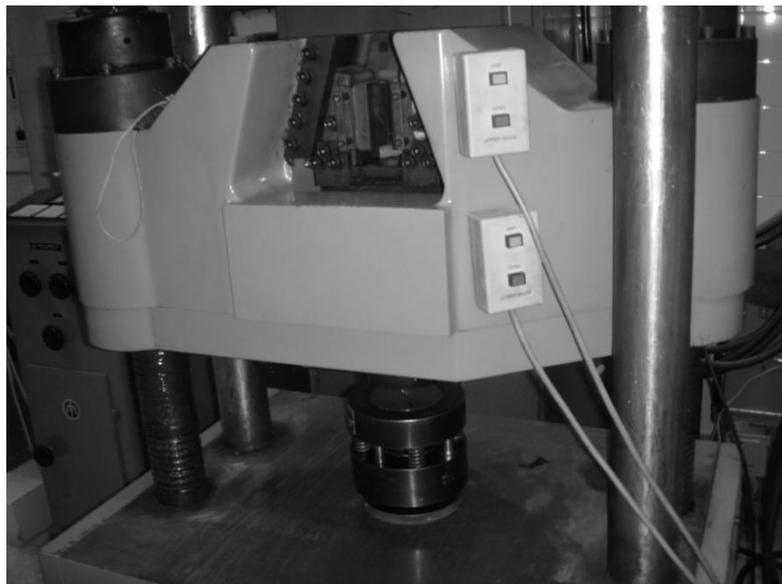
La mezcla de las probetas dúplex, se realiza de la siguiente forma:

- Primero se pesan los polvos de los dos aceros inoxidables, 316L y 430L, con la proporción deseada. En nuestro caso la proporción es 50/50.
- A continuación se introducen en el agitador de polvos y se mezclan los polvos por agitación durante aproximadamente 10 minutos o hasta conseguir una mezcla homogénea.
- Por último se abre el agitador y se obtiene la cantidad de polvos correspondiente al peso de una probeta.

El pesado de polvos, se realiza mediante una balanza de precisión y con la ayuda del plato de pesado y la cucharilla. La balanza de precisión tiene una precisión de lectura de 0,1 g/m<sup>2</sup>.

### 4.4.4 PROCESO DE COMPACTACIÓN DE POLVOS

La compactación de todas las probetas se realiza en una prensa hidráulica de compactación de simple efecto controlada mediante ordenador y una matriz de compactación, con las medidas indicadas en la norma.



Como resultado del estudio de optimización recordemos que debemos realizar probetas con dos cargas de compactación diferentes 432KN y 475KN, que corresponden a las tensiones de compactación 680MPa y 750MPa respectivamente.

**Dichas tensiones de compactación se han obtenido de la siguiente manera;**

La superficie de compactación es de  $S=634\text{mm}^2$ .

$$\text{Tensión de compactación} = \frac{\text{Fuerza}}{\text{Superficie}}$$

Para la carga de 432KN la tensión de compactación es:

$$\text{Tensión de compactación} = \frac{\text{Fuerza}}{\text{Superficie}} = \frac{432000\text{N}}{634\text{mm}^2} = 681\text{MPa} \approx 680\text{MPa}$$

Y para la carga de 475KN la tensión de compactación es:

$$\text{Tensión de compactación} = \frac{\text{Fuerza}}{\text{Superficie}} = \frac{475000\text{N}}{634\text{mm}^2} = 750\text{MPa}$$

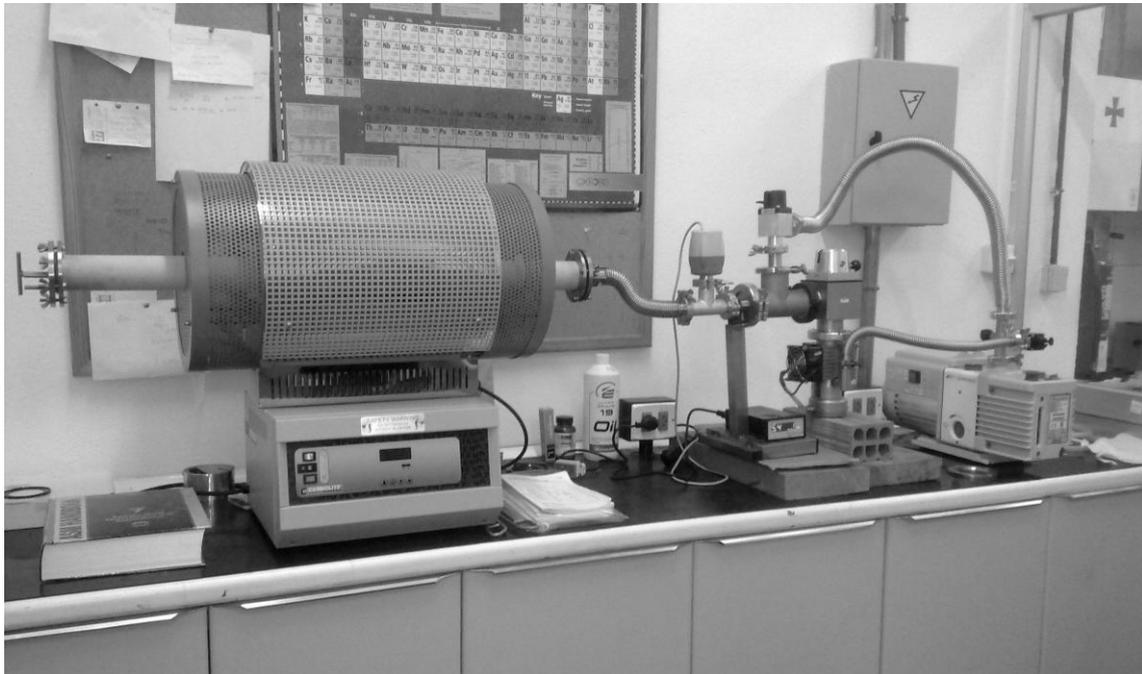
Los pasos que debemos seguir para realizar una buena compactación son los siguientes:

- Limpiar las superficies, de la prensa y la matriz de compactación, que estarán en contacto directo con los polvos.
- Impregnar la matriz con el polvo lubricante, para extraer la probeta compactada con facilidad y sin dañarla.
- Depositar cuidadosamente, y sin derramar los polvos, en la matriz de compactación.
- Situar en contacto el pistón de compactación con la matriz.
- Introducir los parámetros correspondientes en la computadora que controla la prensa.
- Comenzar la compresión.
- Una vez que la prensa alcance la carga límite, se medirá mediante un cronómetro el tiempo de compactación.
- Transcurrido este tiempo, se detiene la compactación.
- Por último se retira la probeta.

Dicha compactación se realiza a humedad y temperatura ambiente.

#### 4.4.5 PROCESO DE SINTERIZACIÓN

Una vez fabricadas todas las probetas, estas se sinterizan introduciéndolas en el horno y calentándolas hasta 1250°C en atmosfera de vacío, durante una hora.



El equipo utilizado para la sinterización en vacío es el siguiente; un horno, bomba de vacío rotativa, bomba de vacío difusora, válvulas de control, manómetro, tuberías y elementos de conexión entre equipos y utensilios para colocar y retirar las probetas.

En función del vacío deseado en el horno, mediante el cierre o apertura de válvulas, conectamos una o dos bombas en serie al circuito de vacío. El proceso que hemos seguido consta de los siguientes pasos:

##### CIRCUITO PARA UNA SÓLA BOMBA (Bajo vacío: 11 Pa):

- Introducimos cuatro probetas en el horno.
- Con todas las válvulas cerradas, encendemos la bomba rotativa en su posición de alto caudal.
- Cerramos los dos extremos del horno, aplicando la grasa de vacío en las uniones.
- Abrimos la válvula nº1 y se establece el vacío en el interior del horno.
- Comprobamos que la presión es inferior a 25Pa y en este momento modificamos la posición del mando de la bomba rotativa. De alto caudal, establecemos alto vacío.
- Comprobamos que la presión desciende hasta valores en torno a 10 Pa.
- Programamos el horno para sinterizar durante 1h a una temperatura de 1250°.
- Transcurrido este tiempo, las probetas ya están listas para el enfriamiento.

CIRCUITO PARA DOS BOMBAS (Alto vacío: 0,060 Pa):

- Introducimos cuatro probetas en el horno.
- Con todas las válvulas cerradas, encendemos la bomba rotativa en su posición de alto caudal.
- Abrimos la válvula nº2 para crear vacío en el circuito de la bomba difusora.
- Encendemos la bomba difusora para su precalentamiento.
- Cerramos los dos extremos del horno, aplicando la grasa de vacío en las uniones.
- Abrimos la válvula nº1 y se establece el vacío en el interior del horno (Bajo vacío).
- Comprobamos que la presión es inferior a 25Pa y en este momento modificamos la posición del mando de la bomba rotativa. De alto caudal, establecemos alto vacío.
- Comprobamos que la presión desciende hasta valores en torno a 10 Pa.
- Cerramos la válvula nº1 y abrimos la válvula nº3.
- Comprobamos que la presión desciende hasta valores en torno a 0.062 Pa.
- Programamos el horno para sinterizar durante 1h a una temperatura de 1250°.
- Transcurrido este tiempo, las probetas ya están listas para el enfriamiento.

#### 4.4.6 PROCESO DE ENFRIAMIENTO DE PROBETAS

El proceso de enfriamiento es el último paso en la preparación de las probetas y es el proceso que teóricamente mas va a influir en las características mecánicas de los materiales sinterizados. La microestructura final dependerá en grado sumo de la velocidad de enfriamiento obteniendo propiedades mecánicas diferentes.

Se realizaran dos tipos de enfriamiento y compararemos las propiedades mecánicas de las probetas de cada uno de ellos. Los enfriamientos son; enfriamiento en el horno y enfriamiento en agua. El primero supone una velocidad de enfriamiento muy lenta y el segundo muy rápido.

Explicaremos cada uno de ellos por separado porque el material utilizado en el laboratorio y la curva de enfriamiento son diferentes.

##### **Enfriamiento en el horno:**

Consiste en dejar que las probetas se enfríen en el mismo horno en el que se han calentado. Cuando la temperatura del horno descienda hasta la temperatura ambiente, se sacan las probetas. Durante el enfriamiento hay que mantener el vacío dentro del horno para evitar oxidaciones superficiales de las probetas.

##### **Enfriamiento en agua o enfriamiento de temple:**

Consiste en introducir las probetas en un baño agua fría desde la temperatura de sinterización. Mediante este enfriamiento las probetas alcanzan la temperatura ambiente en unos pocos segundos.

## 4.5 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

### 4.5.1 ENSAYO DE MACRODUREZA

La dureza es una propiedad mecánica de los materiales consistente en la dificultad que existe para rayar o crear marcas en la superficie mediante micropenetración de una punta o en general la resistencia a la penetración.

En [metalurgia](#) la dureza se mide utilizando un [durómetro](#) para el ensayo de penetración. Dependiendo del tipo de penetrador empleado y del rango de cargas aplicadas, existen diferentes escalas, adecuadas para distintos rangos de dureza.

El interés de la determinación de la dureza en los [aceros](#) estriba en la correlación existente entre la dureza y la resistencia mecánica, siendo un método de ensayo más económico y rápido que el [ensayo de tracción](#), por lo que su uso está muy extendido.

### DESCRIPCIÓN DEL ENSAYO

El método usado para medir la macrodureza de las probetas ha sido el Método Vickers.

La decisión de utilizar este método se debe a que el ensayo Brinell, cuando se trata de durezas superiores a 400 kp/mm<sup>2</sup> no arroja resultados convincentes y, para durezas por encima de 600 , es completamente inaplicable.

El método Vickers data de 1925 y el nombre se lo debe a la casa constructora del primer durómetro de este tipo y no a sus inventores(los ingleses Smith y Sandland).

La bolita de acero del ensayo Brinell se sustituye aquí por una pirámide cuadrangular de diamante. De esta forma se consigue una mayor penetración a la vez que la posibilidad de medir materiales más duros debido a la dureza del diamante.

La pirámide se construye de forma que sus caras opuestas formen un ángulo de 136°.Al ser un ángulo obtuso la profundidad de la huella es relativamente pequeña.

La huella generada es mucho más fácil y cómoda de medir y sobretodo más precisa que con la bola. El tiempo de actuación de la carga es de 15 a 30 segundos.

El número de dureza Vickers se define por la relación:  $HV=P/S$  (kp mm<sup>-2</sup>) donde P es la carga aplicada y S es la superficie de la huella. La superficie de la huella se determina en función de sus diagonales  $l_1$  e  $l_2$ .

$$S= l^2/ 1,8544$$

$$l= (l_1 + l_2)/ 2$$

Las cifras de dureza son independientes de las cargas, que varían de 1 a 150 kp, ya que las impresiones que deja en el material la pirámide son todas semejantes pero con distintas profundidades.

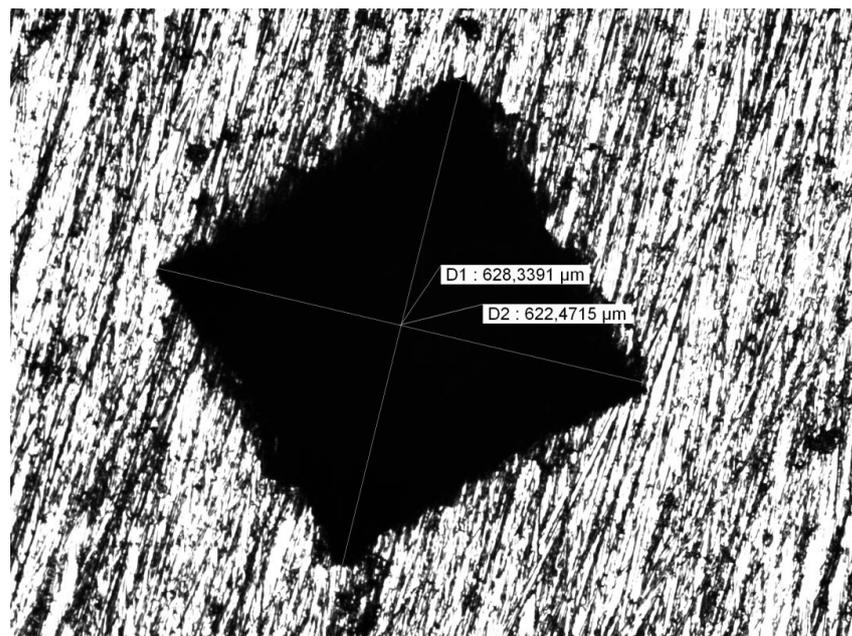
Para la ejecución de este ensayo hemos seguido la norma UNE 7054.

En nuestro caso hemos utilizado una maquina de dureza CENTAUR rb2 y la medida posterior de las diagonales de la huella con un microscopio óptico NIKON OPTIPHOT-100 y conectado a sistema de tratamiento de imagen cuyo software BUEHLER OMNIMET.



Máquina Centaur rb2 utilizada para realizar los ensayos

La carga aplicada ha sido de 30 kg y el tiempo de mantenimiento de 30 segundos. Se han realizado 5 marcas a lo largo del cuerpo de la probeta desechándose la más desfavorable y realizando una media con las 4 medidas restantes.



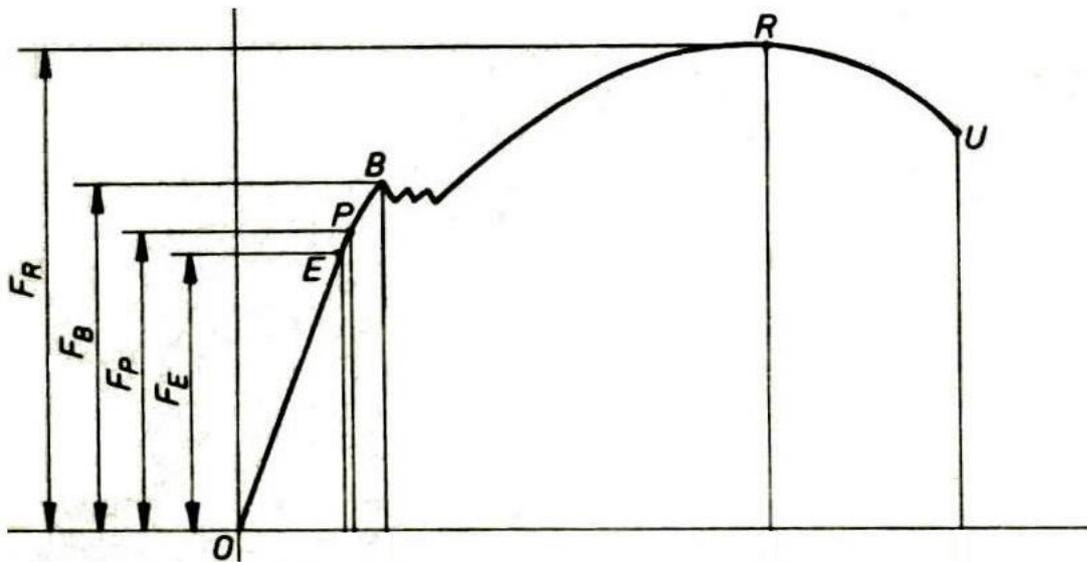
## 4.5.2 ENSAYO DE TRACCIÓN

### 4.5.2.1. INTRODUCCIÓN Y DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

Mediante el ensayo de tracción estudiamos el comportamiento de los materiales sometidos a un esfuerzo de tracción progresivamente creciente, ejercido por una maquina apropiada, hasta conseguir la rotura total de la probeta. Dicho esfuerzo debe aplicarse en la dirección axial o del eje de la probeta traccionada.

Los datos obtenidos se representan gráficamente en un diagrama de esfuerzos – deformaciones en el que cada uno de los puntos registrados por una computadora, corresponden a unas condiciones de esfuerzo – deformación diferentes. A partir del diagrama se pueden obtener las características elásticas y mecánicas del material. Por otra parte, hay que resaltar el hecho de que los resultados obtenidos para una probeta normalizada es aplicable a otras, semejantes en forma, con dimensiones diferentes.

La representación gráfica de un diagrama tipo esfuerzo – deformación, es la siguiente:



Durante el ensayo de tracción se producen tres periodos, desde que se comienza a aplicar carga hasta que la probeta rompe totalmente. Estos periodos son; el periodo de proporcionalidad, el de deformación permanente y el de estricción y rotura.

El periodo de proporcionalidad es el corresponde al proceso que va desde O hasta P, pasando por E. En él los alargamientos unitarios son proporcionales a los esfuerzos, es decir se cumple la Ley de Hooke.

Dentro de este periodo se pueden distinguir dos puntos importantes:

- Punto E, que corresponde al límite elástico, que es el mayor esfuerzo que al dejar de actuar, no produce ninguna deformación permanente.

- Punto P, que es el límite de proporcionalidad, que es la tensión por encima de la cual las deformaciones dejan de ser proporcionales a los esfuerzos aplicados.

A continuación se produce el periodo de deformación permanente. Este periodo está comprendido desde P hasta R. Dentro de este periodo hay un punto B, que es el límite de fluencia que marca el tipo de deformación que se produce. De P a B, la deformación se da sin variación de la sección de la probeta. Pero a partir de B el material se comporta de forma plástica, hasta alcanzar el punto R, que es el límite de rotura.

El último periodo se produce a partir de R, y corresponde al de estricción y rotura de la probeta. Una vez superado el límite de rotura, el material cede hasta alcanzar U, que es donde la probeta rompe definitivamente.

La forma de la curva puede variar considerablemente, dependiendo del material que ensayemos. Por ejemplo, para un acero duro, la pendiente de la curva es mucho mayor y la rotura se produce sin deformación plástica.

#### **4.5.2.2. PROCESO EXPERIMENTAL**

El ensayo de tracción se ha realizado mediante una prensa hidráulica equipada con un ordenador, para registrar los datos del ensayo. Cada dato registrado por la computadora corresponde con un estado de carga y un desplazamiento diferentes. Entendiendo por desplazamiento al movimiento de la mesa de la prensa con respecto a su bancada. Estos datos tendremos que transformarlos debidamente para conseguir un diagrama esfuerzo-deformación, para su posterior estudio mecánico.

Para realizar el ensayo de tracción correctamente debemos seguir los siguientes pasos:

- Puesta a punto y calibrado de la prensa hidráulica.
- Introducir en el programa de la computadora las condiciones del ensayo; tipo de ensayo (stroke), carga máxima que se aplica, velocidad de aplicación de la carga, etc.
- Colocación de la probeta en las mordazas de sujeción. La posición de la probeta debe de ser lo más vertical posible, ya que la carga se tiene que aplicar en dirección axial.
- Comenzar el ensayo y observar que no se produce ningún error durante su desarrollo.
- Una vez que la probeta ha roto, guardar los datos y retirar las dos mitades de la probeta rota.
- Medida de la probeta una vez rota para determinar ductilidad y estricción.

Este proceso se debe realizar para cada una de las probetas de nuestro estudio, y en el caso de que la rotura se produzca por la cabeza o que los datos no se registren adecuadamente, se debe repetir hasta que el ensayo se realice con éxito.

### 4.5.2.3. RESULTADOS OBTENIDOS

Los resultados obtenidos de los ensayos de tracción se analizan mediante gráficos comparativos, en los que se representan los diagramas tensión – deformación de dos o más probetas. Este método nos permite estudiar la influencia de los parámetros que han intervenido durante la fabricación y el ensayo de las probetas. Los parámetros que analizaremos son; presión de compactación de las probetas, presión de vacío en la sinterización, tipo de enfriamiento y el tipo de material. Igualmente se incluyen los resultados de las principales características mecánicas esto es: resistencia mecánica y dureza.

## 4.6 ESTUDIO MICROESTRUCTURAL

Para poder realizar la caracterización microestructural sobre las probetas en estudio y conseguir que fuese más fácil su manejo y manipulación se lleva a cabo todo un proceso de preparación y acondicionamiento que consta de las siguientes etapas:

1. Corte de la probeta: Obtenemos de nuestra probeta sinterizada, una porción representativa de la muestra.
2. Empastillado: Se procede al empastillado de nuestra probeta con metacrilato para su mejor manejo debido a sus reducidas dimensiones. Una de las caras de nuestra probeta formará parte de una de las caras exteriores de la pastilla. Esta cara es en la que realizaremos los ensayos correspondientes.
3. Desbaste: es necesario desbastar la cara de trabajo, es decir la cara sobre la cual vamos a realizar los ensayos. Para ello utilizaremos papeles de lija montadas en pulidoras de tamaño de grano decreciente comenzando con un P 300 y terminado con un P 1200.
4. Lavado en baño de ultrasonidos: Una vez desbastada, introducimos la probeta en un baño de ultrasonidos durante un tiempo que oscila entre los 30 y los 60 segundos, aproximadamente, con el fin de limpiar la superficie de trabajo de dicha probeta.
5. Pulido: A continuación procedemos a pulir la probeta. Utilizamos discos de fieltro empapados en líquido con partículas abrasivas en suspensión, para posteriormente volverla a lavar en el baño de ultrasonidos durante otro ciclo de 30 a 60 segundos.
6. Secado: Una vez llevados a cabo todos estos pasos, se seca la probeta con aire caliente.
7. La probeta está lista para realizar sobre ella los distintos ensayos.



#### 4.6.1 MEDIDA DE LA POROSIDAD

Antes de comenzar el estudio, nos aseguramos de que la porosidad superficial es análoga en todas las caras de las piezas, lo que garantiza una distribución homogénea de la presión ejercida sobre la pieza en el proceso de compresión. Una vez comprobado esto, el siguiente paso es preparar adecuadamente la superficie de las probetas metalográficas para que sean observadas en estado de pulido en un microscopio óptico NIKON OPTICOP-100 a 100 aumentos.

El estudio de metalografía cuantitativa relativo a la porosidad superficial se lleva a cabo mediante técnicas de análisis de imagen utilizando programa de tratamiento de imagen BUEHLER OMNIMET como Software de aplicación.

Según dice la norma, se dividirá la probeta en 4 cuadrantes, realizando el estudio en el primer cuadrante superior izquierdo. En dicho cuadrante, se analizarán 7 campos representativos de toda la sección de la sección.



El estudio realizado nos permite obtener como parámetro más significativo la porosidad superficial en porcentaje o dicho de otra forma, % poros y %matriz.

## 4.6.2 ATAQUE ELECTROLÍTICO CON ÁCIDO OXÁLICO

### 4.6.2.1 DESCRIPCIÓN DEL ENSAYO

Este ensayo data de 1953 gracias a Streicher que fue el precursor. Consiste fundamentalmente en realizar un ataque electroquímico sobre el material objeto de estudio, que actuará como ánodo en una solución acuosa de ácido oxálico al 10% y como cátodo acero inoxidable.

Como resultado del ensayo se produce un ataque selectivo en las fases ricas en cromo, como es el caso de los carburos precipitados en borde de grano y, por tanto, no se revelan las zonas empobrecidas en cromo. Los resultados obtenidos serán básicamente de carácter orientativo puesto que la presencia de carburos precipitados no lleva asociada necesariamente un empobrecimiento en cromo y elimina la descromización.

Se utilizan como parámetros de ataque una densidad de corriente de 1 Amperio/cm<sup>2</sup> durante 1 minuto. El fundamento del ensayo está recogido en la norma ASTM A-262.

La observación microscópica de la muestra atacada permite clasificar las microestructuras en tres categorías básicas:

1. Estructura escalonada (STEP): si está libre de carburos en los bordes de grano.
2. Estructuras en fosas (DITCH): cuando uno o más granos están totalmente rodeados por carburos.
3. Estructura dual (DUAL): si los granos están rodeados de carburos.

Este ensayo sirve como método rápido para la aceptación de materiales. De acuerdo con la norma, un material que presenta estructuras step o dual, se considera como aceptable y supera el ensayo.

La no superación del ensayo (estructura dich) no supone el rechazo del material de recepción sino que implica la necesidad de realizar un ensayo diferente para su aceptación o rechazo.

Las principales ventajas de este ensayo son su rapidez y carácter no destructivo mientras que tiene inconvenientes tales como su carácter cualitativo y el requerimiento de otros ensayos para el rechazo del material.

Inconvenientes en cierta manera superados, ya que actualmente en lo referente a recepción del material se han desarrollado especificaciones que ya evalúan la calidad del acero en base a este ensayo, de tal forma que la no superación de esta práctica supone el rechazo automático del material sin necesidad de recurrir a otros ensayos. En otros casos se admite un cierto porcentaje de la estructura de grano afectado (5%).

Estas especificaciones se establecen lógicamente para materiales empleados en aplicaciones de alta responsabilidad como en la industria nuclear.

En cuanto a su carácter cualitativo, también se han desarrollado modificaciones del ensayo, consistentes en una valoración cuantitativa del grado de sensibilización mediante el uso de patrones de comparación o mediante la medición del porcentaje de borde de grano afectado (en este sentido las nuevas técnicas de análisis de imagen automático suponen una gran ventaja).

#### 4.6.2.2 DESARROLLO DEL ENSAYO

La probeta objeto de ensayo ha sido cortada y empastillada en caliente en resina polimérica por necesidades de ensayos anteriores.

El corte transversal sobre la misma se ha realizado en tronzadora de precisión con refrigeración para evitar así la formación de zonas distorsionadas profundas y calentamientos durante el corte.

Preparación de la probeta antes del ensayo con oxálico:

1. Aplanado: es necesario pasar la pastilla cilíndrica de metacrilato por una cinta de lija continua, con el fin de crear una cara plana. La superficie desbastada plana debe ser lo más paralela posible al eje longitudinal de la probeta.
2. Taladrado: Una vez que la superficie plana, procedemos a realizar un taladro en la pastilla lo más perpendicular posible desde la superficie mecanizada hasta la probeta de acero, para poder tener contacto con el material de estudio. Debe hacerse con escrupulosa precisión para que en las operaciones siguientes de roscado no se rompa la probeta y tengamos que repetir el ciclo de trabajo.
3. Roscado: Cuando ya tenemos hecho el taladro hasta la probeta, realizamos una rosca interna mediante un macho de roscar para que posteriormente, podamos roscar la varilla, que junto con la probeta, formarán parte de uno de nuestros electrodos en los ensayos.

Para la preparación de la superficie a ensayar se realiza un desbaste y un pulido. La etapa de desbaste es manual y en húmedo, con papeles de esmeril de finura creciente hasta llegar al papel del número 1000, dando así por concluido esta parte. Se procede al pulido de la probeta empleando como abrasivo diamante de 6 a 3 micras. Para la limpieza de los poros se sumerge la probeta en baño de ultrasonidos.

Es necesario medir la superficie de la muestra con una precisión de una décima de  $\text{mm}^2$ , lo que se realiza mediante análisis de imagen, antes de comenzar el ataque.

La superficie de nuestras probetas será de  $0,3 \text{ cm}^2$  aproximadamente, por lo que la intensidad aplicada será de 0,3 A.

El ataque se realiza tal y como especifica la norma, con una disolución de ácido oxálico al 10% en peso y a temperatura ambiente. La muestra a ensayar, que actuará como ánodo, se conecta

al cátodo de acero inoxidable inserto en la pulidora electrolítica. Se hace pasar una densidad de corriente de  $1 \text{ A/cm}^2$  durante 1 minuto.

Una vez que la muestra es atacada durante el tiempo establecido se lava para eliminar los restos de la solución ácida y se seca con alcohol y aire caliente. En estas condiciones, ya está preparada para la observación al microscopio metalográfico y clasificarla.

La evaluación cualitativa del ensayo se verifica tal y como detalla la norma, es decir, las muestras son clasificadas de acuerdo con las tres categorías especificadas: Escalonada (Step), Dual (Dual) o en fosas (Ditch).

# **ESTUDIOS DE VIABILIDAD**



## **5. ESTUDIOS DE VIABILIDAD**

En primer lugar y con el fin de constatar el buen funcionamiento del equipo, se sinterizan seis probetas de prueba, compactadas a 475 kN durante 120 segundos. Los materiales son los dos aceros bases y el acero dúplex 50/50. Las presiones de vacío son de 11 Pa y 0,062 Pa. Todas las probetas se enfrían lentamente en el horno. Los resultados obtenidos se muestran en las siguientes tablas.

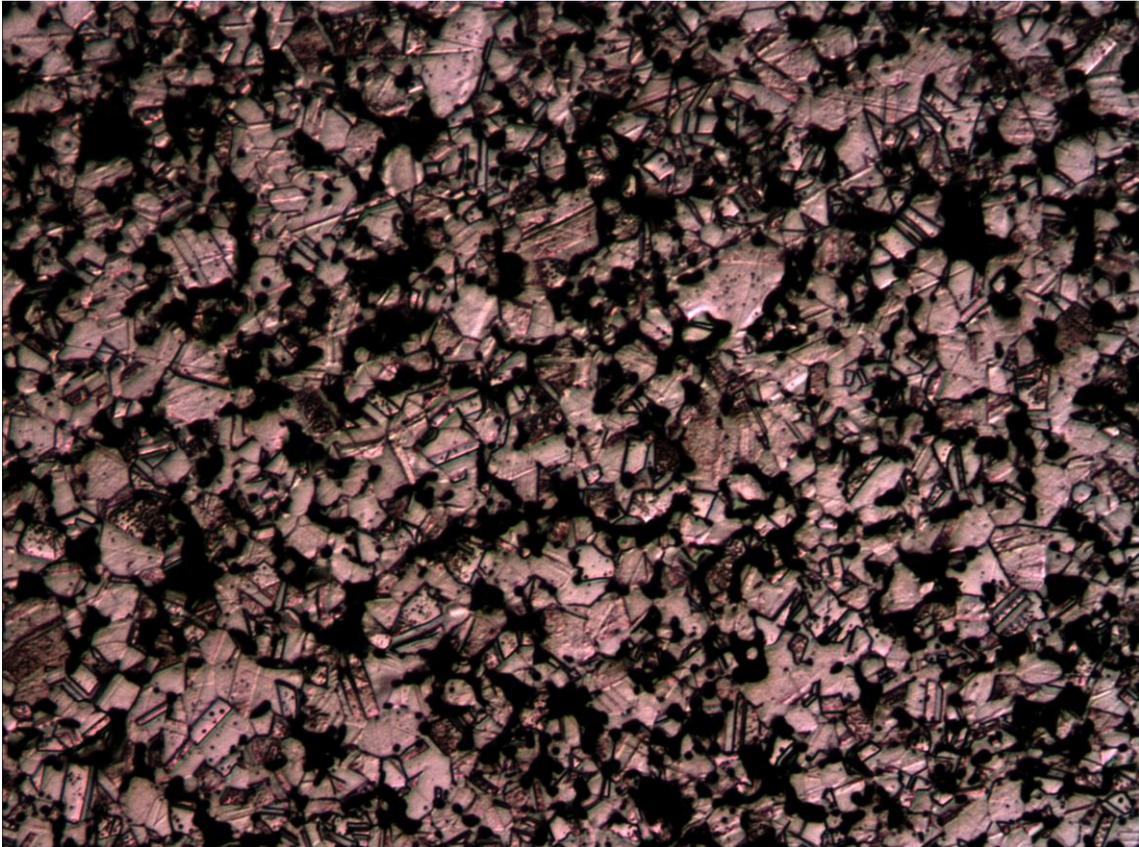
En primer lugar se realiza un análisis químico de las muestras, se procede a su estudio microestructural y finalmente se procede al estudio de su comportamiento mecánico con objeto de comprobar que los parámetros de conformado y sinterización han sido los adecuados.

### **5.1 ANALISIS QUÍMICO**

Se realiza un análisis químico de las probetas sinterizadas mediante espectrofotómetro de emisión de chispa. Los resultados obtenidos indican que no existen diferencias entre las probetas sinterizadas en condiciones de alto y bajo vacío y que además la composición química coincide con la de los polvos austeníticos, ferríticos para los aceros base y es una mezcla en el correspondiente acero dúplex 50/50. Por tanto podemos concluir que en ninguna de las dos condiciones alto o bajo vacío ha existido pérdida de cromo que es uno de los problemas más importantes que pueden presentarse en el caso de sinterización en vacío, en todos los casos el contenido en cromo supera el 18%.

**OBSERVACIÓN MICROESTRUCTURAL: ATAQUE CON ÁCIDO OXÁLICO****ACEROS INOX. AUSTENÍTICO AISI 316L**

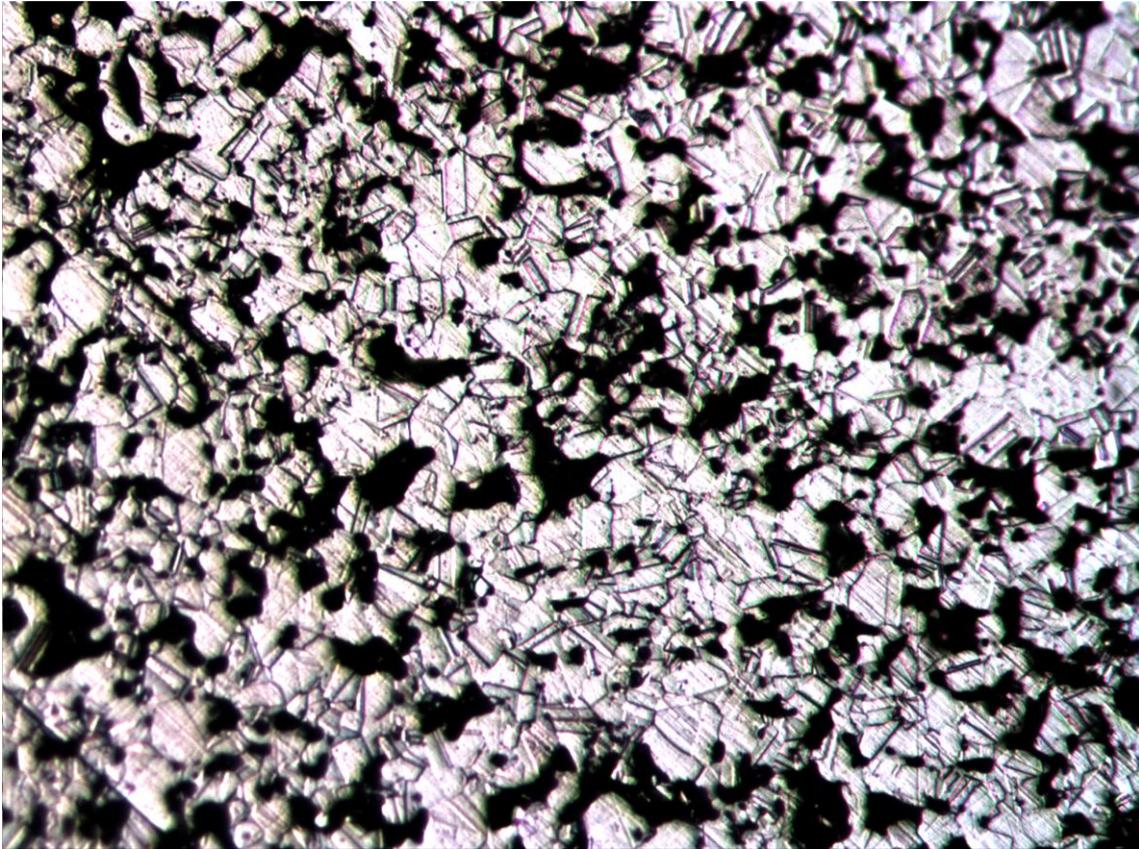
Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Horno



Acero 316L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (100 aumen.)

Se observa una estructura austenítica completamente maclada. Precipitados dispersos fundamentalmente transgranulares. Bordes de grano limpios. Presenta más precipitación transgranular que intergranular. El grado de porosidad es el típico de estos materiales y no se observan problemas de sinterabilidad.

Compactación: 750 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Horno



Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Horno (100 aumen.)

Se observa estructura austenítica con grado de porosidad similar si bien hay menor grado de precipitación. No se aprecian granos afectados por precipitación transgranular como los observados en bajo vacío. El tamaño de grano es más grueso que el anterior.

## ACEROS INOX. AUSTENÍTICO AISI 430L

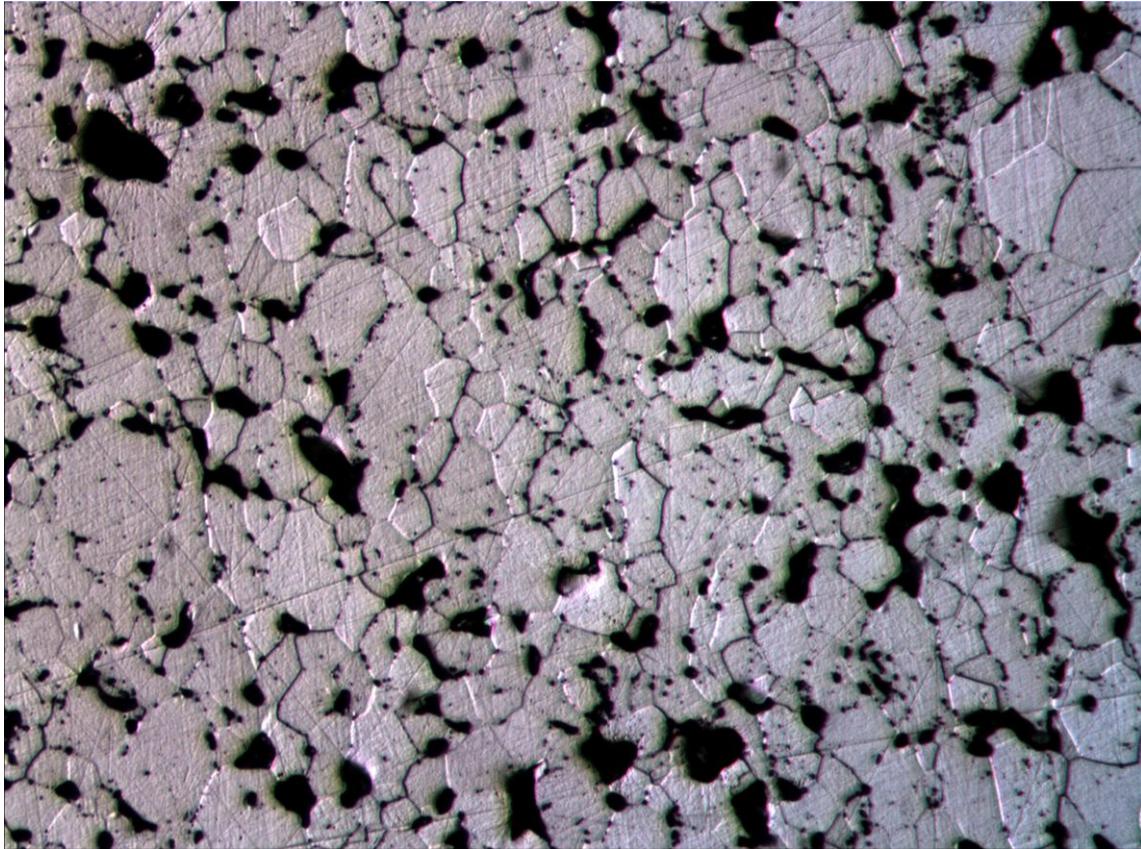
Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Horno



Acero 430L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (100 aumen.)

Podemos observar en la micrografía Estructura ferrítica sin maclas. Se aprecia un alto grado de precipitación con precipitados intergranulares con forma de rosario. Los precipitados presentan elevado grado de continuidad a lo largo del grano, estructura dicha, ya que hay algún grano completamente rodeado de precipitados.

Compactación: 750 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Horno

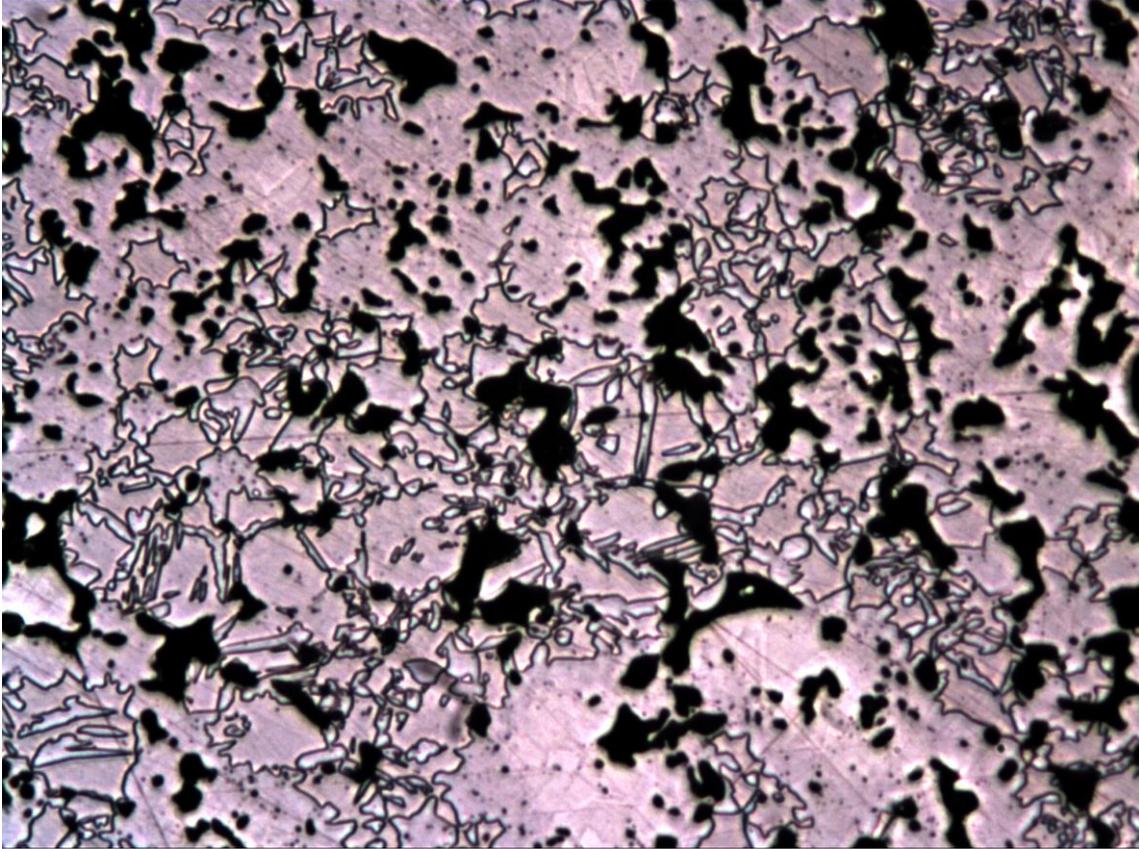


Acero 430L, Comp: 475kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Horno (100 aumen.)

Con el alto vacío se consigue una estructura más limpia que la anterior con menor grado de precipitación. También el grado de porosidad es menor. El material presenta una estructura dual. Precipitados más finos. Tamaño de grano austenítico bastante más fino que en la muestra de bajo vacío.

## ACEROS INOX. DÚPLEX 50/50

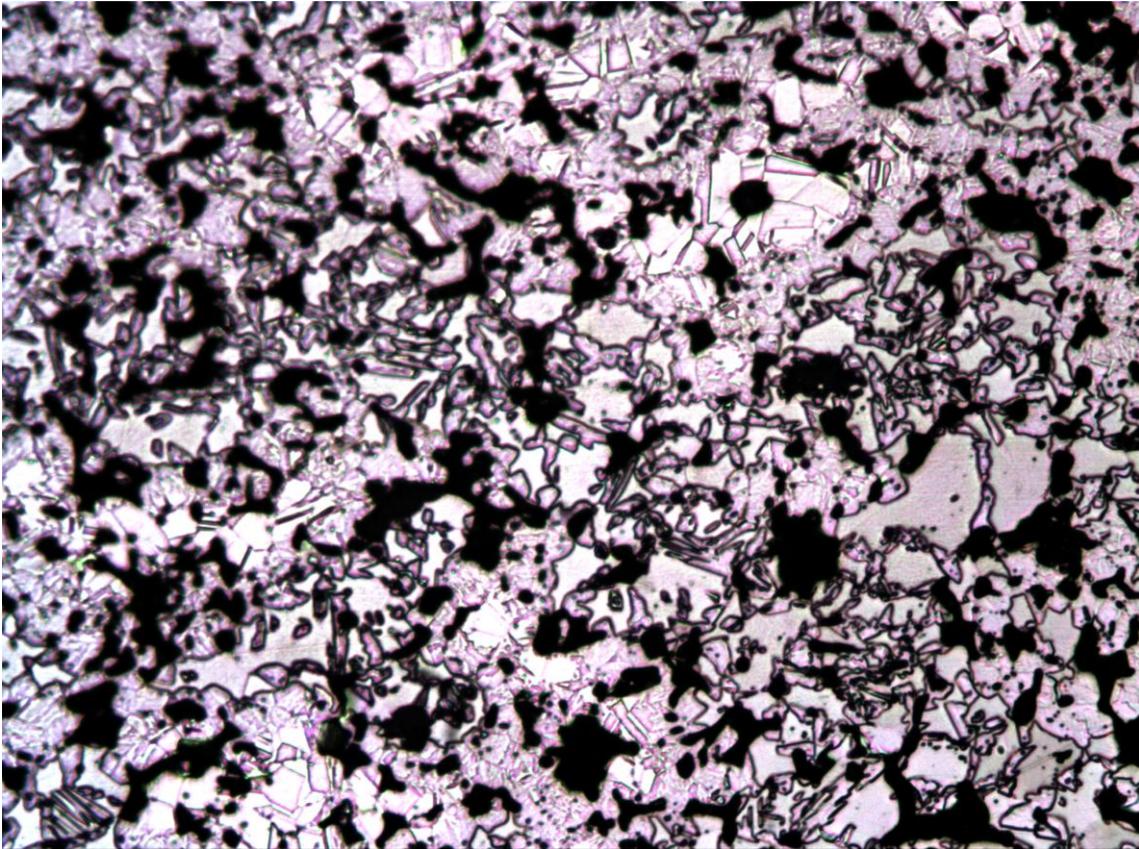
Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Horno



Acero D50/50, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (100 aumen.)

Estructura dúplex austenita-ferrita cercana al 50%. Bajo grado de precipitación

Compactación: 750 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Horno



Acero D50/50, Comp: 475kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Horno (100 aumen.)

Mayor presencia de ferrita. Baja precipitación y precipitados dispersos. Dentro de la austenita, presencia de constituyente mixto.

La observación microestructural de las muestras tras el ataque con ácido oxálico pone en evidencia de que por una parte la sinterización de las muestras es adecuada tanto en alto como en bajo vacío existiendo diferencias microestructurales que pueden originar diferente comportamiento mecánico con lo que para el proyecto ambas condiciones serán utilizadas. En segundo término y dado que se observado un elevado grado de precipitación en algunas muestras es aconsejable el que se realice además del típico enfriamiento en horno un enfriamiento en agua que trate de evitar la precipitación de fases secundarias que podrían deteriorar la resistencia a la corrosión inter-transgranular de los aceros pulvimetalúrgicos estudiados.

## 5.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.

### 5.2.1 ENSAYO DE TRACCIÓN

A continuación se exponen los resultados de los ensayos mecánicos de tracción y de dureza realizados sobre las probetas anteriores.

	Tipo de polvo	Carga de compactación (KN)	Presión de vacío (Pa)	$\sigma_r$ MPa
<b>Enfriamiento en el horno</b>				
1	316L	475	11	268,7
2	316L	475	0,062	223,7
3	430L	475	11	288,3
4	430L	475	0,062	291
5	50/50	475	11	318,7
6	50/50	475	0,062	378,3

En todas las probetas se ha observado un comportamiento tensión-deformación adecuado que demuestra que la sinterización en vacío se ha realizado en condiciones óptimas y que el ensayo de tracción, probetas y método, es adecuado para estudiar el comportamiento mecánico de estos aceros pulvimetalúrgicos.

### 5.2.2 ENSAYO DE DUREZA

	Tipo de polvo	Carga de compactación (KN)	Presión de vacío (Pa)	Macro dureza Vickers
<b>Enfriamiento en el horno</b>				
1	316L	475	11	69,45
2	316L	475	0,062	65,7
3	430L	475	11	86
4	430L	475	0,062	97,2
5	50/50	475	11	150,3
6	50/50	475	0,062	141,6

Los resultados de dureza son coherentes con los resultados del ensayo tensión deformación.

A la vista de todo ello y como conclusión de este estudio de viabilidad el sistema de vacío diseñado y puesto a punto es adecuado para la sinterización de probetas de acero inoxidable con lo que es el que se utilizará para la fabricación de probetas cuyo estudio de comportamiento mecánico y estructural se detallan a continuación.

# **ANÁLISIS DE RESULTADOS**



## **6. ANÁLISIS DE RESULTADOS**

En este apartado se lleva a cabo la exposición y discusión de los resultados obtenidos en los diferentes ensayos sobre los aceros inoxidable sinterizados en vacío para las diferentes condiciones de compactado y sinterización definidas. En primer término se procede a la caracterización microestructural para posteriormente estudiar su comportamiento mecánico mediante los ensayos de dureza y tracción.

### **6.1. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL**

Inicialmente y como complemento al estudio microestructural se lleva a cabo un estudio de porosidad mediante metalografía cuantitativa con técnicas de análisis de imagen que tiene por objeto determinar la influencia de la presión de compactación, de la presión de vacío en la sinterización y del tipo de enfriamiento en el grado de porosidad tanto de los aceros base como de la composición dúplex en estudio.

A continuación se recogen las observaciones microestructurales más importantes correspondientes a los aceros base y a la composición dúplex en estudio tras la realización del proceso de sinterizado bajo las diferentes condiciones de enfriamiento: horno y agua. Todos ellos se han sinterizado a una temperatura de 1250°C durante una hora. Para este estudio microestructural se utiliza como reactivo de ataque electrolítico ácido oxálico que además de la observación microestructural nos permite evaluar de forma cualitativa la resistencia a la corrosión intergranular en función del grado de descromización que presenta el material.

#### **6.1.1. GRADO DE POROSIDAD SUPERFICIAL**

Se realiza la determinación del grado de porosidad de los dos aceros base y del acero dúplex con una composición 50/50 mediante técnicas de análisis de imagen. Se analizan dos presiones de compactación diferentes 680MPa y 750MPa y dos presiones de vacío de 11 Pa y 0,062 Pa para ambas presiones de compactación. Estas variables las tendremos en cuenta tanto para enfriamiento en horno, como en agua (temple). El resto de parámetros son idénticos: todas las muestras se han sinterizado a una temperatura de 1250°C durante una hora y con una velocidad de calentamiento de 5°C por min.

En la tabla adjunta aparecen los resultados de porosidad obtenidos expresados en forma de porcentaje, se refleja el dato medio de la porosidad correspondiente a los siete campos analizados. En el anexo de metalografía se incluyen los histogramas correspondientes en los que se exponen los resultados gráficos obtenidos. Aparece el porcentaje relativo de poros y matriz en función de la presión de compactación y de la presión de vacío en la sinterización para los tres tipos de aceros.

Material			Enfriamiento en horno	Enfriamiento en agua
	Presión de Compactación (MPa)	Presión de vacío (Pa)	Porosidad (%)	Porosidad (%)
316	750	11	13,95	14,04
		0,062	15,68	17,72
	680	11	14,96	10,36
		0,062	19,4	18,50
430	750	11	12,1	11,5
		0,062	11,78	10,52
	680	11	11,33	10,24
		0,062	10,62	9,37
50/50	750	11	14,2	13,72
		0,062	13,89	13,26
	680	11	15,2	10,83
		0,062	13,69	11,18

En primer término queda clara la influencia de la composición química de los polvos en el grado de porosidad que muestran los aceros sinterizados en vacío. Las probetas de acero inoxidable austenítico tipo AISI 316L son las que muestran en todas las condiciones de compactado y sinterización máxima porosidad. Por el contrario el acero inoxidable ferrítico tipo AISI 430L muestra valores de porosidad superficial más bajos siendo los aceros dúplex los que muestran un comportamiento intermedio entre el de los aceros base en lo que respecta a la porosidad.

Respecto a la presión de compactación, esta es una variable importante en el caso del acero inoxidable austenítico, claramente se observa una disminución de porosidad cuando se incrementa la

presión de compactación. En el caso del acero ferrítico y dúplex también se cumple que una mayor presión de compactación origina una mejora en la capacidad de compactación de los polvos de acero.

La presión de vacío influye en menor medida en el grado de porosidad superficial del acero que la composición química o la presión de compactación, además esta influencia no es idéntica para los aceros inoxidable austeníticos y para los ferríticos y dúplex. En el caso de los acero austeníticos se observa un incremento de la porosidad cuando se trabaja en condiciones de alto vacío para las dos presiones de compactación y para los dos medios de enfriamiento. En el caso del acero ferrítico las diferencias entre bajo y alto vacío no son sustanciales si bien se observa una ligera disminución de la porosidad en condiciones de alto vacío, lo contrario que lo observado en los aceros inoxidable austeníticos y finalmente en el caso de los aceros dúplex se observa que apenas existen diferencias entre las probetas sinterizadas en condiciones de alto y bajo vacío.

El modo de enfriamiento tras la sinterización influye de modo similar en el grado de porosidad para las diferentes composiciones químicas de los polvos utilizadas. En general se puede observar que para la mayoría de las condiciones de composición y compactado las probetas enfriadas rápidamente presentan porcentajes de porosidad ligeramente más bajos que los observados tras el enfriamiento lento en el horno. En el caso de las probetas de acero austenítico y muestras compactadas a mayor presión las diferencias entre los medios de enfriamiento son muy reducidas si bien para la menor presión de compactación y en condiciones de bajo vacío se observa una clara reducción de la porosidad tras el enfriamiento en agua. En el caso de los aceros ferríticos los grados de porosidad son ligeramente más bajos tras el enfriamiento rápido para cualquier presión de compactado y/o de vacío, mientras que para el acero dúplex las mayores diferencias se aprecian en las probetas menos compactadas y sinterizadas en bajo vacío como ya ocurría en el caso del acero inoxidable austenítico.

Podemos por tanto concluir que la composición de los polvos es el principal factor de influencia en el grado de porosidad que muestran las probetas sinterizadas en vacío observándose grados de porosidad mínimos para el acero ferrítico que como es conocido presenta mayor coeficiente de difusión que el austenítico aunque este posee mayor capacidad de compactado. En cuanto a la presión de compactado el uso de presiones de compactación de 750MPa mejora ligeramente el elevado grado de porosidad observado en el acero austenítico especialmente en condiciones de bajo vacío. Finalmente el enfriamiento en agua también reduce en términos generales el grado de porosidad observado en todas las probetas.

Finalmente decir que para todas los tres tipos de acero se observan grados de porosidad muy bajos para las probetas compactas a 680MPa a presión de vacío de 11Pa y enfriamiento en agua. En estas condiciones todas las probetas presentan grados de porosidad en torno al 10%.

### 6.1.2. DENSIDAD DE LOS PRODUCTOS SINTERIZADOS

Como complemento al estudio anterior se lleva a cabo un análisis de la densidad del de los diferentes materiales en sus diferentes condiciones de compactado y sinterización, estos son los resultados obtenidos.

Material			Enfriamiento en horno	Enfriamiento en agua
	Presión de Compactación (MPa)	Presión de vacío (Pa)	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )
316	750	11	7,10	6,71
		0,062	6,98	7,17
	680	11	7,06	7,05
		0,062	6,96	7,09
430	750	11	6,884	6,817
		0,062	6,84	6,80
	680	11	6,814	6,830
		0,062	7,063	6,938
50/50	750	11	6,843	6,936
		0,062	7,01	6,951
	680	11	6,787	6,795
		0,062	7,1	7,018

Como puede observarse de los datos anteriores los datos de densidad son muy similares para las tres composiciones para las distintas condiciones de compactado y sinterización; en todos los casos las densidades se sitúan en el entorno de los 7 g/cm<sup>3</sup>. Por tanto este parámetro es mucho menos sensible que la porosidad superficial para determinar la influencia de la composición y las condiciones de conformado en el grado de densificación de los aceros inoxidables pulvimetalúrgicos.

### 6.1.3. OBSERVACIÓN MICROESTRUCTURAL. ATAQUE CON ÁCIDO OXÁLICO

A continuación se muestran los resultados de la observación microestructural de los aceros base y la composición dúplex tras el ataque electrolítico con ácido oxálico. El ataque tiene por objeto evaluar de forma cualitativa la susceptibilidad a la corrosión intergranular de dichos aceros. El ataque se ha realizado en las condiciones descritas en la práctica A de ASTM A262 y nos permite, en función de la disolución observada en el borde de grano, clasificar la susceptibilidad a la corrosión intergranular en las tres categorías que indica la norma, es decir, “step”, “dual” y “dich”, según se observe ausencia de descromización, descromización parcial o descromización continua respectivamente. Esta última pone de manifiesto el posible riesgo de corrosión intergranular y la necesidad de llevar a cabo ensayos específicos de corrosión intergranular que evalúen de forma cuantitativa el riesgo de corrosión inter-transgranular.

Comenzamos en primer término por describir las microestructuras de los tres tipos de acero sometidos a enfriamiento lento en el horno y en segundo término haremos lo propio para el enfriamiento en agua.

#### 6.1.3.1. ACEROS ENFRIAMIENTO EN EL HORNO

##### A. INOX. AUSTENÍTICO AISI 316L

Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Horno

En las micrografías nº 1 y nº 2 se aprecia la estructura austenítica del acero AISI 316L compactado a alta presión y sinterizado en bajo vacío. En todos los granos se observan los bordes libres de precipitados lo que es indicativo de una estructura tipo “step” resistente a la corrosión intergranular. Si se aprecia precipitación transgranular de carácter heterogéneo. Existen granos con abundante grado de precipitación y otros que tan sólo muestran precipitados aislados existiendo por tanto alto grado de heterogeneidad en lo relativo a la precipitación transgranular. A pesar de los precipitados no se observa disolución en el interior de los granos afectados por la misma.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Horno

El cambio de la presión de compactación no origina ningún tipo de cambio en lo que se refiere a los microconstituyentes presentes en el acero austenítico, tampoco se observan cambios en el grado de precipitación ni en la disolución inter o transgranular como se aprecia en las micrografías nº 3 y nº 4.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Horno

La modificación de la presión de vacío origina un ligero cambio en la microestructura del acero austenítico. Con el uso de la bomba difusora se observa un grano austenítico ligeramente más grueso y un ligero incremento de la disolución en borde de grano. Así, en las micrografías nº 5 y nº 6 podemos observar bordes de grano con mayor grado de precipitación que en el resto de los casos pero sin llegar a observarse “estructura tipo dual” ya que muchos de los granos están totalmente libres

de precipitación. También se observa precipitación transgranular en algunos de ellos, algo más escasa que en las muestras sinterizadas en vacío a 11 Pa.

## **B. ACEROS INOX. FERRÍTICO AISI 430L**

Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Horno

En las micrografías nº 7 y nº 8 podemos observar la microestructura de la probeta sinterizada en condiciones de bajo vacío y alta presión a partir de polvos ferríticos. Se observa una estructura de granos de ferrita con una muy ligera precipitación en borde de grano. No se observa ningún grano completamente disuelto con lo que la estructura puede calificarse como “step” resistente a la corrosión intergranular. Se observa una ligera precipitación de tipo transgranular, son precipitados aislados que afectan de modo homogéneo a la mayoría de los granos de ferrita.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Horno

El cambio de presión de compactado y de presión de sinterizado en vacío no origina cambios estructurales notables en el acero ferrítico. En las micrografías nº 9 y nº 10 se observa claramente una estructura ferrítica con precipitados intergranulares similar a la de la muestra anterior. El grado de precipitación es variable existiendo algún grano con un tanto por ciento más elevado de precipitación pero en la mayoría de los granos es discontinuo. La estructura puede ser considerada como en casos anteriores de tipo “step” resistente a la corrosión. También se observa precipitación transgranular dispersa, que afecta por igual a todos los granos.

## **C. ACEROS DÚPLEX 50/50**

Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Horno

El acero dúplex muestra una estructura bifásica tal y como se observa en la micrografía n 11. Se aprecia un componente de tonalidad clara que se identifica como Ferrita y que se resuelve a elevados aumentos. Estos granos aparecen prácticamente libres de precipitados con ligera precipitación en el borde. Estos granos son mucho más gruesos que los presentes en las otras áreas más oscuras. El segundo microconstituyente presenta una tonalidad más oscura y a elevados aumentos, micrografía nº 12 se observa que presenta una estructura austenítica de grano muy fino con intensa precipitación transgranular en algunos granos. Se realiza una medida de magnetismo con el ferritómetro: FN 44-45 es el resultado para esta muestra.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Horno

El ataque con ácido oxálico para la probeta compactada a menor presión de compactación e igualmente a bajo vacío permite apreciar una estructura más resuelta que en el caso anterior, micrografía nº 13. A mayores aumentos, micrografía nº 14, se pueden observar tres constituyentes distintos que se identifican como: Granos de austenita con precipitación transgranular aislada (presencia minoritaria), Constituyente Mixto (austenita-ferrita-martensita) en grandes proporciones y

finalmente Islas de ferrita dispersas. La medida registrada en el ferritómetro para esta muestra es ligeramente superior a la anterior con FN 50-55

### **6.1.3.2. ACEROS ENFRIAMIENTO EN AGUA**

#### **A. INOX. AUSTENÍTICO AISI 316L**

Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Agua

Las micrografías nº 15 y nº 16 nos permiten apreciar la estructura austenítica que presenta el acero AISI 316L tras el enfriamiento en agua. Comparando con la probeta compactada y sinterizada en las mismas condiciones pero enfriada en el horno se observa que la austenita presenta en este caso mayor heterogeneidad. Tras el ataque se aprecian muchas áreas no completamente resueltas lo que nos indica una mayor resistencia del acero al ataque químico. Las zonas reveladas por el ataque presentan una microestructura de grano austenítico mucho más fino que el acero similar enfriado en horno. Se aprecian mayores signos de oxidación que los observados en la muestra enfriada lentamente. No se aprecian precipitados transgranulares. El ferritómetro indica ausencia de magnetismo y ligera respuesta en el borde por la oxidación, con lo que podemos concluir que se trata de una estructura cien por cien austenítica pero ligeramente oxidada durante el enfriamiento rápido en agua.

Compactación: 750 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Agua

La probeta compactada en idénticas condiciones pero sinterizada en alto vacío presenta una estructura austenítica mucho más homogénea como puede apreciarse en la micrografía nº 17. A mayores aumentos, micrografía nº 18, se puede observar que se trata de austenita de grano bastante fino, más fino que la análoga enfriada en horno y en este caso se observa también poros bastante redondeados. En cuanto al grado de disolución, los bordes de grano están prácticamente libres de precipitados. La estructura puede calificarse de tipo STEP con precipitados discontinuos. Algunos granos presentan precipitación transgranular en menor grado que la muestra enfriada lentamente.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Agua

La muestra sinterizada en bajo vacío pero compactada a menor presión presenta la típica estructura austenítica, micrografía nº 19, con un grado de oxidación normal y completamente revelado el grano austenítico a diferencia de lo que ocurría en el caso de la probeta compactada a mayor presión. Por ello podemos concluir que el bajo vacío no origina ningún tipo de problema en cuanto a oxidación sino que puntualmente la probeta analizada anteriormente presentaba oxidación superficial sin más trascendencia. En la micrografía a más aumentos, micrografía nº 20, podemos observar que el grado de precipitación transgranular es menor que en el horno aunque existen granos con precipitación transgranular mas intensa. Al igual que con enfriamiento en horno el ferritómetro indica ausencia de magnetismo con lo que no se ha formado martensita durante el enfriamiento.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Agua

Finalmente la otra probeta de acero AISI 316L compactada a baja presión y sinterizada en condiciones de alto vacío presenta de nuevo la típica estructura austenítica, micrografía nº 21. Respecto a su equivalente compactado a 750 MPa, aumenta el tamaño de poro aunque presenta menor cantidad de poros. En cuanto al tamaño de grano austenítico se observa un grano heterogéneo pero con mayor población de granos gruesos. Los bordes de grano muestran precipitación discontinua, micrografía nº 22, que se clasifica como “step”. Algunos granos presentan precipitación transgranular intensa. La muestra presenta menor porosidad que su equivalente enfriada en horno, con el enfriamiento rápido los poros son mas pequeños y esféricos.

**B. INOX. FERRÍTICO AISI 430L**Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Agua

Como ya se ha comentado en alguna de los probetas sinterizadas con polvo de acero austenítico también la muestra de polvo ferrítico presenta un alto grado de oxidación que hace que los bordes de grano aparezcan completamente disueltos además de una intensa disolución transgranular que afecta de modo especial a alguno de los granos ferríticos, micrografías nº 23 y nº 24. Dado que como se comenta a continuación este alto grado de oxidación no afecta a la siguiente muestra sinterizada en bajo vacío también pero compactada a menor presión es muy probable que esta oxidación se pueda deber a un problema excepcional a la hora de sintetizar estas muestras ya que se hicieron a la vez.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Agua

Tal y como hemos comentado anteriormente la probeta de acero ferrítico sinterizada y enfriada en las mismas condiciones que la anterior sólo que compactadas a menor presión presenta la típica estructura ferrítica con un grado de oxidación mucho menor, micrografía nº 25. Se observan precipitados en borde de grano, micrografía nº 26, y no existe ningún grano completamente bordeado por el ataque. También se observa ligero ataque transgranular que en cualquier caso resulta disperso.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Agua

Finalmente en la micrografía nº 27 podemos observar la estructura ferrítica de la probeta de acero AISI 430L compactada a baja presión pero sinterizada en alto Vacío como en el caso anterior el ataque en borde de grano es bajo aunque es algo superior al observado en los bordes de grano de la fase austenítica del acero AISI 316L. No hay ningún componente rodeado por carburos. Como en casos anteriores se observa precipitación transgranular que afecta por igual a todos los granos y es de carácter discontinuo, micrografía nº 28. Comparado con el acero austenítico sinterizado en las mismas condiciones, presenta menos poros y además éstos son en general más pequeños aunque también los hay de gran tamaño.

## C. ACEROS DUPLEX 50/50

Compactación: 750 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Agua

La probeta de acero dúplex compactada a alta presión y sinterizada en vacío presenta dos constituyentes básicos: las áreas de tonalidad más clara que aparecen más claras y otras zonas más oscuras y menos brillantes, micrografía nº 29. El primero de ellos se identifica por las maclas presentes y los bordes rectos como austenita y el otro con formas más aciculares puede considerarse como constituyente mixto (ferrita-austenita-martensita). También se aprecia un tercer microconstituyente de forma granular que no aparece maclado que podría tratarse de ferrita en forma de grano ya que no se observan islas de ferrita. La medida del ferritómetro nos indica un índice de ferrita de FN 50.

Compactación: 750 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Agua

Para esta composición el uso de la sinterización de alto vacío si que origina un cambio en la microestructura del acero dúplex. En la micrografía nº 31 pueden observarse los dos microconstituyentes diferentes asociados que se han descrito anteriormente. Uno de ellos mas atacado con formas mas aciculares (mixto) y el otro con granos mas claros (austenita con maclas). Pero además se aprecia que el tercer microconstituyente aparece en mucha mayor proporción que en el caso anterior, parece que se trata de ferrita con grano mas regular que la observada en condiciones de bajo vacío.

En esta muestra el constituyente mixto y la austenita se encuentran claramente en menor proporción que la fase ferrítica. El constituyente mixto presenta precipitación transgranular aislada y las islas de ferrita están afectadas por mayor grado de precipitación en el borde de grano, micrografía nº 32.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 11 Pa – Enfriamiento: Agua

La muestra compactada a menor presión sigue presentado como es de esperar una microestructura similar a la observada en la muestra compactada a mayor presión solo que en este caso es más fácil por el ataque identificar el tercer microconstituyente como ferrita en forma de islas y en forma de granos con disolución parcial en borde de grano. En las micrografías nº 33 y nº 34 se aprecian los dos microconstituyentes fundamentales, el constituyente mixto y la austenita más atacadas y áreas con ataque más débil que podrían ser ferrita. El magnetismo es similar y se sitúa en torno al 50%, FN 50-55.

Compactación: 680 MPa – Vacío: 0,062 Pa – Enfriamiento: Agua

Se aprecian dos zonas microestructuralmente diferentes en proporciones cercanas al 50%. Una de ellas, micrografía nº 35, corresponde a la asociación de constituyente mixto con austenita. Y en segundo lugar las islas de ferrita que tienen su origen en el polvo ferrítico y que presentan mayor grado de precipitación tanto en el borde como en el interior que los granos de austenita. El

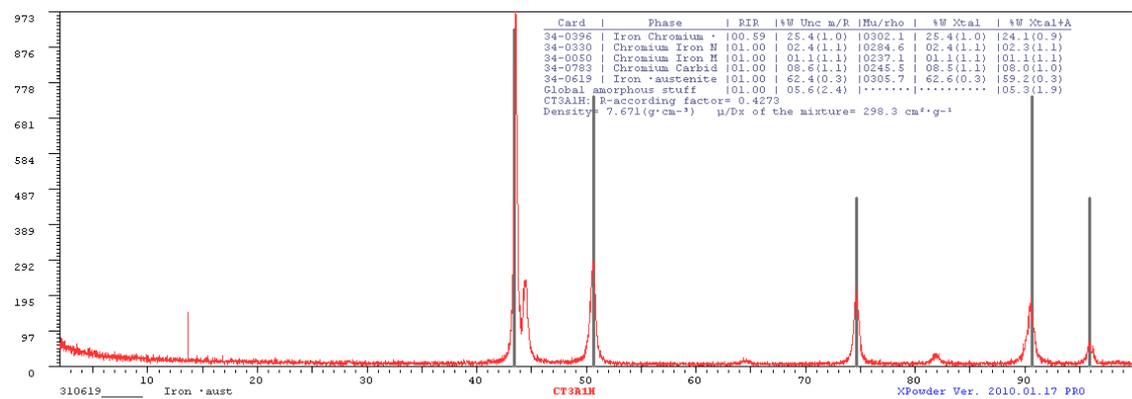
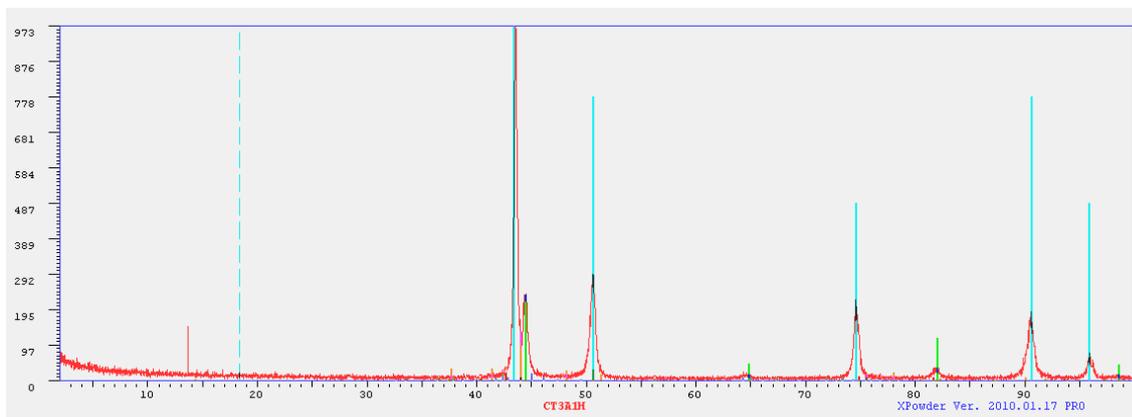
constituyente mixto, micrografía nº 36, presenta precipitación transgranular aislada este se desarrolla a partir del polvo de austenita en la interfase con las islas de ferrita debido a la difusión de los polvos.

Como ya se ha observado para otras composiciones es posible observar el efecto de la alta presión en cuanto al tamaño de los poros y la cantidad (Menor cantidad y menos tamaño cuando sinterizamos en condiciones de alto vacío).

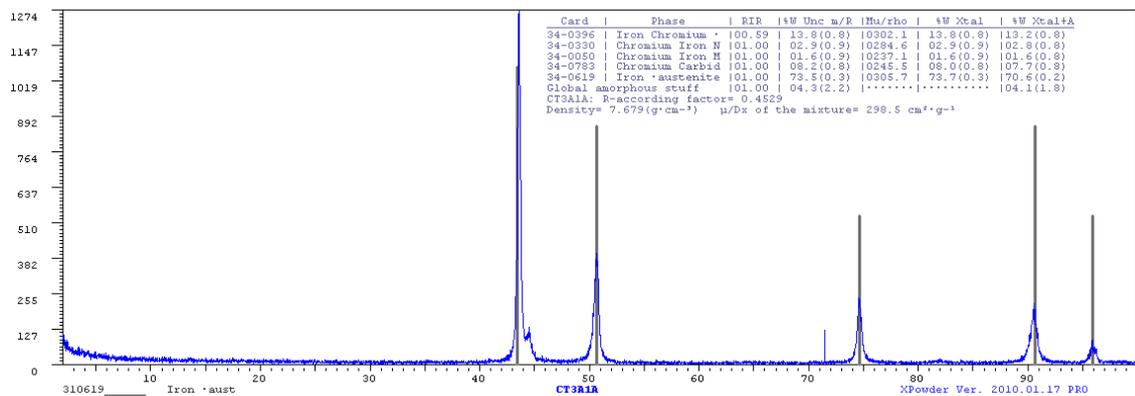
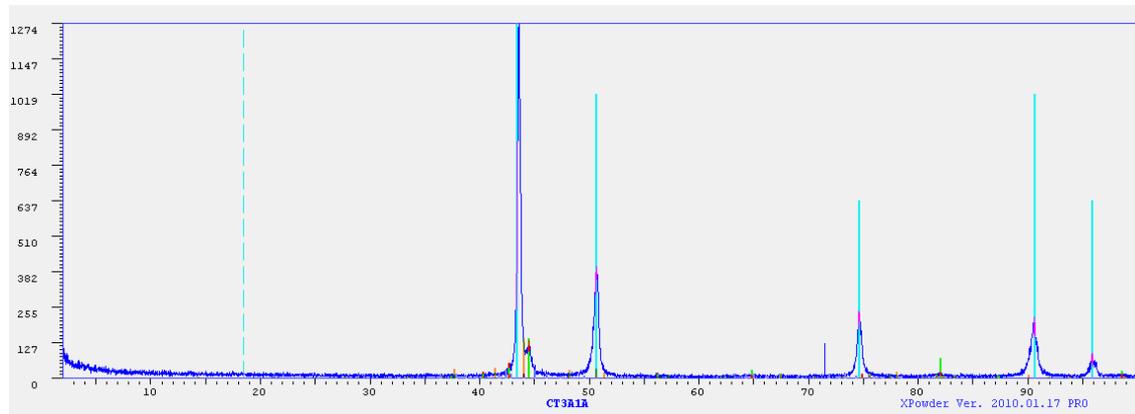
### 6.1.4. OBSERVACIÓN MICROESTRUCTURAL. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

A continuación se exponen los difractogramas obtenidos para las diferentes probetas metálicas sinterizadas en función de su composición química, presión de sinterizado, presión de compactación y modo de enfriamiento desde la temperatura de sinterización.

#### 316 Una Bomba, Bajo Vacío, Alta presión de compactación. Enfriamiento Horno

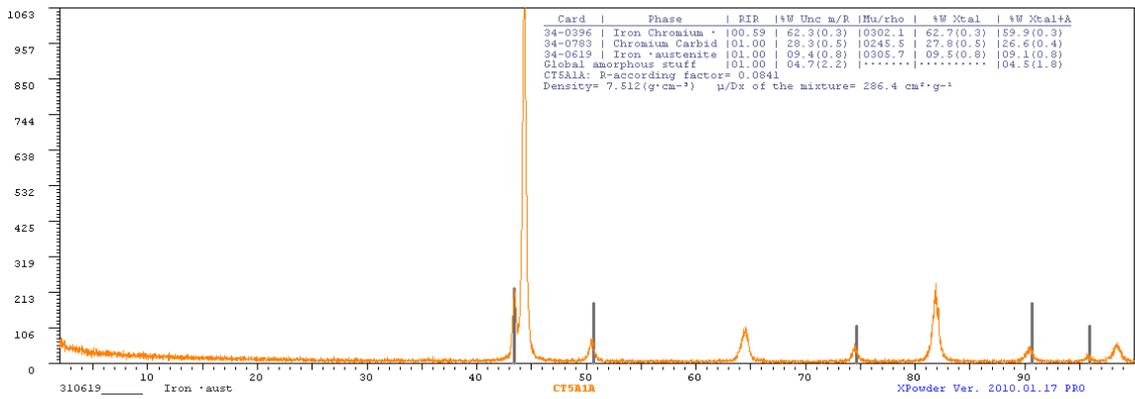
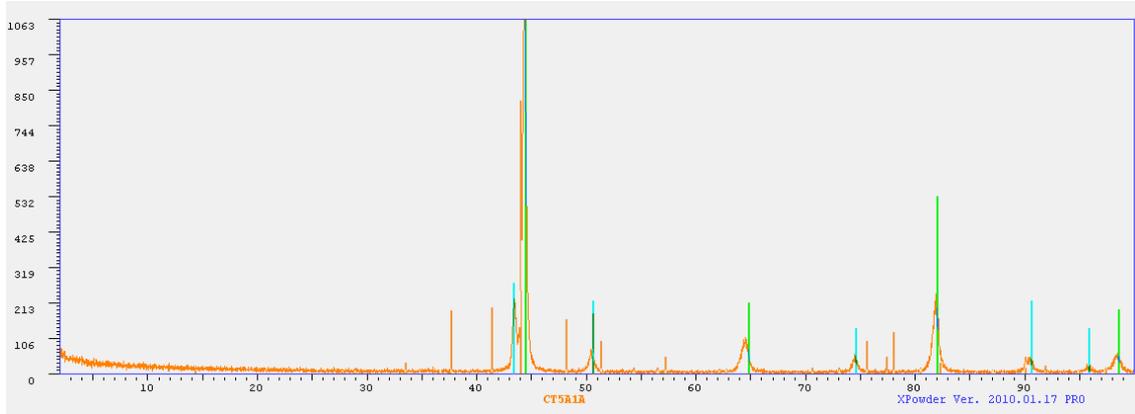


**316 Una Bomba, Bajo Vacío, Alta presión de compactación. Enfriamiento Agua**

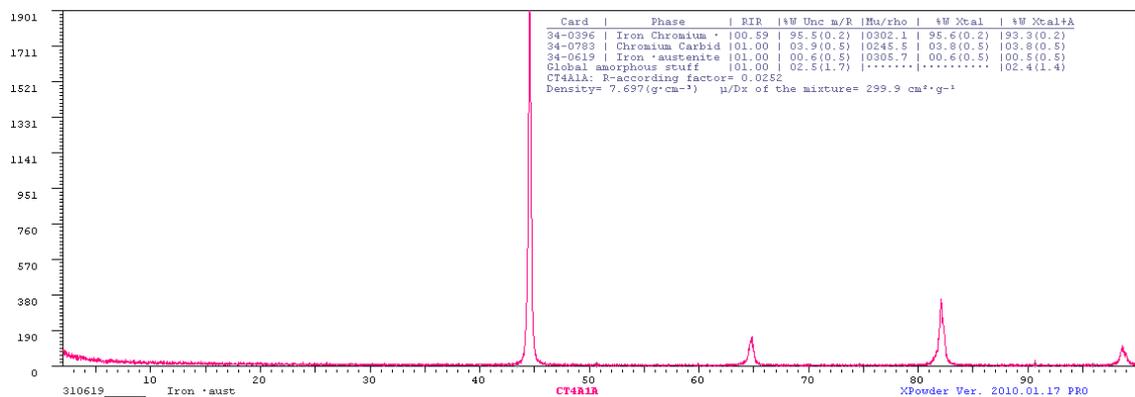
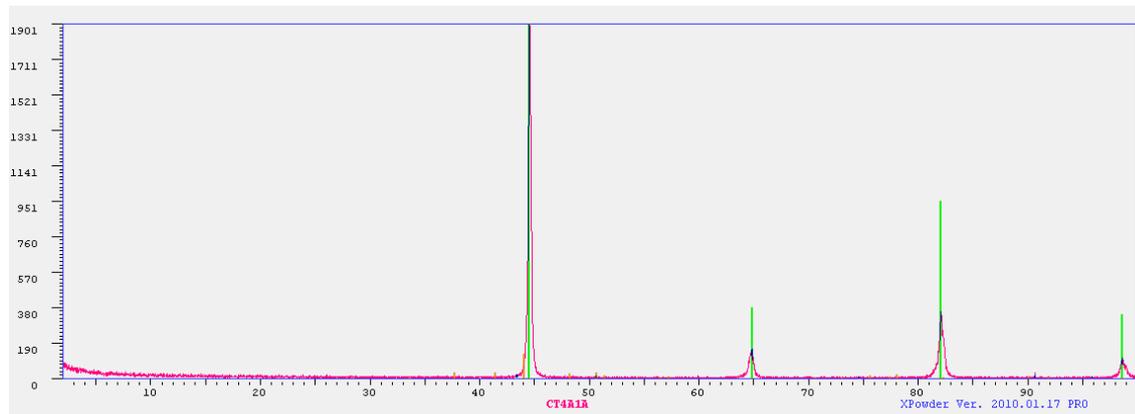


Como podemos apreciar en los difractogramas anteriores si existen diferencias notables entre las dos muestras en función del medio de enfriamiento utilizado. En el caso del acero enfriado en el horno se aprecia un mayor porcentaje de fase ferrítica que es prácticamente residual cuando el acero austenítico se enfría rápidamente en agua- En cuanto al grado de precipitación este es claramente mayor en el caso de la muestra enfriada en el horno, donde hay elevados porcentajes de carburos, 14%, la mayoría del tipo M23C6 y también nitruros aunque en menor proporción, 5%, la mayoría del tipo M2N. En el caso de la muestra enfriada en agua se observan también pequeñas cantidades de nitruros y fase sigma pero disminuye drásticamente la cantidad de carburos de cromo.

### 430 Una Bomba, Bajo Vacío, Alta presión de compactación. Enfriamiento Horno

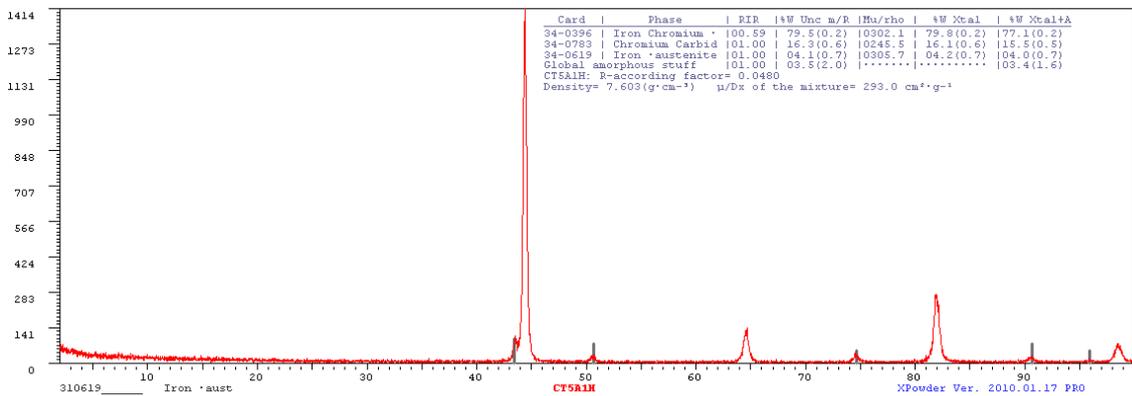
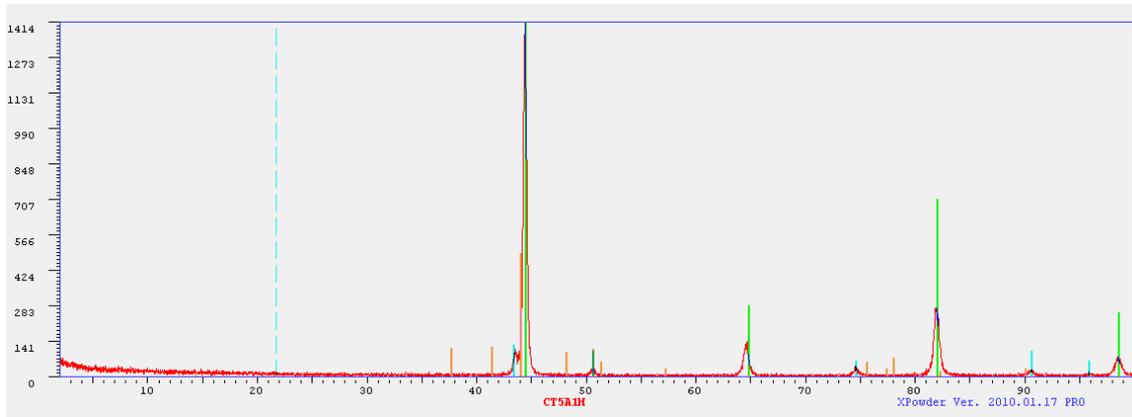


### 430 Una Bomba, Bajo Vacío, Alta presión de compactación. Enfriamiento Agua

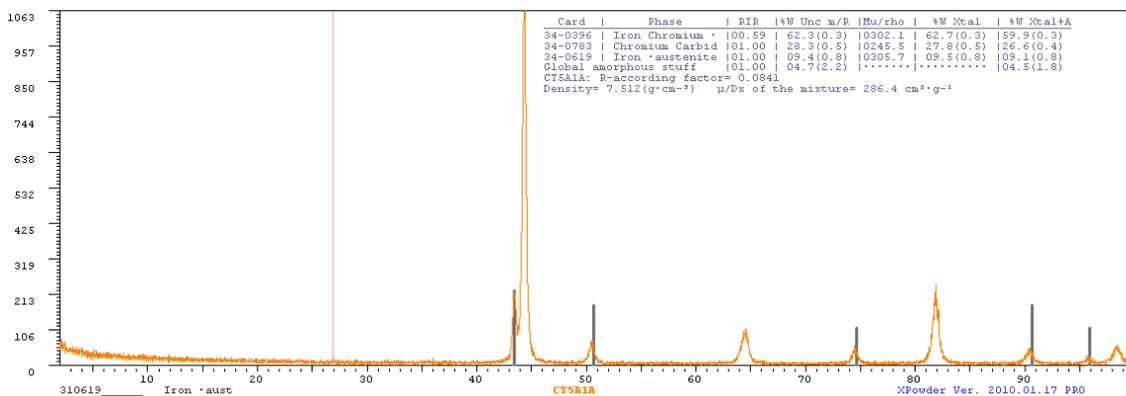
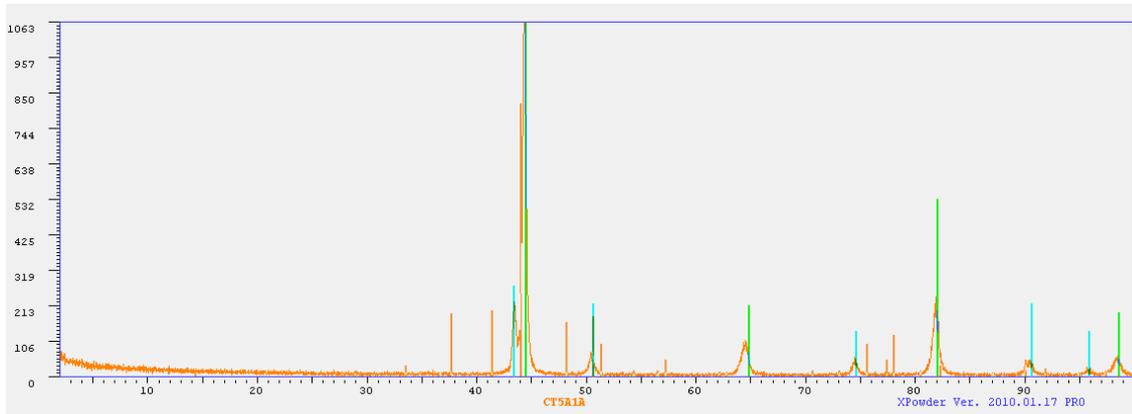


En el caso del acero ferrítico las diferencias entre los dos modos de enfriamiento son menores ya que obviamente los dos están constituidos mayoritariamente por ferrita si bien en el caso de la probeta enfriada en el horno se pude intuir los picos de carburos de cromo en cantidad superior a la que se observa tras el enfriamiento rápido en agua. Dado que estas fases secundarias están lógicamente en cantidades mucho menores que la matriz ferrítica para la determinación precisa de las mismas sería necesario llevar a cabo estudios de difracción de rayos X sobre polvo metálico obtenido a partir de la disolución de las muestras metálicas.

### 50N Una Bomba, Bajo Vacío, Alta presión de compactación. Enfriamiento Horno

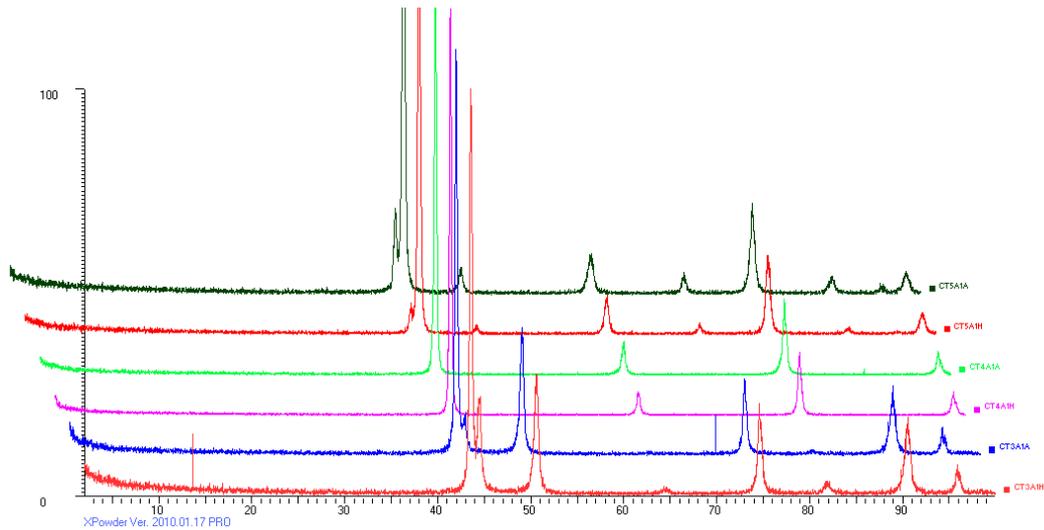


### 50N Una Bomba, Bajo Vacío, Alta presión de compactación. Enfriamiento Agua



Los difractogramas correspondientes nos muestran para la composición dúplex diferencias entre las muestras en función de su velocidad de enfriamiento. Claramente la muestra enfriada en agua posee mayor cantidad de austerita que la muestra enfriada en el horno; aunque en ambos casos la ferrita sigue siendo la fase mayoritaria. A pesar de que hay poca cantidad si se aprecia un mayor contenido en fases intermetálicas tipo carburos y nitruros en la muestra enfriada en el horno.

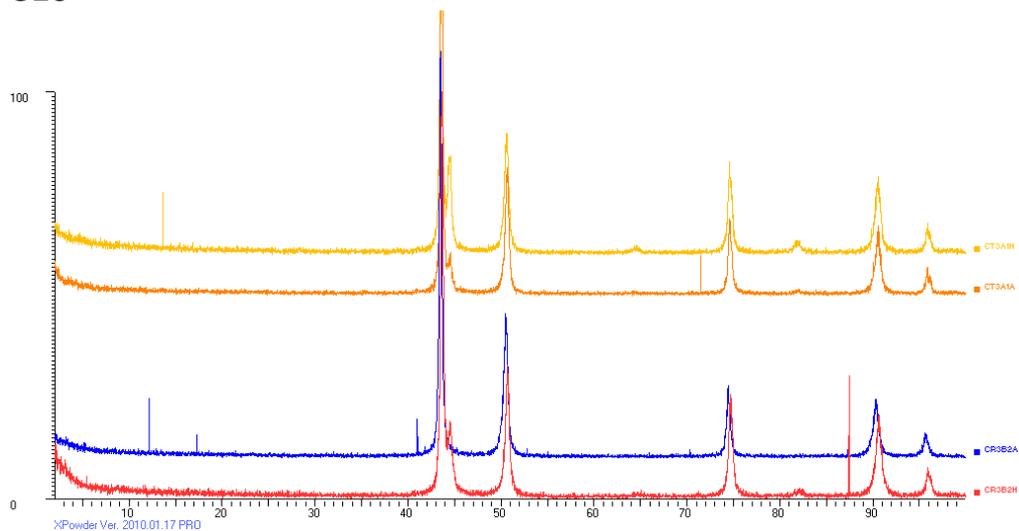
Finalmente y a modo de conclusión se recogen todos los difractogramas correspondientes a las tres composiciones en las dos condiciones de enfriamiento.



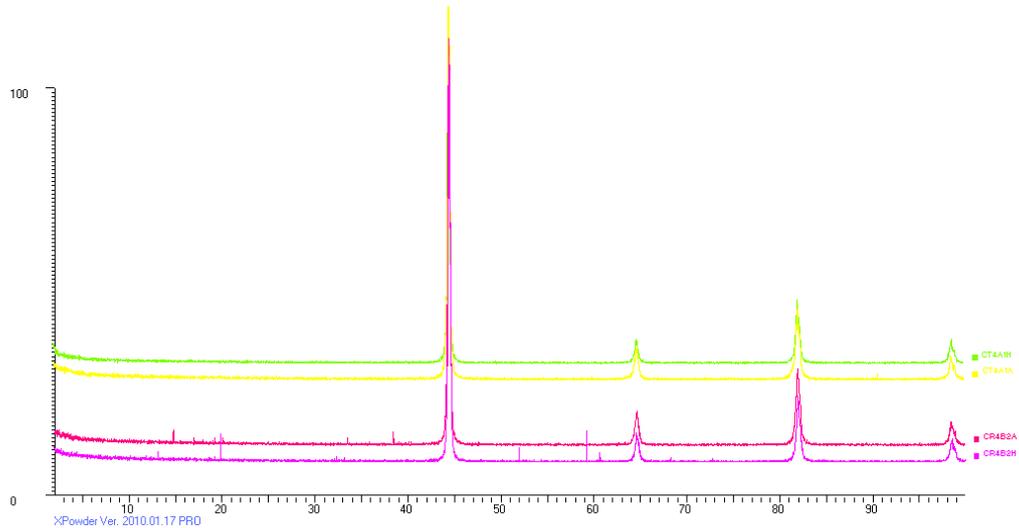
Con el propósito de analizar la influencia que el tipo de vacío empleado en la sinterización pudiera tener en la microestructura básica de la matriz del acero se incluyen los difractogramas de alto y bajo vacío para los aceros base y la composición dúplex. Los dos situados en la parte superior corresponden a las muestras sinterizadas en bajo vacío para los dos medios de enfriamiento agua y horno y los dos de abajo son los análogos en condiciones de alto vacío.

## COMPARATIVO ALTO VACIO BAJO VACIO

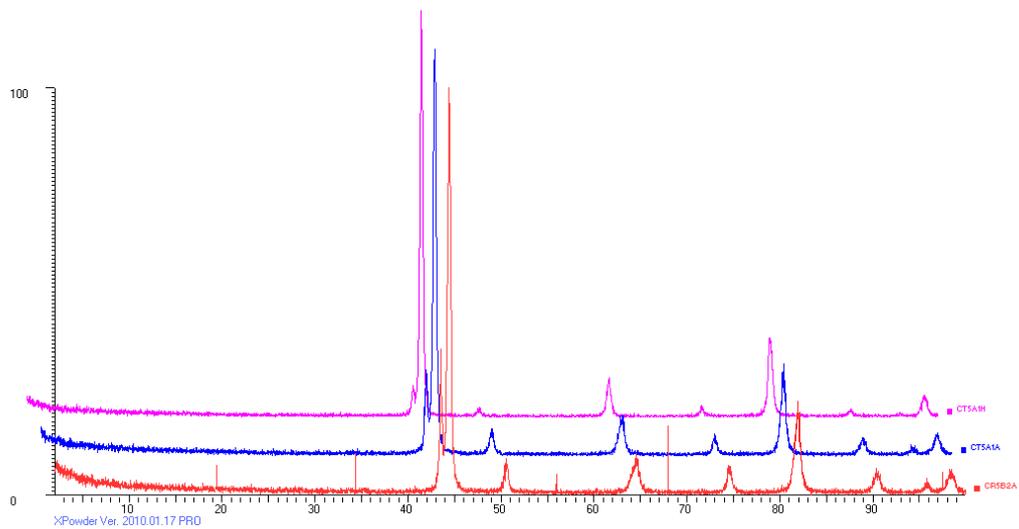
### A. 316



En el caso del acero austenítico el uso de alto vacío hace que desaparezca toda la ferrita tras el enfriamiento rápido en agua. Es también la muestra que presenta total ausencia de fases secundarias.

**B. 430**

Todas las condiciones de sinterización dan lugar a una misma microestructura claramente ferrítica y pequeñas cantidades de fases secundarias con picos más claros para las muestras enfriadas en el horno.

**C. 50N**

Podemos observar como la ferrita es la fase mayoritaria para cualquier condición de sinterización si bien es cierto que el pico de la austenita es más intenso cuando se sinteriza con el uso de bomba rotativa y se enfría en agua (difractograma rojo).

## 6.2. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA. ENSAYO DE TRACCIÓN

En este apartado se analiza el comportamiento mecánico de los aceros inoxidable pulvimetalúrgicos mediante el ensayo de tracción. Se estudian los dos aceros base, acero austenítico y ferrítico y la composición dúplex 50/50. Se analizan las diferentes variables de estudio referentes a el proceso de compactación y sinterizado. Así se analiza el efecto de la presión de compactado, de la presión de vacío y el proceso de enfriamiento tras la sinterización a 1250°C durante una hora. Esta última variable influye decisivamente en la microestructura de los materiales y por tanto previsiblemente condicionará su comportamiento mecánico.

Analizamos en primer término el efecto de la presión de compactación; para este estudio se ha seleccionado el enfriamiento lento en horno como modo de enfriamiento fundamental. A continuación analizamos la influencia de la presión de compactación tanto para las probetas enfriadas en horno como en agua y observamos la importancia del modo de enfriamiento desde la temperatura de sinterización. Por último analizamos la influencia de la composición química.

Los resultados que aquí se muestran son los seleccionados a partir de varios ensayos de tracción realizados sobre los distintos tipos de materiales en las distintas condiciones de procesado y una vez que se ha constatado una aceptable reproducibilidad en los mismos. No obstante debemos tener en cuenta que se trata de probetas pulvimetalúrgicas y por tanto los poros y cualquier otro defecto extrínseco de las piezas afecta de modo decisivo al comportamiento mecánico del material al actuar como centro de concentración de tensiones y originando la fractura catastrófica. Todos los materiales tendrán por tanto un comportamiento netamente frágil. Todo ello debe ser considerado a la hora de obtener las conclusiones oportunas sobre los resultados del ensayo.

## A-Influencia de la presión de compactación

### Enfriamiento en horno.

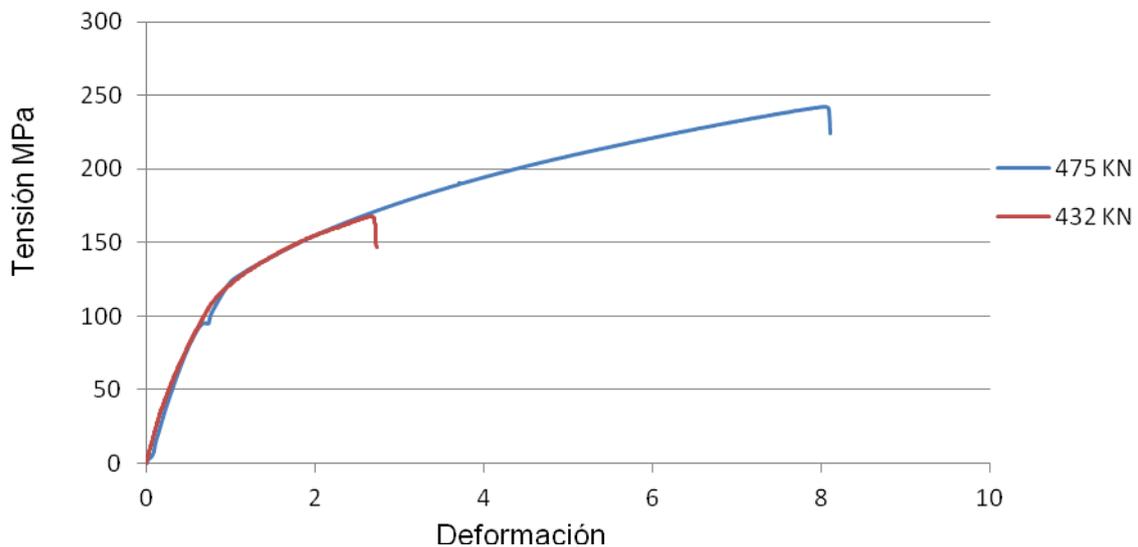
A continuación se muestran gráficamente algunos de los resultados del ensayo de tracción mediante los diagramas tensión-deformación correspondiente a los aceros base y a la composición dúplex obtenidos para una presión de vacío de 11 Pa primero y para una presión de vacío de 0,062 Pa después. La variable será la presión de compactación de 475 y 432 KN. Todos ellos han sido enfriados lentamente en horno.

### Influencia presión de compactación

Material: 316L

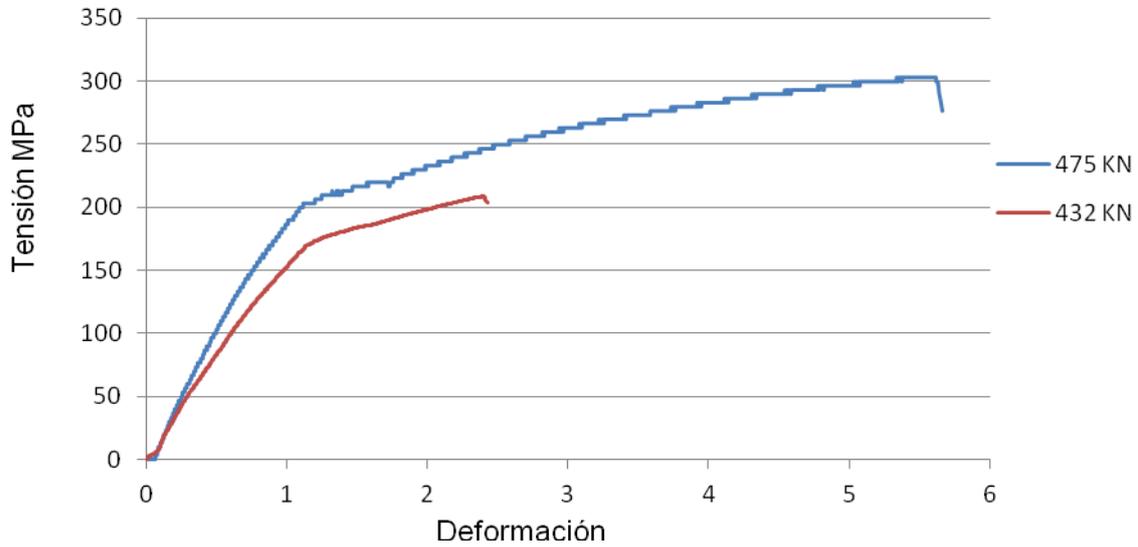
Presión de vacío: 11 Pa

Enfriamiento: Horno



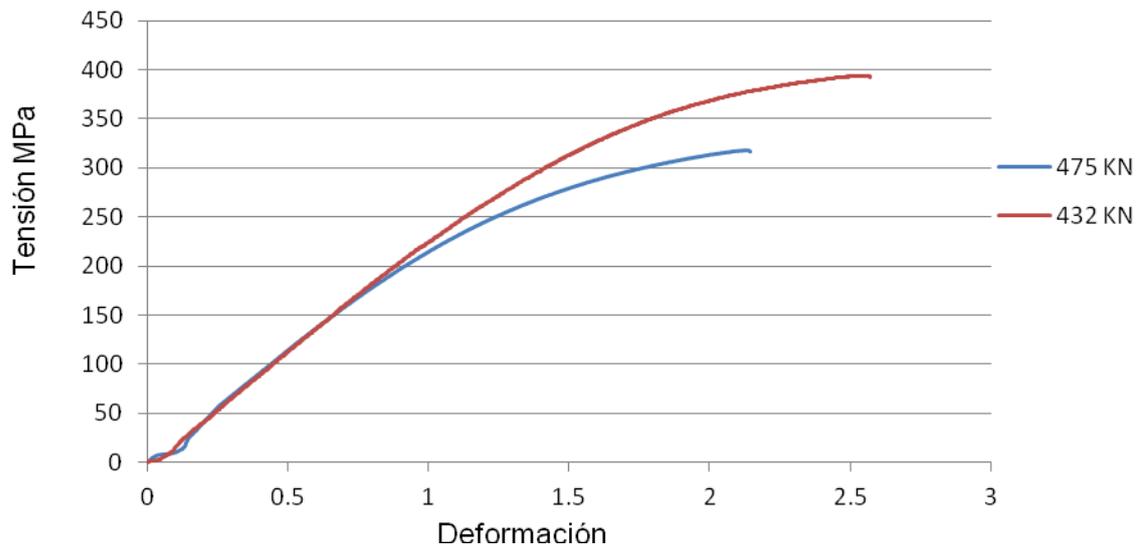
**Influencia presión de compactación**

Material: 430L  
 Presión de vacío: 11 Pa  
 Enfriamiento: Horno



**Influencia presión de compactación**

Material: 50/50  
 Presión de vacío: 11 Pa  
 Enfriamiento: Horno



A la vista de los resultados es claro el efecto diferencial que la presión de compactación tiene en el comportamiento tensión deformación por una parte para los aceros base y por otra para los aceros dúplex. En el caso de los aceros base, tanto el aceros inoxidable austenítico como ferrítico muestran un comportamiento mucho más frágil cuando son compactados a menor presión lo que sin duda debe

relacionarse con la mayor porosidad de estas muestras cuando se compactan a 43KN. En ambos casos la resistencia mecánica es también mucho menor cuando las muestras se compactan a menor presión; se reduce una tercera parte en el caso del acero ferrítico y algo menos en el caso del acero austenítico. Por tanto para ambos aceros queda claramente expuesto la mejora que la mayor presión de compactación ejerce en el comportamiento mecánico del material.

En el caso del acero dúplex obtenido a partir de mezclas de acero base el comportamiento mecánico es similar para las dos presiones de compactación e incluso en este caso la probeta compactada a menor presión presenta mejor comportamiento mecánico que la compactada a 475KN aunque las diferencias son poco significativas.

### Enfriamiento en agua.

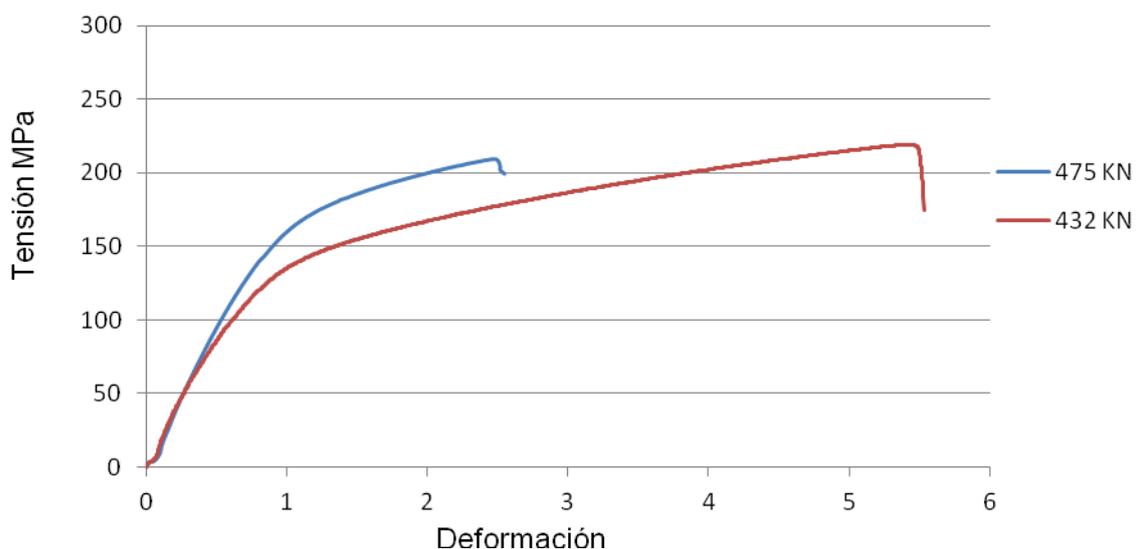
A continuación se muestran gráficamente algunos de los resultados del ensayo de tracción mediante los diagramas tensión-deformación correspondiente a los aceros base y a la composición dúplex obtenidos para una presión de vacío de 11 Pa primero y para una presión de vacío de 0,062 Pa después. La variable será la presión de compactación de 475 y 432 KN. Todos ellos han sido enfriados rápidamente en agua.

#### Influencia presión de compactación

Material: 316L

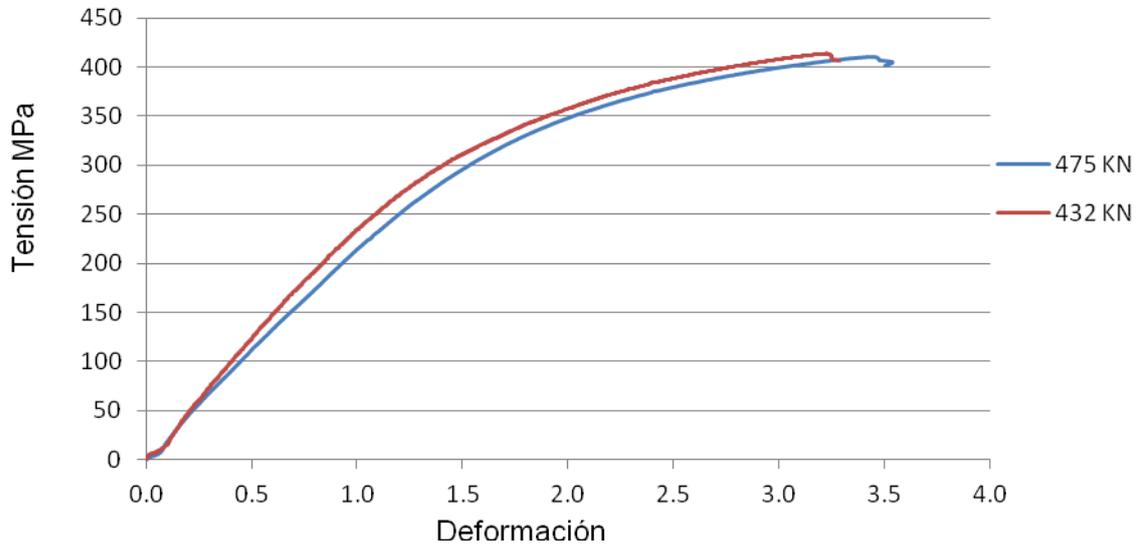
Presión de vacío: 11 Pa

Enfriamiento: Agua



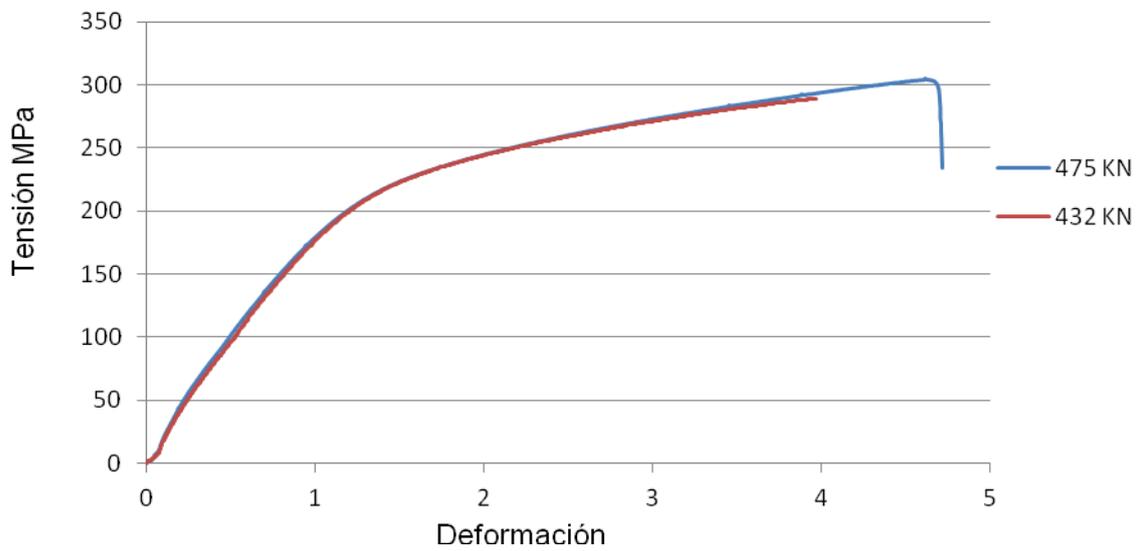
**Influencia presión de compactación**

Material: 50/50  
 Presión de vacío: 11 Pa  
 Enfriamiento: Agua



**Influencia presión de compactación**

Material: 316L  
 Presión de vacío: 0,062 Pa  
 Enfriamiento: Agua

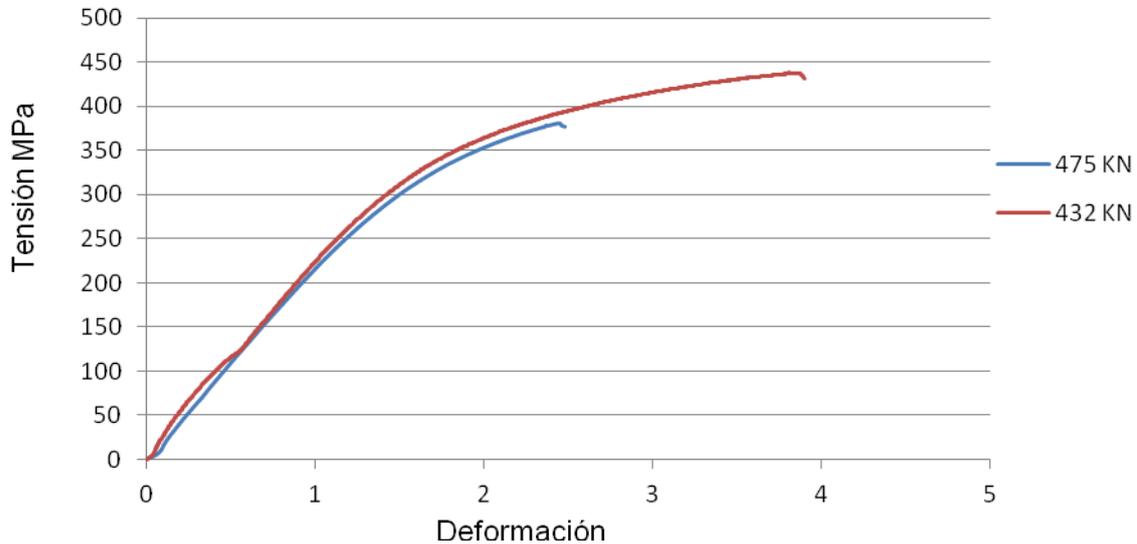


### Influencia presión de compactación

Material: 50/50

Presión de vacío: 0,062 Pa

Enfriamiento: Agua



A la vista de los resultados mecánicos obtenidos para el acero austenítico y dúplex podemos concluir que en el caso del enfriamiento rápido en agua la presión de compactación no es una variable importante. Se observa para ambas composiciones que en las dos condiciones de vacío que la resistencia mecánica y la ductilidad del material es similar para las dos presiones de compactación e incluso en algunos casos la muestra compactada a menor presión presenta un comportamiento mecánico superior a la compactada a 475KN como ya se observaba en la composición dúplex enfriada en horno.

Los resultados también permiten observar que la composición y la presión de vacío durante la sinterización sí que influyen de forma decisiva en el comportamiento mecánico de las probetas pulvimetalúrgicas enfriadas en agua con lo que procedemos a continuación a analizar estas dos variables.

## B-Influencia de la presión de vacío

### Enfriamiento en horno.

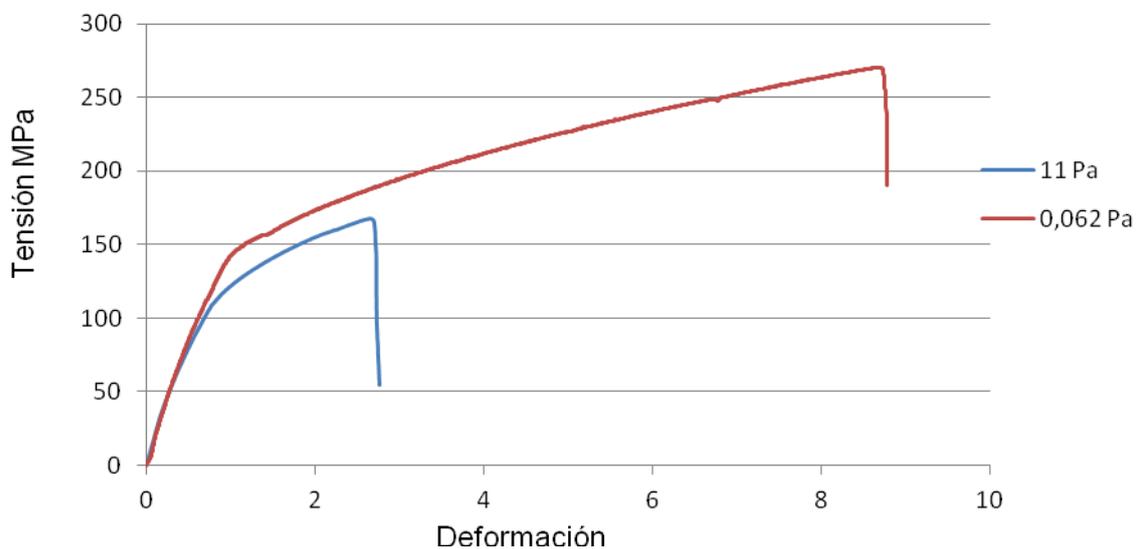
A continuación se muestran gráficamente algunos de los resultados del ensayo de tracción mediante los diagramas tensión-deformación correspondiente a los aceros base y a la composición dúplex obtenidos para una presión de compactación de 475 MPa primero y para una presión de compactación de 432 MPa después. La variable será la presión de vacío de 11Pa y 0,062 Pa. Todos ellos han sido enfriados lentamente en horno.

### Influencia presión de vacío

Material: 316L

Presión de compactación: 432 kN

Enfriamiento: Horno

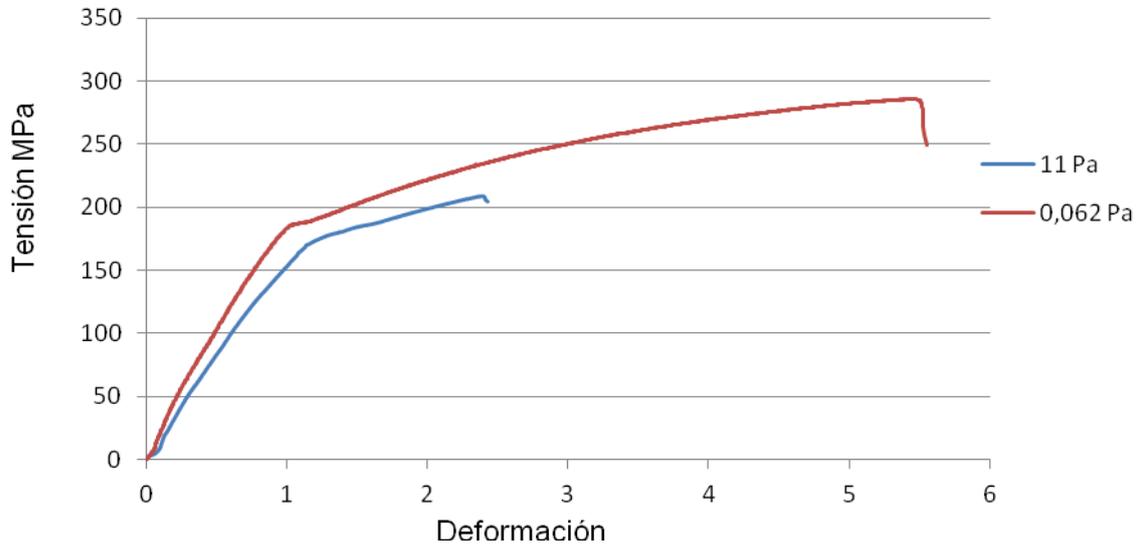


### Influencia presión de vacío

Material: 430L

Presión de compactación: 432 kN

Enfriamiento: Horno



A la vista de los resultados obtenidos podemos concluir que el efecto de la presión de sinterizado es muy importante en los materiales base enfriados a baja velocidad. Tanto en el acero austenítico como en el ferrítico se observa claramente que las probetas que se han sinterizado en condiciones de alto vacío a 0.062 Pa tienen mejor comportamiento mecánico que las que se han sinterizado únicamente con la bomba rotativa. La resistencia mecánica en el caso del acero austenítico se incrementa en un 60% y en el caso del acero ferrítico algo menos en torno al 35%. La capacidad de deformación es mucho mayor también en el caso de las muestras conformadas.

### Enfriamiento en agua.

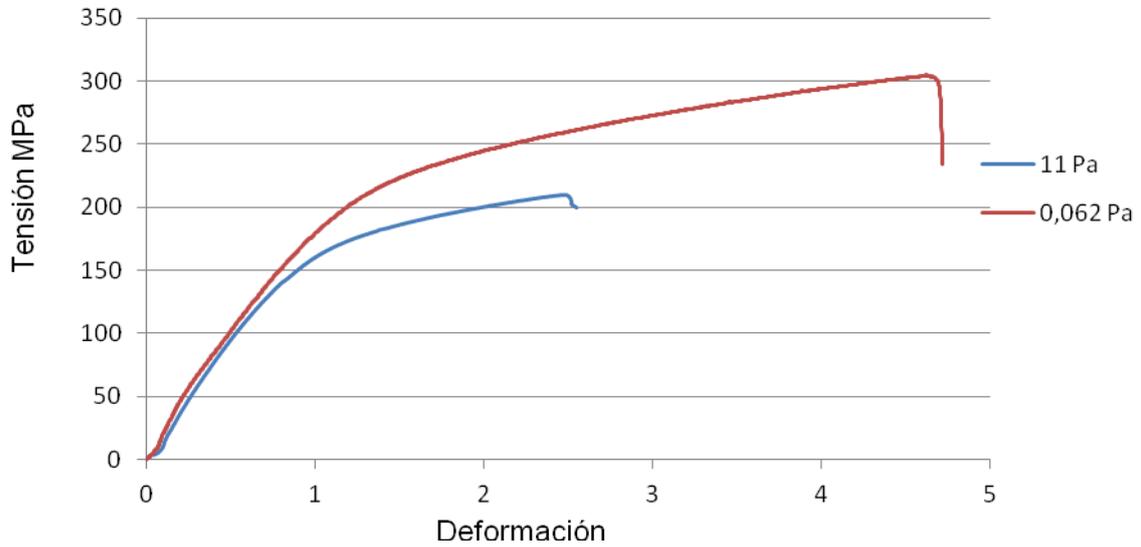
A continuación se muestran gráficamente algunos de los resultados del ensayo de tracción mediante los diagramas tensión-deformación correspondiente a los aceros base y a la composición dúplex obtenidos para una presión de compactación de 475 MPa primero y para una presión de compactación de 432 MPa después. La variable será la presión de vacío de 11 Pa y 0,062 Pa. Todos ellos han sido enfriados rápidamente en agua.

**Influencia presión de vacío**

Material: 316L

Presión de compactación: 475 kN

Enfriamiento: Agua

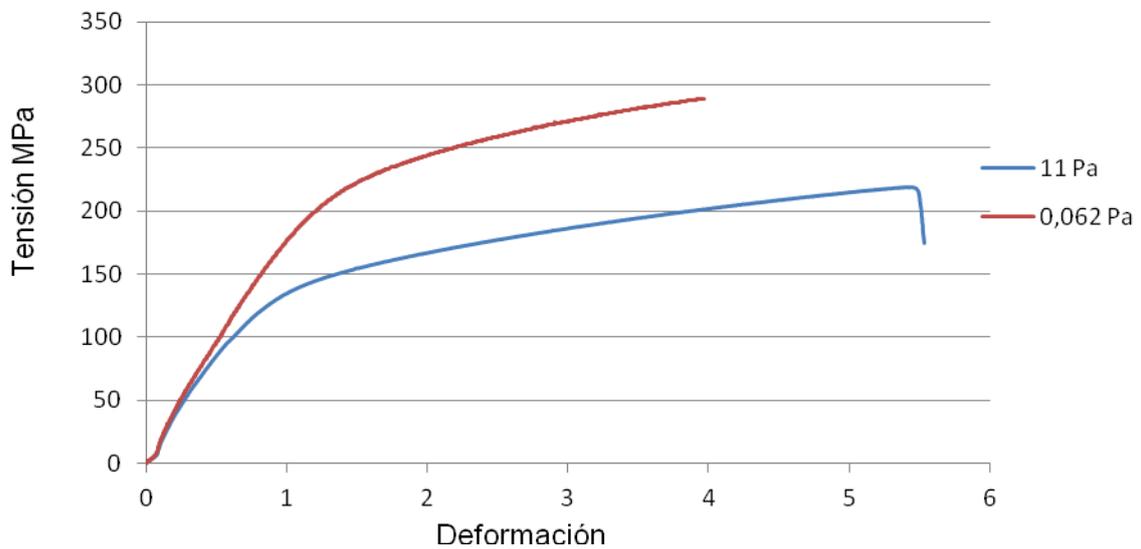


**Influencia presión de vacío**

Material: 316L

Presión de compactación: 432 kN

Enfriamiento: Agua

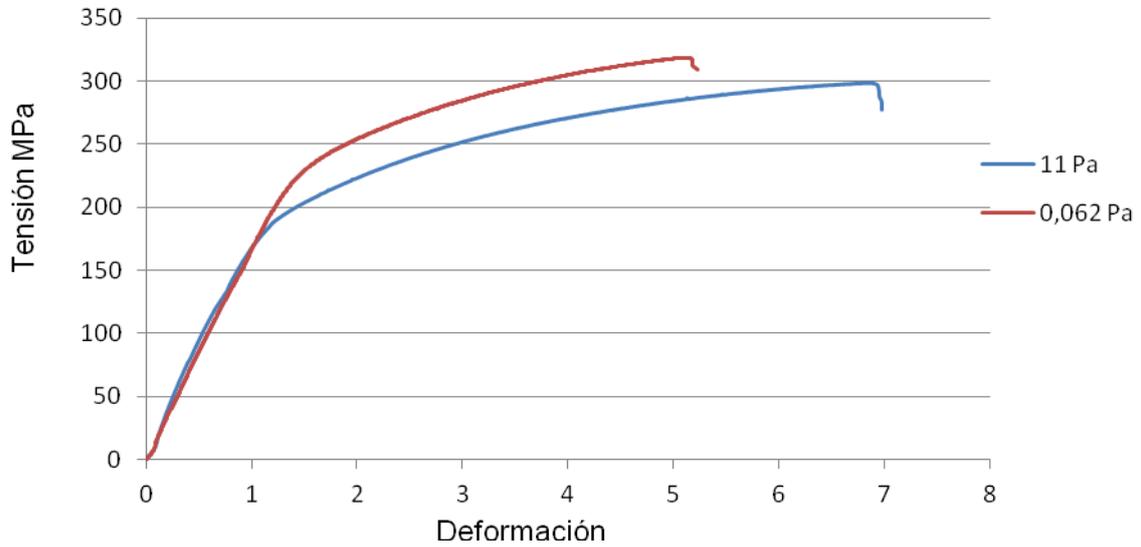


**Influencia presión de vacío**

Material: 430L

Presión de compactación: 432 kN

Enfriamiento: Agua

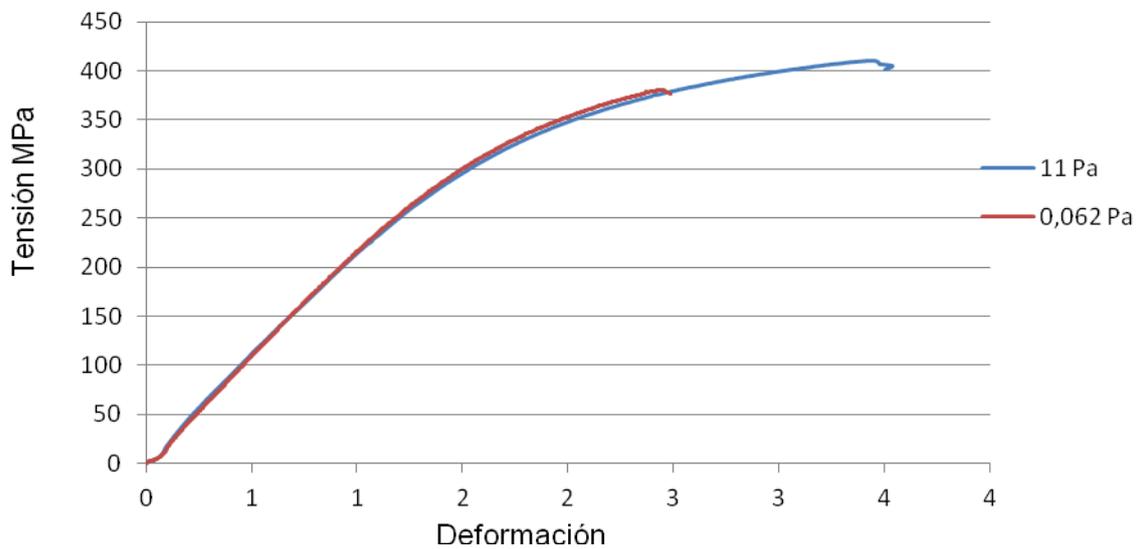


**Influencia presión de vacío**

Material: 50/50

Presión de compactación: 475 kN

Enfriamiento: Agua

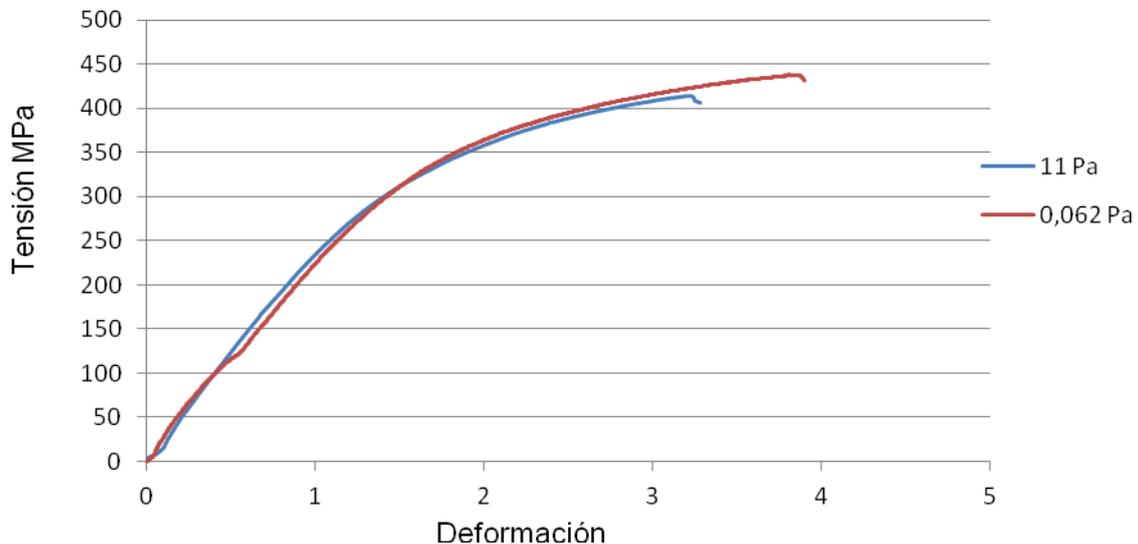


### Influencia presión de vacío

Material: 50/50

Presión de compactación: 432 kN

Enfriamiento: Agua



A la vista de los resultados obtenidos podemos concluir que tras el enfriamiento en agua sigue manteniéndose la misma tendencia que se observaba en las muestras enfriadas lentamente en el horno, en general, presentan mejor comportamiento mecánico las muestras sinterizadas en condiciones de alto vacío, si bien en este caso las diferencias son menos significativas y son función de la composición de los polvos utilizados y también de la presión de compactación.

En el caso del acero austenítico se cumple que la resistencia mecánica es claramente superior en las muestras sinterizadas en alto vacío para las dos presiones de compactación utilizadas si bien en el caso de la muestra más compacta se aprecia además un comportamiento más dúctil para la muestra conformada a 0.062 Pa. En el caso del acero ferrítico también la resistencia mecánica es superior en la muestra sinterizada en alto vacío pero la ductilidad es similar para las dos condiciones de sinterización. Por último, en el caso del acero dúplex no hay apenas diferencias ni en carga ni en deformación entre las dos condiciones de sinterización para las dos presiones de compactación utilizadas. Teniendo en cuenta que además es esta composición la que claramente origina mayores datos de resistencia mecánica sin que exista merma de ductilidad respecto a los aceros base cuando se utiliza el inducimiento por temple desde la temperatura de sinterización.

## C-. Influencia del tipo de enfriamiento

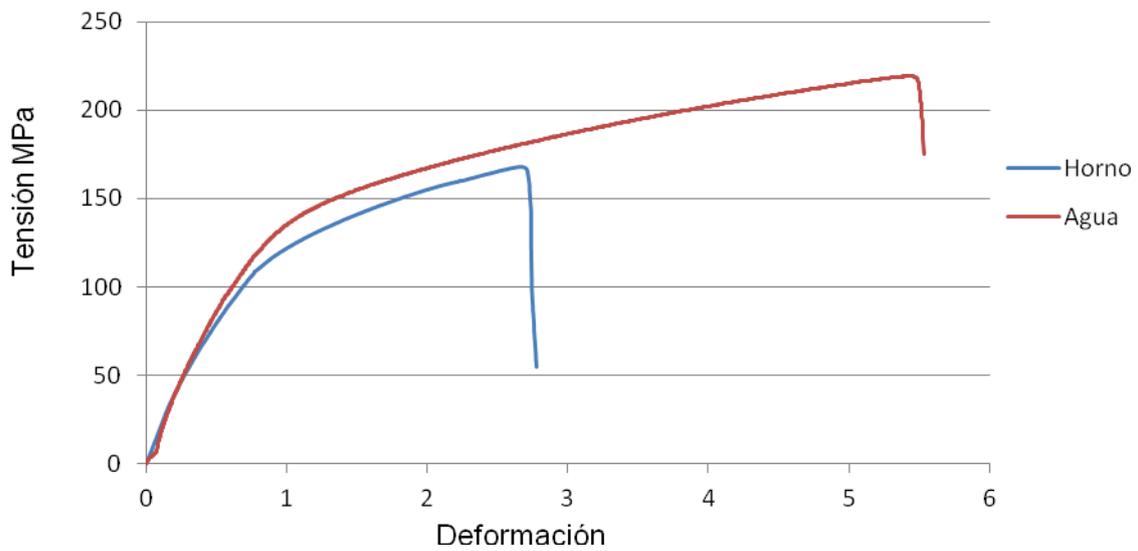
A continuación se muestran gráficamente el resultado del ensayo de tracción mediante los diagramas tensión-deformación correspondiente a los aceros base y a la composición dúplex obtenidos para una presión de compactación de 432 MPa y una presión de vacío de 11 Pa. La variable será el tipo de enfriamiento.

### Influencia del tipo de enfriamiento

Material: 316L

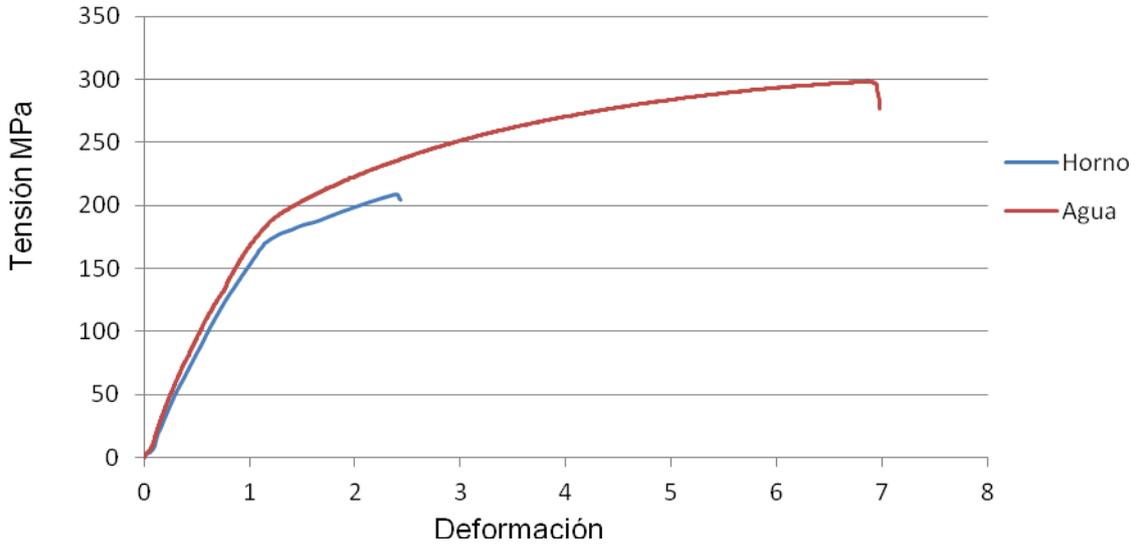
Presión de compactación: 432 kN

Presión de vacío: 11 Pa



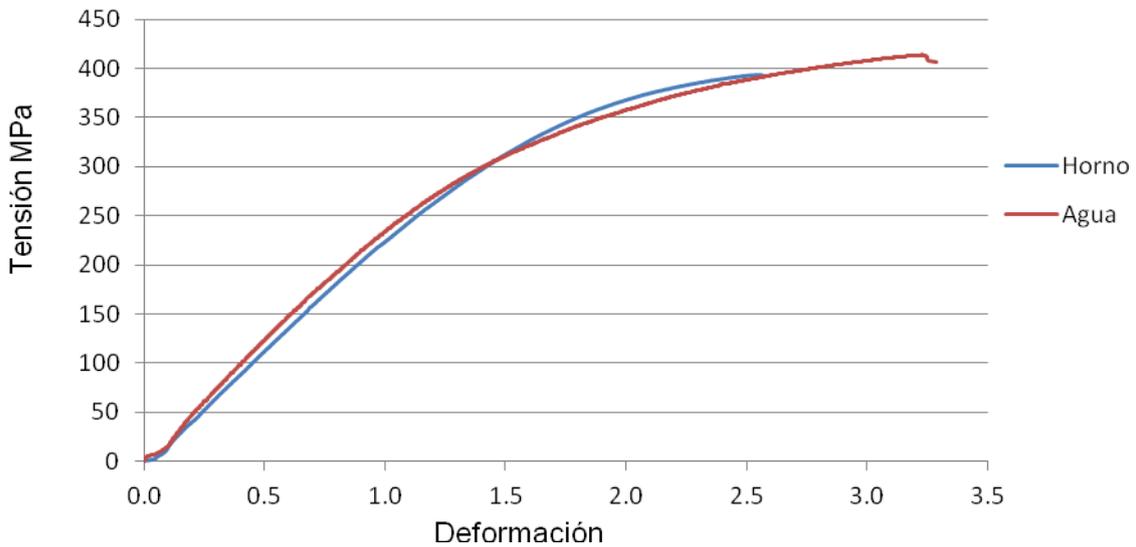
**Influencia del tipo de enfriamiento**

Material: 430L  
 Presión de compactación: 432 kN  
 Presión de vacío: 11 Pa



**Influencia del tipo de enfriamiento**

Material: 50/50  
 Presión de compactación: 432 kN  
 Presión de vacío: 11 Pa



La influencia del modo de enfriamiento en el comportamiento mecánico es claramente diferente para los aceros base y los acero dúplex. En el caso de los aceros base, tanto para el acero austenítico como para el ferrítico el enfriamiento en agua supone una notable ventaja en el comportamiento

mecánico del material, se consigue a la vez que un notable aumento de la resistencia mecánica también se aprecia un importante incremento de la ductilidad.

Sin embargo en el caso del acero dúplex el modo de enfriamiento apenas influye en el comportamiento del material a tracción obteniéndose no obstante mayor resistencia mecánica y ductilidad en la muestra enfriada en el agua pero las diferencias con el enfriamiento lento son menos acusadas que para los aceros base. Por tanto el enfriamiento en agua es el que da lugar a mejor comportamiento mecánica siendo especialmente recomendable para los aceros base.

## D-. Comparación entre materiales

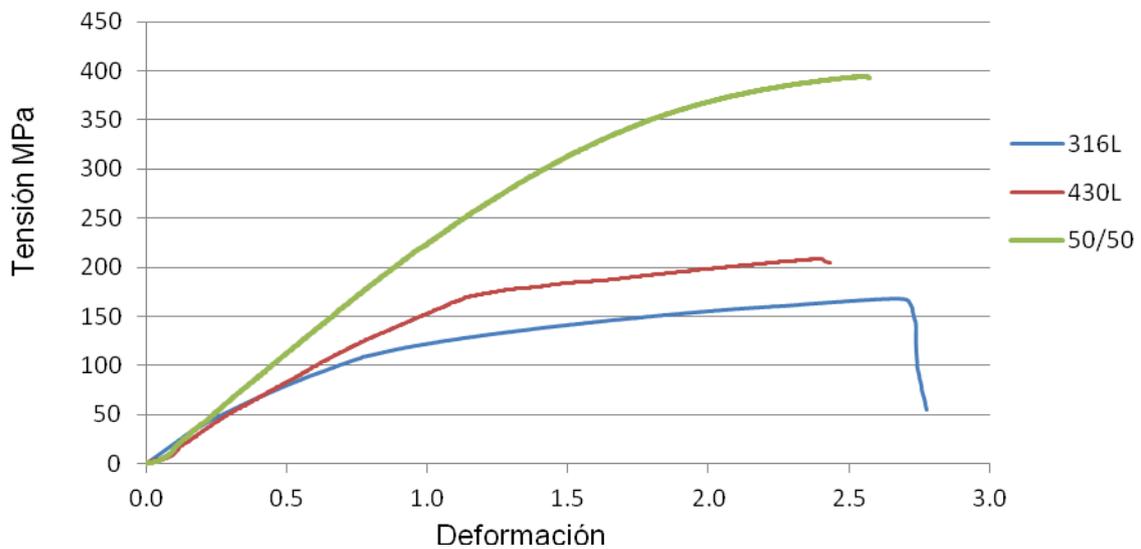
A continuación se muestran gráficamente el resultado del ensayo de tracción mediante los diagramas tensión-deformación correspondiente a los aceros base y a la composición dúplex obtenidos para una presión de compactación de 432 MPa y una presión de vacío de 11 Pa. Primero se muestra el enfriamiento en horno y después en agua. La variable será el tipo de material.

### Influencia del material

Presión de compactación: 432 kN

Presión de vacío: 11 Pa

Enfriamiento: Horno

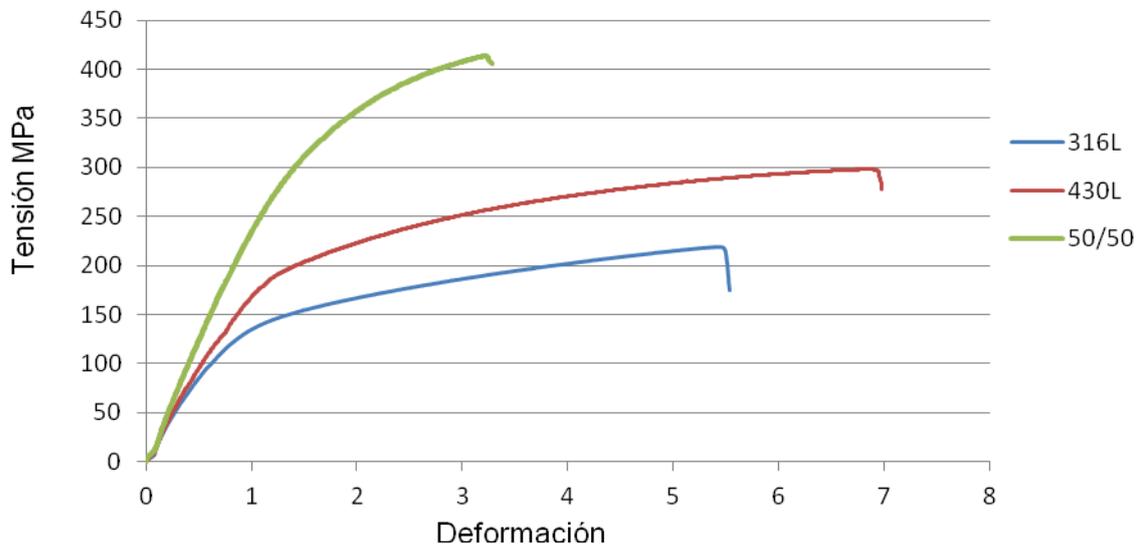


### Influencia del material

Presión de compactación: 432 kN

Presión de vacío: 11 Pa

Enfriamiento: Agua



Como ya se ha ido comentando a lo largo de este apartado es la composición dúplex la que da lugar a mayor resistencia mecánica para cualesquier condición de compactado, sinterización y modo de enfriamiento. En el caso de las muestras enfriadas lentamente se obtiene resistencia mecánica de casi el doble que la de los aceros base sin que se origine ninguna merma de ductilidad, sino que al contrario la ductilidad es incluso más alta.

En el caso del enfriamiento en agua el acero fabricado a partir de mezcla de polvos ferríticos y austeníticos es el que muestra mejor comportamiento mecánico especialmente en lo relativo a la resistencia mecánica si bien la ductilidad es menor, probablemente la formación de martensita en el constituyente mixto justifique esta pérdida de ductilidad. En el caso de los aceros base se observa mejor comportamiento mecánico tras el enfriamiento en agua, el acero austenítico es el que presenta menor resistencia mecánica que el acero ferrítico para ambas condiciones de enfriamiento,

## D-. TABLAS DE RESULTADOS

A continuación se incluyen a modo de tabla y en términos comparativos los datos de todos los ensayos de tracción realizados.

	Tipo de polvo	Carga de compactación (KN)	Presión de vacío (Pa)	$\sigma_r$ MPa	Ductilidad (%)
<b>Enfriamiento en el horno</b>					
1	316L	475	11	242,2	32.45
2	316L	475	0,062	-	
3	316L	432	11	167,7	11.10
4	316L	432	0,062	270,5	35.14
5	430L	475	11	303,3	22.63
6	430L	475	0,062	-	
7	430L	432	11	208,3	9.73
8	430L	432	0,062	286	22.19
9	50/50	475	11	317,7	8.58
10	50/50	475	0,062	-	
11	50/50	432	11	394,2	10.29
12	50/50	432	0,062	-	
<b>Enfriamiento en agua</b>					
13	316L	475	11	209,7	10.20
14	316L	475	0,062	305	18.89
15	316L	432	11	219,33	22.15
16	316L	432	0,062	289,2	15.87
17	430L	475	11	-	
18	430L	475	0,062	-	
19	430L	432	11	298,7	27.93
20	430L	432	0,062	318,7	20.90
21	50/50	475	11	411,2	14.14
22	50/50	475	0,062	381	9.94
23	50/50	432	11	413,8	13.14
24	50/50	432	0,062	438,3	15.62

A la vista de los resultados podemos concluir que la presión de compactación es una variable influyente en el comportamiento mecánico de los aceros base enfriados lentamente, mejora cuando los polvos se compactan a mayor presión. Sin embargo para el acero dúplex enfriado en el horno o para cualquier muestra enfriada en agua la resistencia mecánica es similar para las dos presiones de compactación. Para todas las composiciones y los dos modos de enfriamiento se observa un incremento de resistencia mecánica en las muestras sinterizadas en atmósfera de alto vacío. El enfriamiento en agua es aconsejable para cualquier composición siendo especialmente útil para los aceros austeníticos y ferríticos. Finalmente la composición dúplex 50/50 fabricada a partir de polvos

ferríticos y austeníticos es la que presenta mejor comportamiento mecánico para cualquier condición de procesado en vacío.

### **6.3. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA. ENSAYO DE DUREZA**

En este apartado se analiza el comportamiento mecánico de los aceros inoxidables pulvimetalúrgicos mediante los resultados del ensayo de macrodureza Vickers. Se estudian los dos aceros base: acero austenítico tipo AISI 316L y acero ferrítico tipo AISI 430L y la composición dúplex 50/50. Se analizan las diferentes variables de estudio referentes al proceso de compactación y sinterizado. Así se analiza el efecto de la presión de compactado, de la presión de vacío y del proceso de enfriamiento tras la sinterización a 1250°C durante una hora.

Los siguientes resultados muestran los valores de macrodureza Vickers obtenidos al realizar 4 ensayos sobre el cuerpo de la probeta y realizar la media aritmética de todos ellos.

	Tipo de polvo	Carga de compactación (KN)	Presión de vacío (Pa)	Macrodureza Vickers	Desviación Estándar
<b>Enfriamiento en el horno</b>					
1	316L	475	11	73,2	3.657
2	316L	475	0,062	-	
3	316L	432	11	62,3	4.620
4	316L	432	0,062	55,1	3.072
5	430L	475	11	90,6	2.390
6	430L	475	0,062	-	
7	430L	432	11	85,5	2.597
8	430L	432	0,062	103,6	2.681
9	50/50	475	11	135,92	3.880
10	50/50	475	0,062	-	
11	50/50	432	11	128	3.323
12	50/50	432	0,062	-	
<b>Enfriamiento en agua</b>					
13	316L	475	11	78,07	5.764
14	316L	475	0,062	108,4	5.513
15	316L	432	11	88,4	4.317
16	316L	432	0,062	116,5	3.28
17	430L	475	11	109,3	4.128
18	430L	475	0,062	-	
19	430L	432	11	100,8	4.167
20	430L	432	0,062	116,07	4.332
21	50/50	475	11	142,14	5.663
22	50/50	475	0,062	171,6	3.432
23	50/50	432	11	153,43	3.222
24	50/50	432	0,062	168,45	2.872

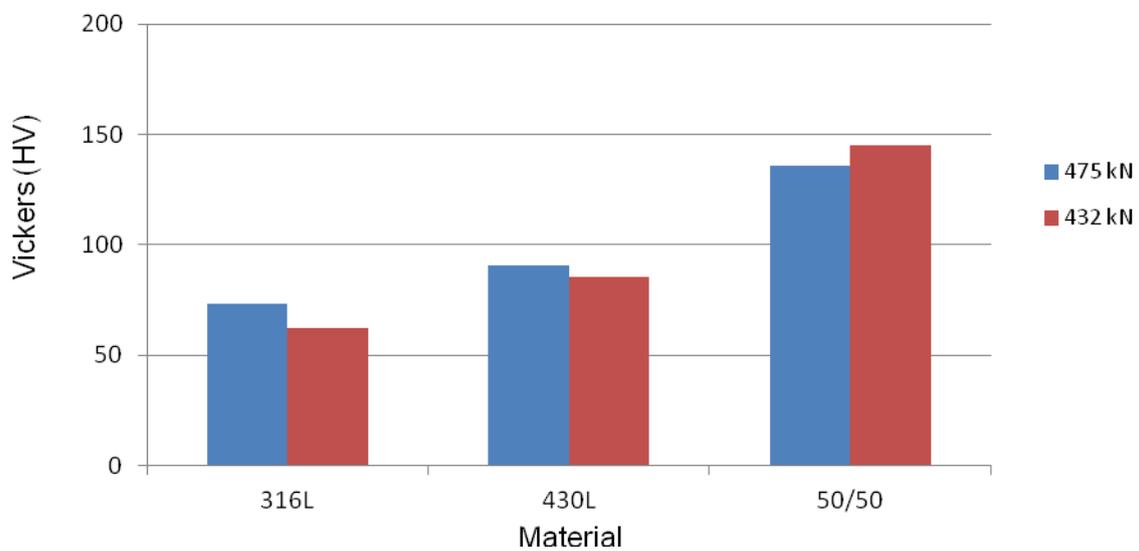
### 6.3.1. Influencia de la presión de compactación

A continuación se muestran gráficamente con objeto de facilitar el estudio comparativo de algunos de los resultados del ensayo de macrodureza Vickers mediante diagramas de barras correspondientes a los aceros base y a la composición dúplex obtenido para la presión de vacío de 11 Pa, enfriadas lentamente en el horno primero y rápidamente en agua después. La variable será la presión de compactado de 475 kN y 432 kN.

#### Influencia presión de compactación

Presión de vacío: 11 Pa

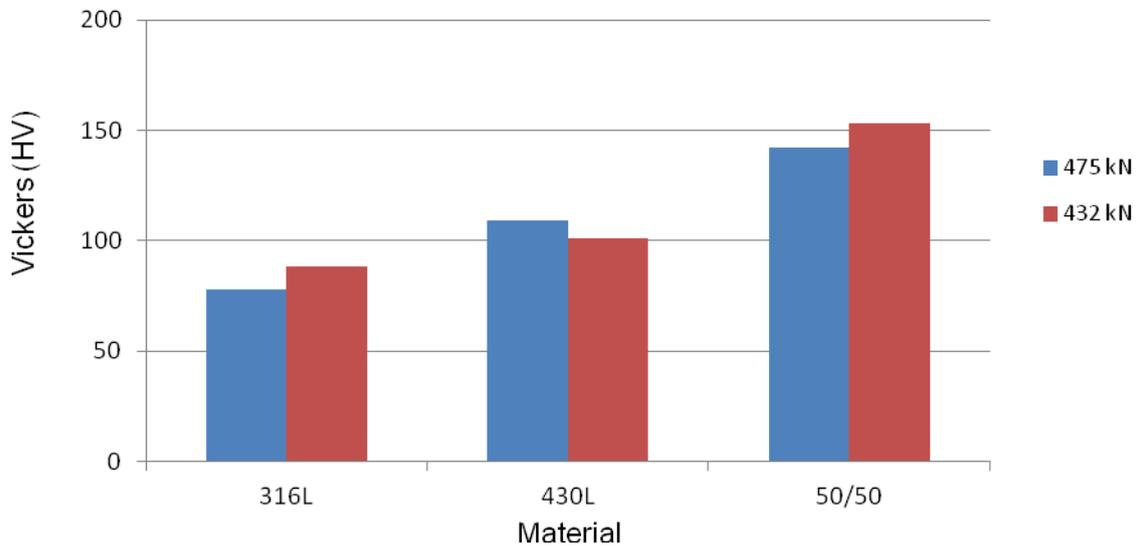
Enfriamiento: Horno



### Influencia presión de compactación

Presión de vacío: 11 Pa

Enfriamiento: Agua



Los datos de macrodureza confirman el efecto beneficioso de utilizar mayores presiones de compactación para los aceros base especialmente para las muestras enfriadas lentamente al igual que se ha observado en el caso de los resultados del ensayo de tracción. Se aprecia que la reducción de porosidad a la que es especialmente sensible el ensayo de macrodureza supone un sensible aumento de dureza en el acero austenítico y ferrítico mientras que en el caso de la composición dúplex tanto en enfriamiento en agua como en enfriamiento en horno los datos de dureza son similares e incluso la macrodureza es ligeramente superior en las muestras compactadas a menor presión.

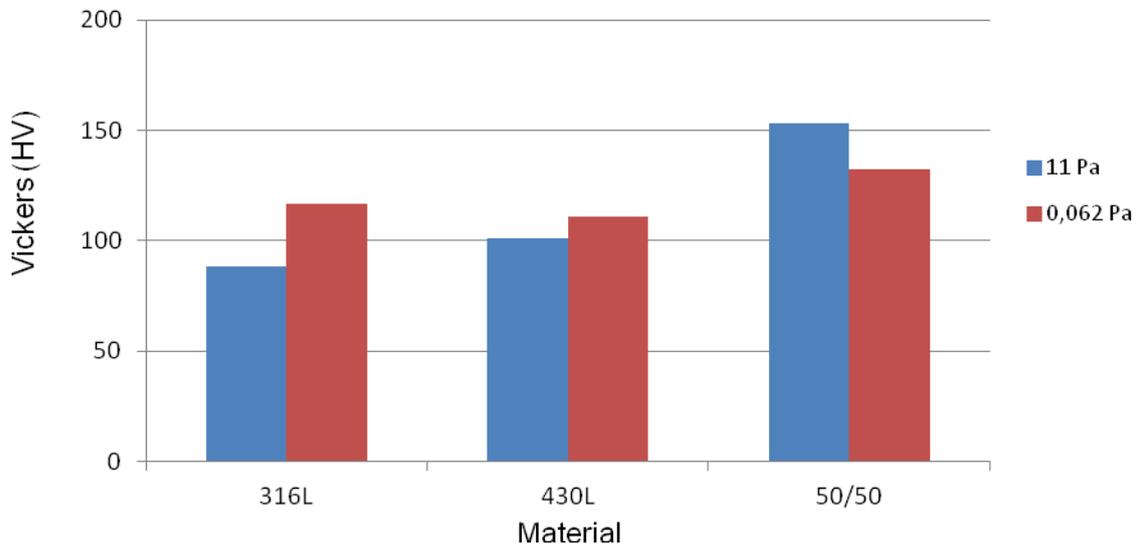
#### 6.3.2. Influencia de la presión de vacío

A continuación se muestra gráficamente el resultado del ensayo de macrodureza Vickers mediante diagramas de barras correspondientes a los aceros base y a la composición dúplex obtenido para la presión de compactación de 432 kN, enfriadas rápidamente en agua. La variable será la presión de vacío de 11 Pa y 0,062 Pa.

### Influencia presión de vacío

Presión de compactación: 432 kN

Enfriamiento: Agua



El uso de alto vacío origina un aumento de dureza importante en el caso del acero base austenítico, en el caso del acero ferrítico también se aprecia este endurecimiento si bien las diferencias son menos significativas y finalmente en el acero dúplex se observa un claro endurecimiento con respecto a los aceros base tanto en las muestras sinterizadas en alto como en bajo vacío. En este caso la máxima dureza corresponde a la probeta sinterizada en bajo vacío. Estos resultados son igualmente coherentes con los obtenidos en el ensayo de tracción donde se observaba que el comportamiento tensión-deformación en el acero dúplex era muy similar para las dos condiciones de sinterización utilizadas en el proyecto.

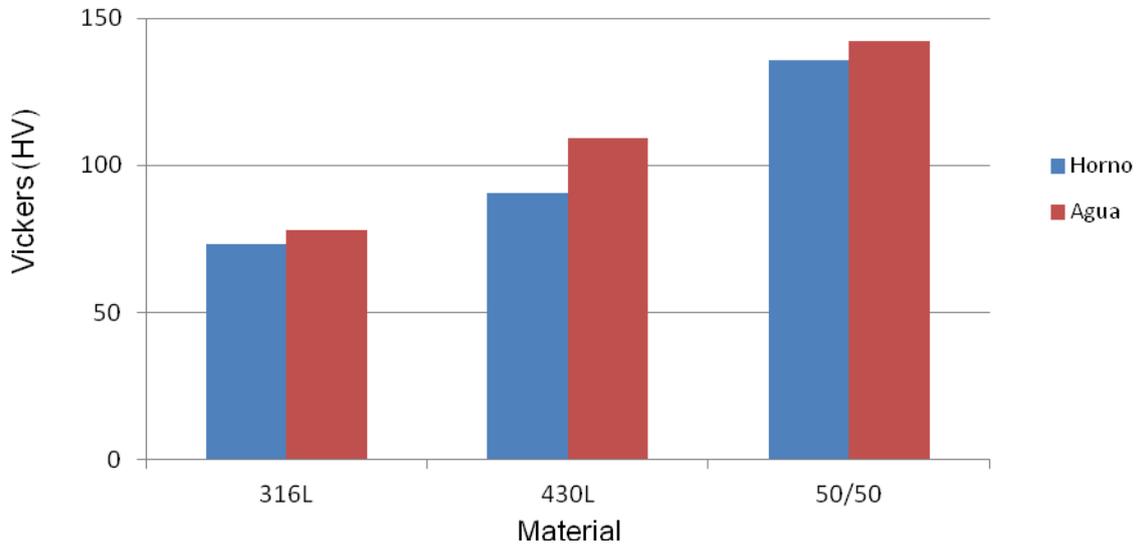
#### 5.3.3. Influencia del tipo de enfriamiento

A continuación se muestra gráficamente el resultado del ensayo de macrodureza Vickers mediante diagramas de barras correspondientes a los aceros base y a la composición dúplex obtenido para la presión de compactación de 475 kN primero y 432 kN después. La presión de vacío será de 11 Pa. La variable será el tipo de enfriamiento, lento en horno y rápido en agua.

**Influencia del tipo de enfriamiento**

Presión de compactación: 475 kN

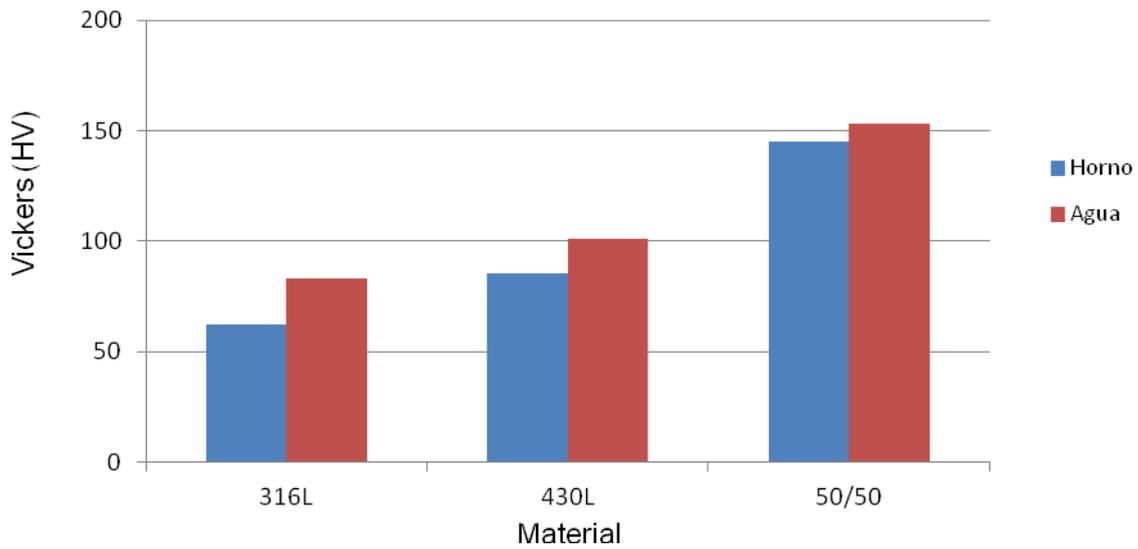
Presión de vacío: 11 Pa



**Influencia del tipo de enfriamiento**

Presión de compactación: 432 kN

Presión de vacío: 11 Pa

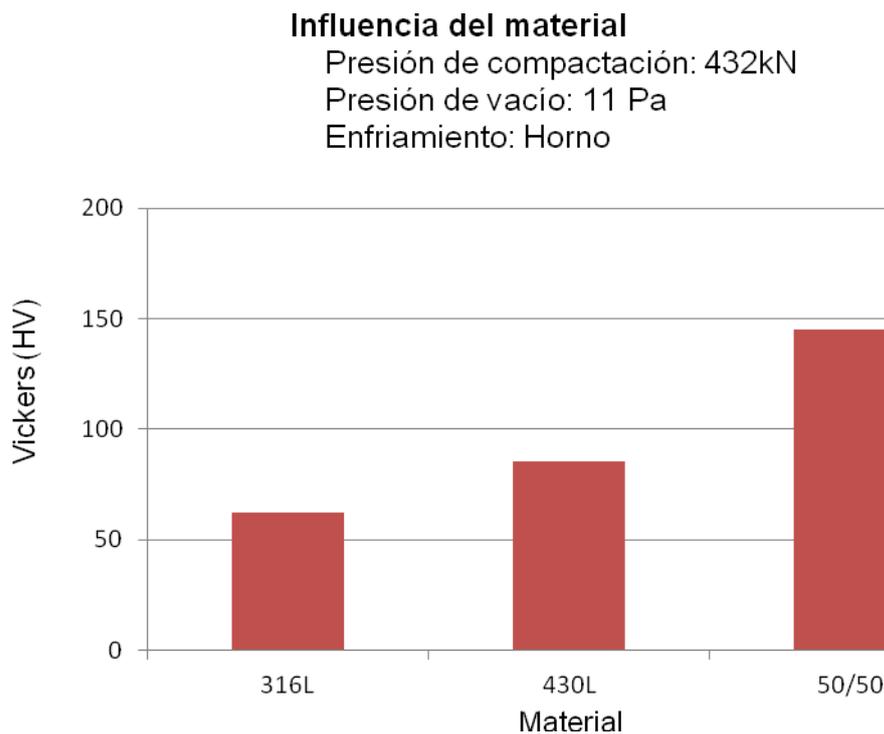


En este caso en buena correlación con los resultados de resistencia mecánica se puede afirmar que el enfriamiento en agua tiene un claro efecto endurecedor para cualquier presión de compactado, para cualquier presión de sinterizado y para las tres composiciones de polvos inoxidables utilizadas. Una vez más este efecto es más notable en los aceros base austenítico y ferrítico que en el acero dúplex

mucho más duro en cualquier condición y en el que este parámetro si influye pero lo hace en menor grado que en el resto.

### 5.3.4. Influencia del tipo de material

A continuación se muestra gráficamente el resultado del ensayo de macrodureza Vickers mediante diagramas de barras correspondientes a los aceros base y a la composición dúplex obtenido para la presión de compactación de 432 MPa y una presión de vacío de 11Pa. Primero se muestra el enfriamiento en horno y después en agua. La variable será el tipo de material.



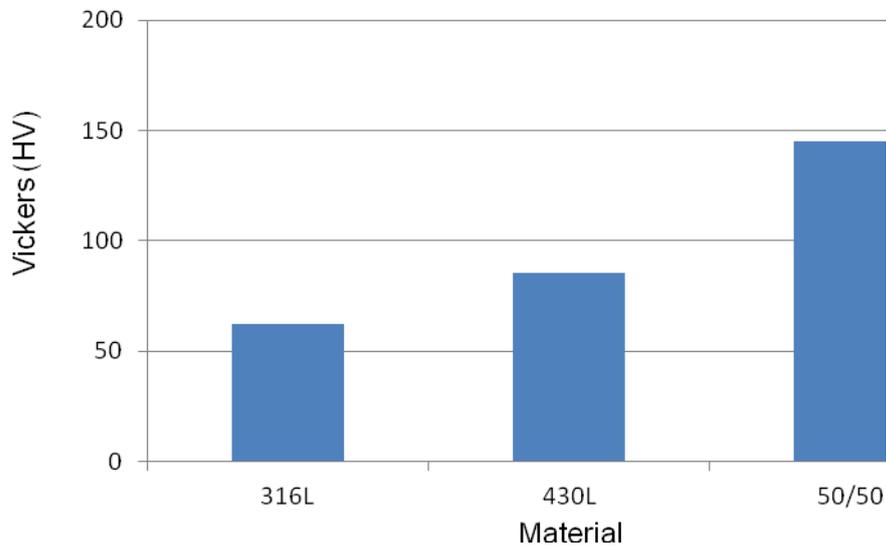
Como queda claro a la vista de los resultados el acero dúplex es que presenta mayor dureza cuando es compactado a baja presión, sinterizado en bajo vacío y enfriado lentamente en el horno, esto es acorde con los resultados de resistencia mecánicas en los que se observa que la mezcla de polvos originaba un importante endurecimiento mecánico.

### Influencia del material

Presión de compactación: 432 kN

Presión de vacío: 11 Pa

Enfriamiento: Horno



El acero dúplex presenta igualmente el máximo endurecimiento cuando se obtiene en condiciones de alto vacío. El acero austenítico es por el contrario el que muestra menor dureza y el ferrítico tiene un comportamiento intermedio.

# CONCLUSIONES



## **7 CONCLUSIONES**

De todo lo anteriormente tratado se pueden extraer las conclusiones que se detallan a continuación:

❖ Se ha realizado una revisión bibliográfica relativa al comportamiento en servicio de los aceros inoxidable pulvimetalúrgicos tipo dúplex así como de los aceros base austeníticos y ferríticos. El estudio ha puesto de manifiesto el interés industrial de los estos materiales y la necesidad de realizar un análisis exhaustivo de su estructura y comportamiento mecánico en función de diferentes variables relativas al proceso de conformado y sinterización.

❖ El estudio preliminar de optimización del proceso de sinterizado en vacío nos permite seleccionar la temperatura de 1250°C y el tiempo de sinterizado de 1 hora como condiciones óptimas de sinterabilidad para los cinco aceros en estudio. Se seleccionan como parámetros de estudio la presión de compactación (750 y 680 MPa) la presión de sinterización (0.062 y 11 Pa) y el mecanismo de enfriamiento desde la temperatura de sinterización hasta temperatura ambiente (horno y agua)

❖ La caracterización microestructural de los aceros dúplex en sus diferentes estados de tratamiento pone de manifiesto las importantes diferencias que en la naturaleza y cantidades relativas de los microconstituyentes presentes nos encontramos en los aceros en función de la composición química del polvo y de las condiciones de enfriamiento tras el proceso de sinterización. Los aceros inoxidable ferríticos y austeníticos muestran la estructura típica de ferrita y austenita respectivamente pero en los aceros dúplex pulvimetalúrgicos aparecen microconstituyentes que no son usuales en los aceros dúplex convencionales, como es el constituyente mixto. El grado de porosidad es altamente dependiente de la composición química y de las condiciones de compactado y en menor medida de las condiciones de sinterizado y del medio de enfriamiento. ; finalmente para todas los tres tipos de acero se observan grados de porosidad muy bajos para las probetas compactas a 680MPa a presión de vacío de 11Pa y enfriamiento en agua.

❖ El ataque electrolítico con ácido oxálico pone de manifiesto la alta resistencia de todas las composiciones sinterizadas en vacío cuando son enfriadas rápidamente en agua. Para las muestras enfriadas lentamente es mayor el riesgo de corrosión de tipo generalizada para el acero base ferrítico y dúplex por la descromización de la matriz inducida por el tanto en borde de grano como en el interior. El enfriamiento en agua origina en todos los casos una drástica

reducción del riesgo de ataque inter/transgranular para todos los aceros y para todas las mezclas en estudio.

❖ Los estudios de difracción de rayos X confirman la presencia de austenita y ferrita para los aceros 316L y 430L respectivamente y la presencia minoritaria de precipitados secundarios fundamentalmente carburos en el enfriamiento lento en el horno. Para el acero dúplex la cantidad de austenita aumenta con la velocidad de enfriamiento a la vez que se reduce la precipitación de fases secundarias.

❖ El comportamiento mecánico de los aceros evaluado mediante el ensayo de tracción depende fundamentalmente del tipo de polvo utilizado y del modo de enfriamiento y de la composición química de los aceros. No obstante se observa un reforzamiento cuando se incrementa la presión de compactación consecuencia de la disminución de porosidad. Este reforzamiento es más evidente cuando se trabaja con aceros ferríticos y austeníticos.

❖ En general podemos observar un claro efecto beneficioso de la presión de compactación en el comportamiento mecánico. Al aumentar la presión disminuye el grado de porosidad lo que justifica el incremento de resistencia y de ductilidad observado en el ensayo de tracción. Esto ocurre tras el enfriamiento en el horno. En el caso de enfriamiento en agua el efecto de la presión de compactación no es significativo.

❖ Para los aceros con enfriamiento lento el efecto de la presión de sinterizado es muy importante. Tanto en el acero austenítico como en el ferrítico se observa claramente que las probetas que se han sinterizado en condiciones de alto vacío a 0.062 Pa tienen mejor comportamiento mecánico que las que se han sinterizado únicamente con la bomba rotativa, la capacidad de deformación es también mucho mayor. En las muestras enfriadas en agua sigue observándose la misma tendencia, presentan mejor comportamiento mecánico las muestras sinterizadas en condiciones de alto vacío.

❖ La influencia del modo de enfriamiento en el comportamiento mecánico es claramente diferente para los aceros base y los acero dúplex. En el caso de los aceros base, tanto para el acero austenítico como para el ferrítico el enfriamiento en agua supone una notable ventaja en el comportamiento mecánico del material, se consigue a la vez que un notable aumento de la resistencia mecánica también se aprecia un importante incremento de la ductilidad. Sin embargo en el caso del acero dúplex el modo de enfriamiento apenas influye en el comportamiento del

material a tracción obteniéndose no obstante mayor resistencia mecánica y ductilidad en la muestra enfriada en el agua.

❖ Los aceros duplex presenten mayor resistencia mecánica para cualesquier condición de compactado, sinterización y modo de enfriamiento que los aceros base. Podemos ver que en todos los casos los aceros duplex tienen mayor resistencia mecánica y mayor ductilidad que los aceros de partida a partir de los que se han obtenido.

❖ En el caso del enfriamiento en agua el acero fabricado a partir de mezcla de polvos ferríticos y austeníticos es el que muestra mejor comportamiento mecánico especialmente en lo relativo a la resistencia mecánica si bien la ductilidad es menor, probablemente la formación de martensita en el constituyente mixto justifique esta pérdida de ductilidad.

❖ En buena correlación con los resultados de resistencia mecánica se puede afirmar que el enfriamiento en agua tiene un claro efecto endurecedor para cualquier presión de compactado, para cualquier presión de sinterizado y para las tres composiciones de polvos inoxidables utilizadas. Una vez más este efecto es más notable en los aceros base austenítico y ferrítico que en el acero dúplex mucho más duro en cualquier condición y en el que este parámetro si influye pero lo hace en menor grado que en el resto.

❖ El acero dúplex es el que muestra máximo endurecimiento para cualquier condición de compactado y sinterizado. La máxima dureza se obtiene para esta composición 50/50 compactada a 750Mpa, sinterizada en alto vacío y enfriada en agua coincidiendo con el mejor comportamiento a tracción.



# **ANEXOS**



## **8. ANEXOS**

### **8.1 ANEXO I: MICROGRAFÍAS.**

#### **OBSERVACIÓN MICROESTRUCTURAL. ATAQUE CON ÁCIDO OXÁLICO**

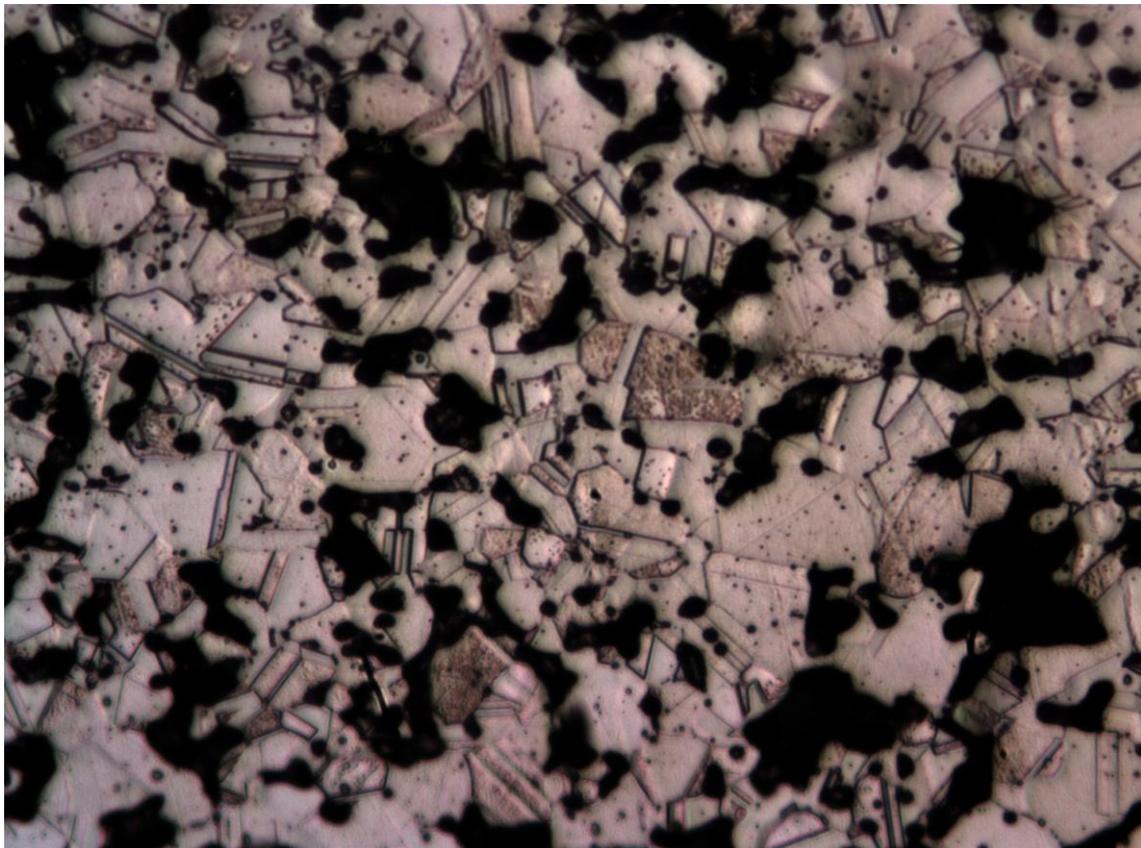
#### **ENFRIAMIENTO EN HORNO.**

A continuación se muestran las micrografías correspondientes a los aceros AISI 316L, AISI 430L y Dúplex 50/50. Las variantes son la presión de compactación y la presión de vacío, habiendo sido todos ellos enfriados en horno.

Las micrografías corresponden a 100 y 200 aumentos.



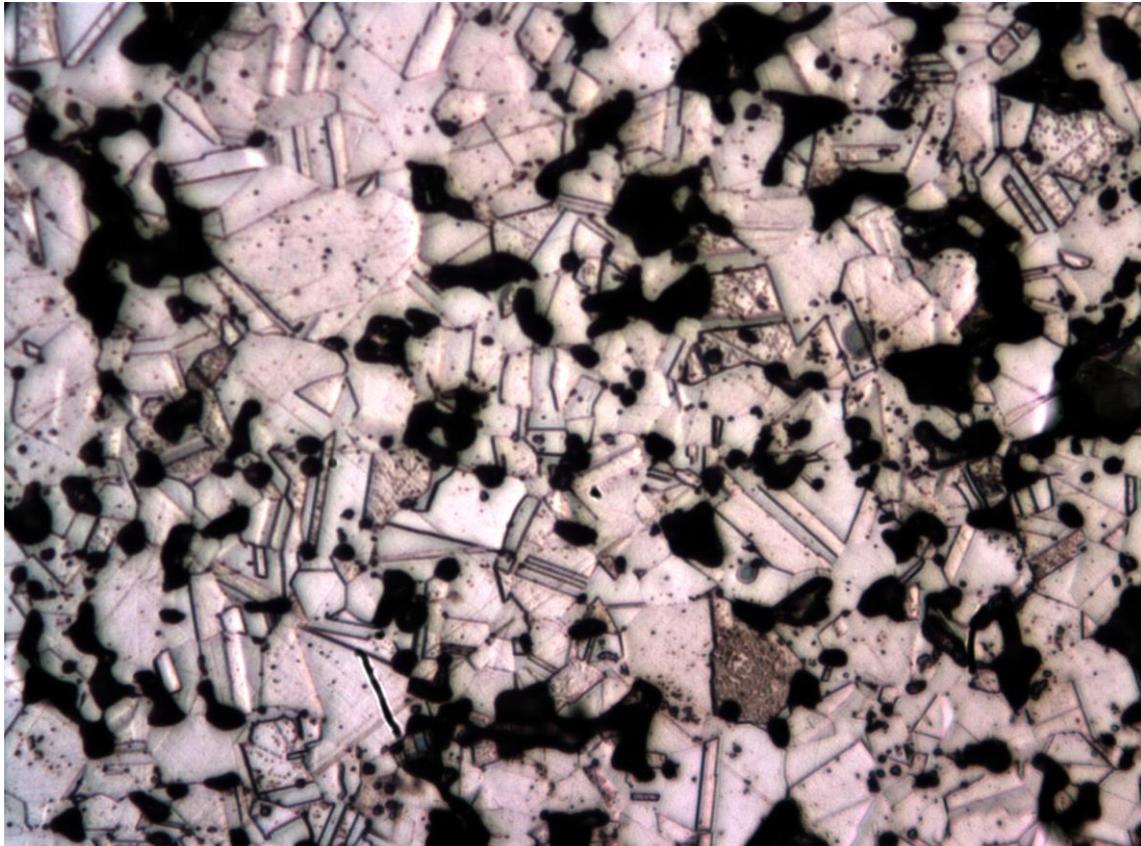
Micrografía n°1: Acero 316L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (100 aumentos).



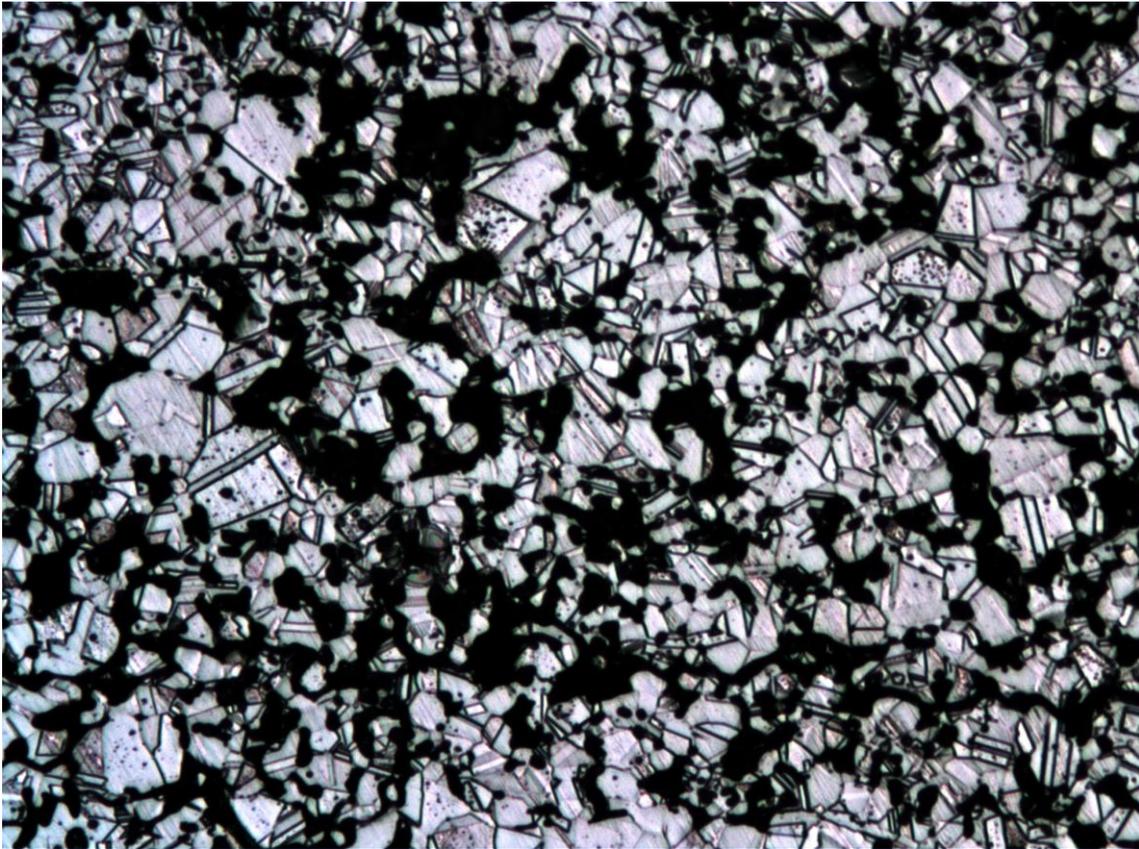
Micrografía n°2: Acero 316L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (200 aumentos).



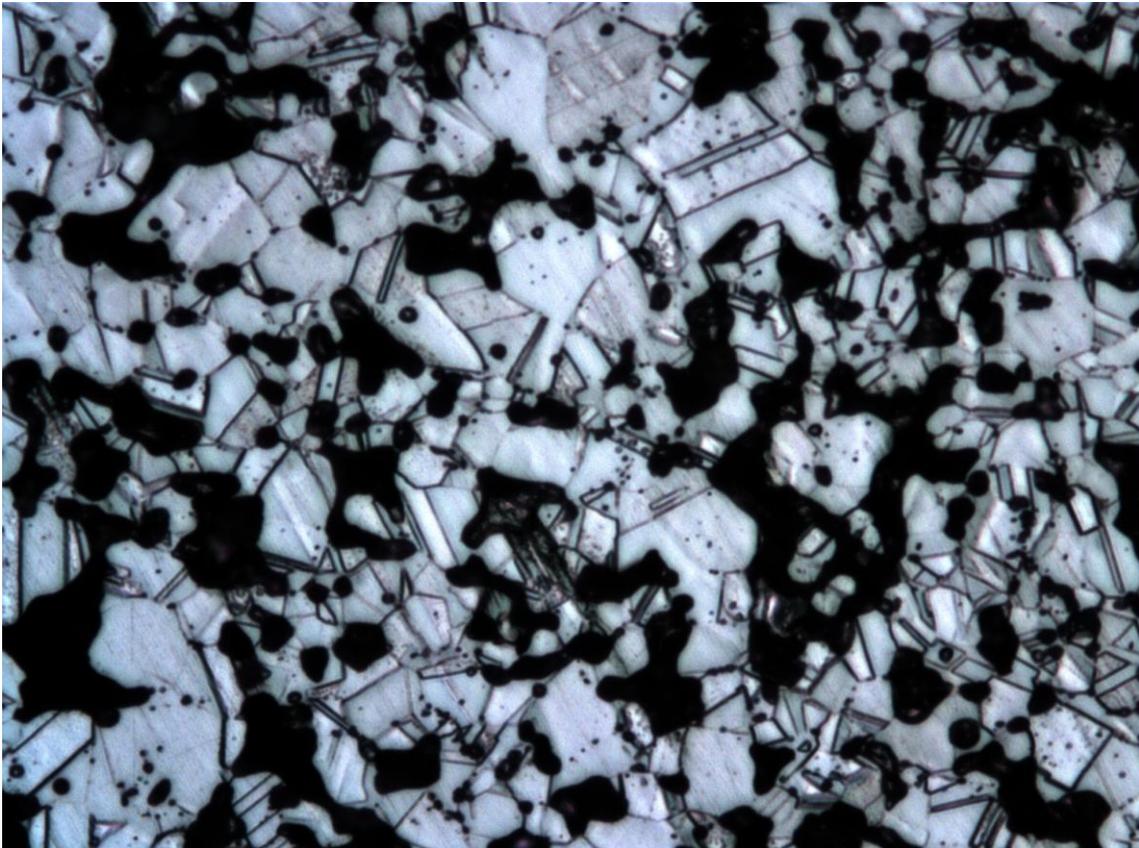
Micrografía nº3: Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (100 aumentos).



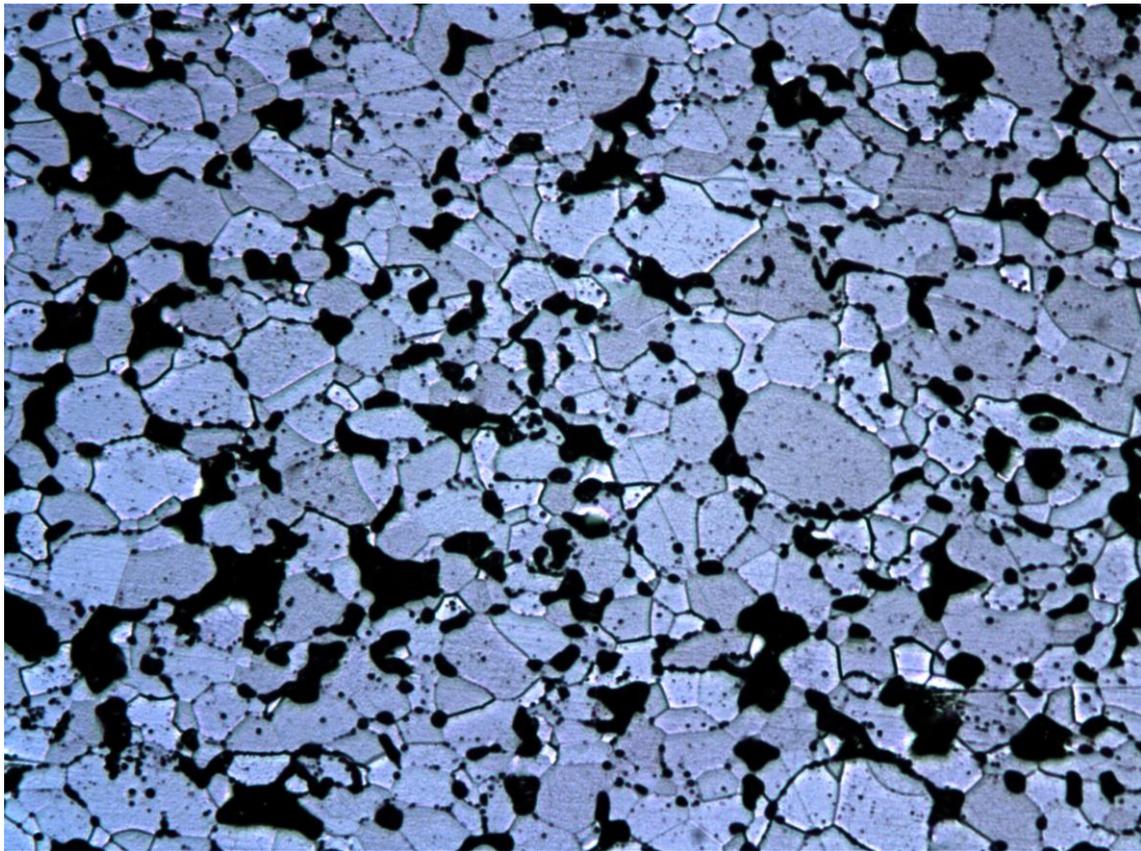
Micrografía nº4: Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (200 aumentos).



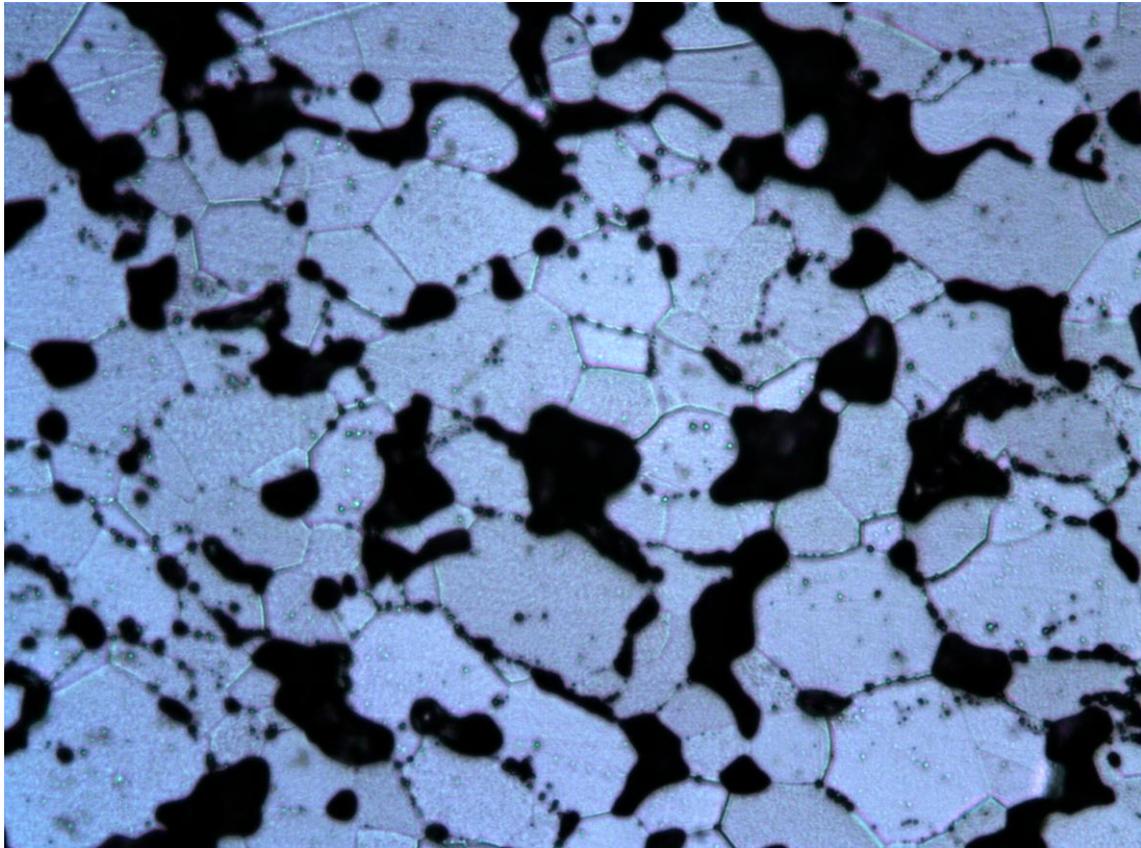
Micrografía nº5: Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Horno (100 aumentos).



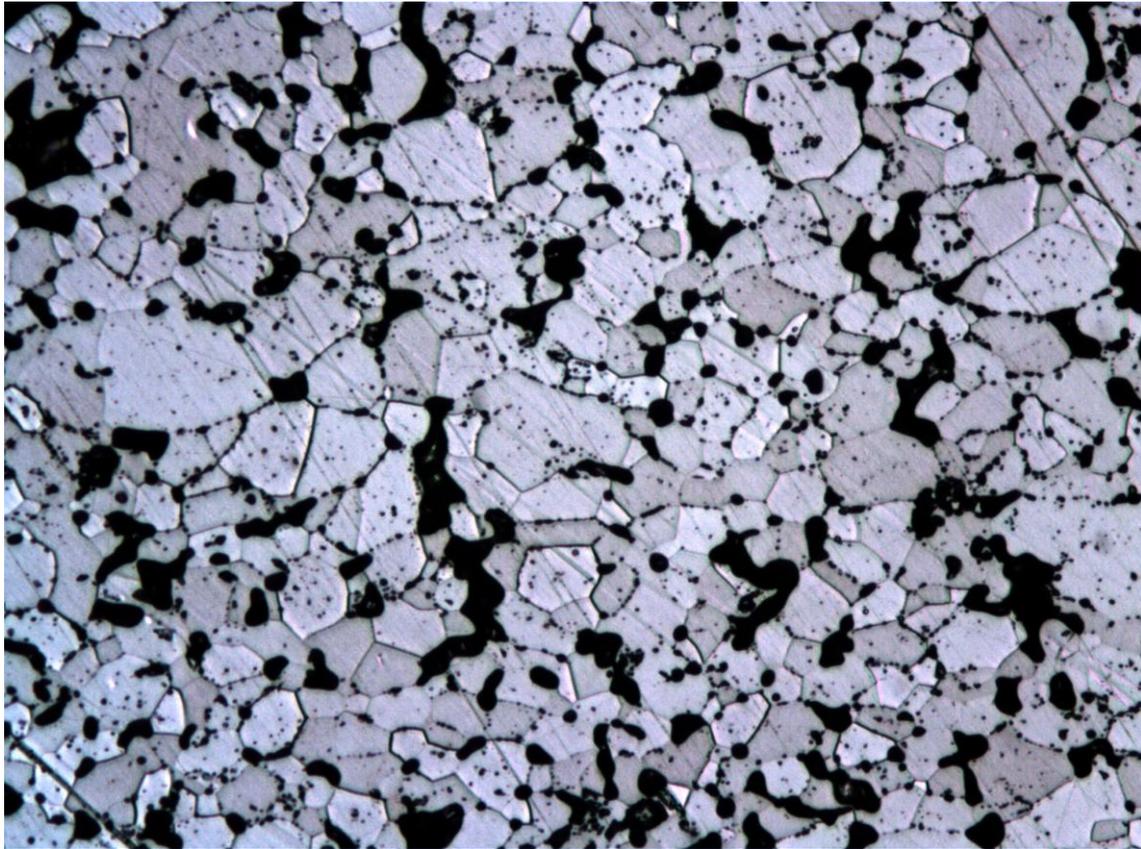
Micrografía nº6: Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Horno (200 aumentos).



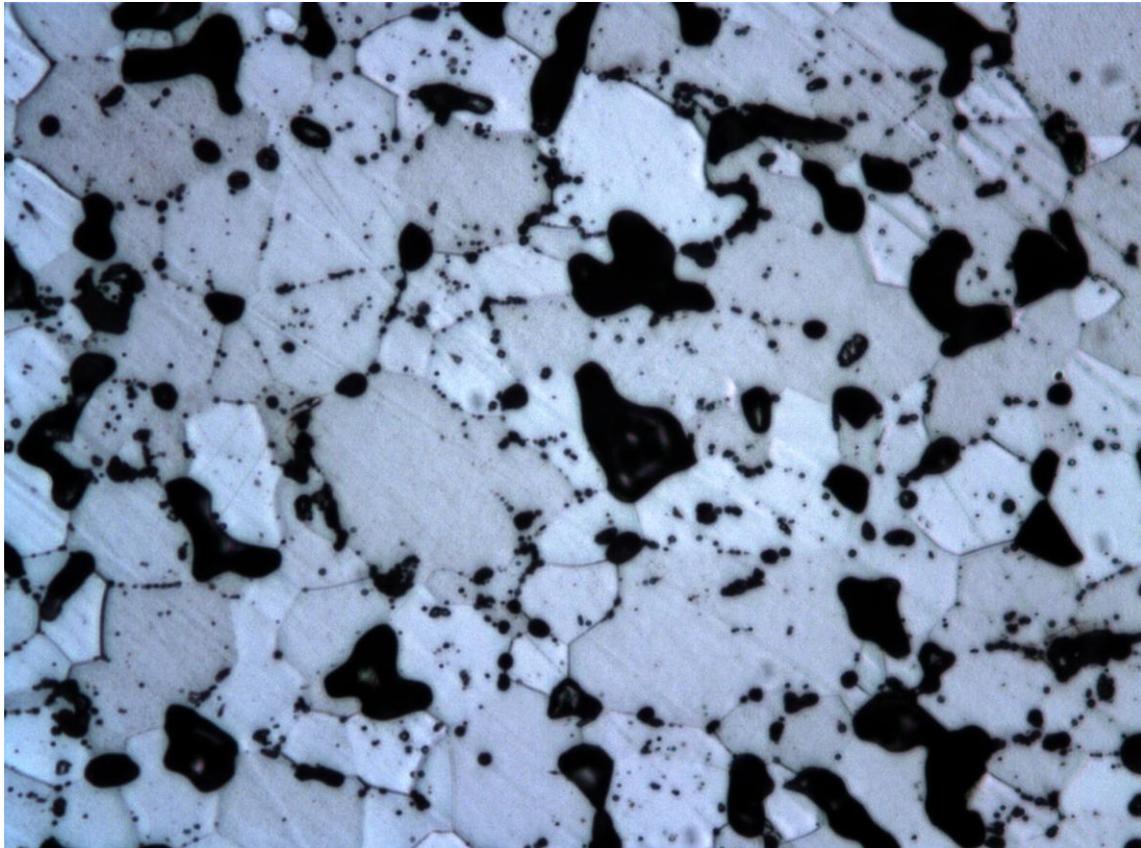
Micrografía n°7: Acero 430L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (100 aumentos).



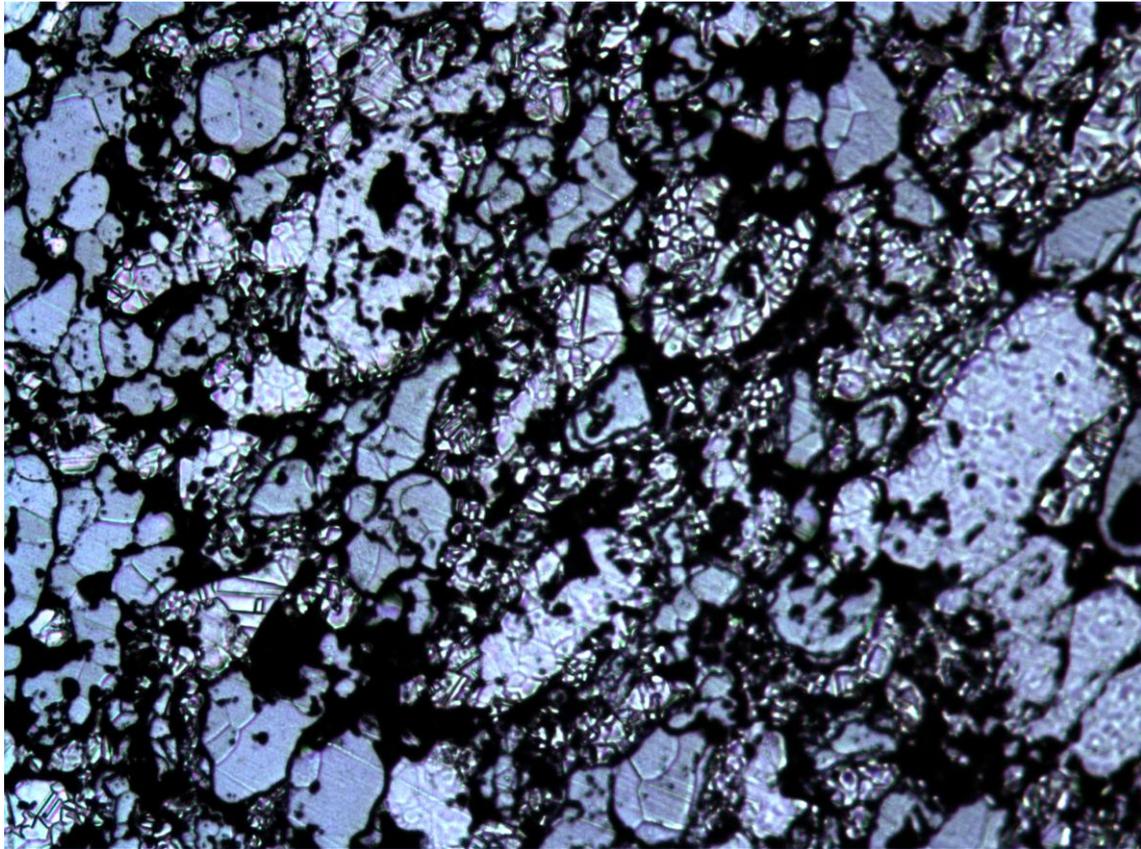
Micrografía n°8: Acero 430L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (200 aumentos).



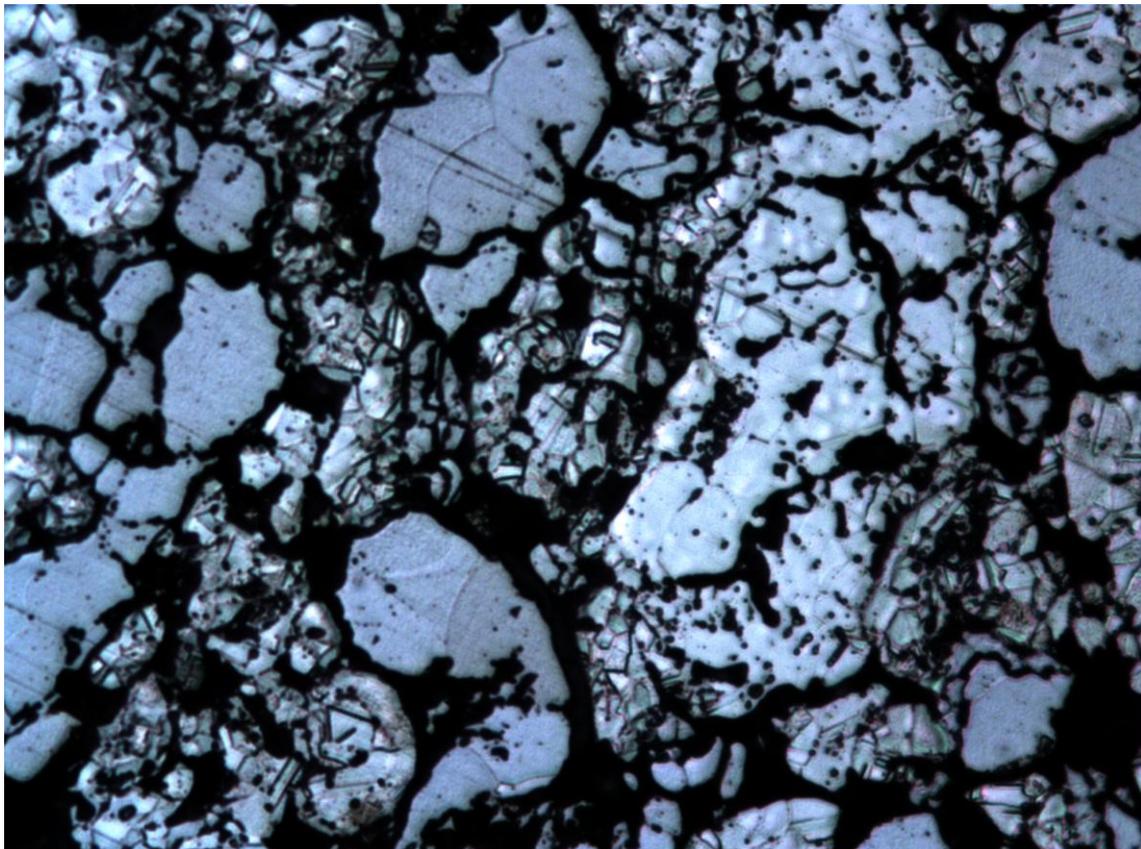
Micrografía n°9: Acero 430L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Horno (100 aumentos).



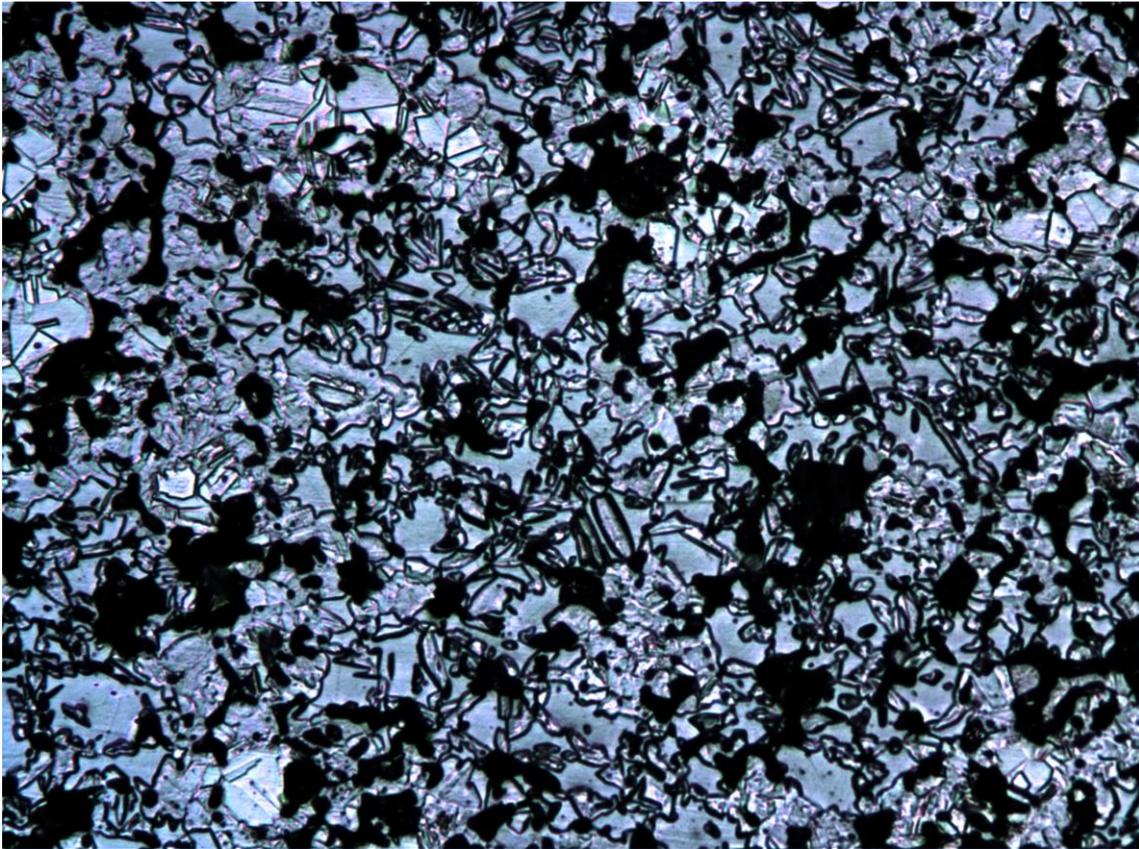
Micrografía n°10: Acero 430L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Horno (200 aumentos).



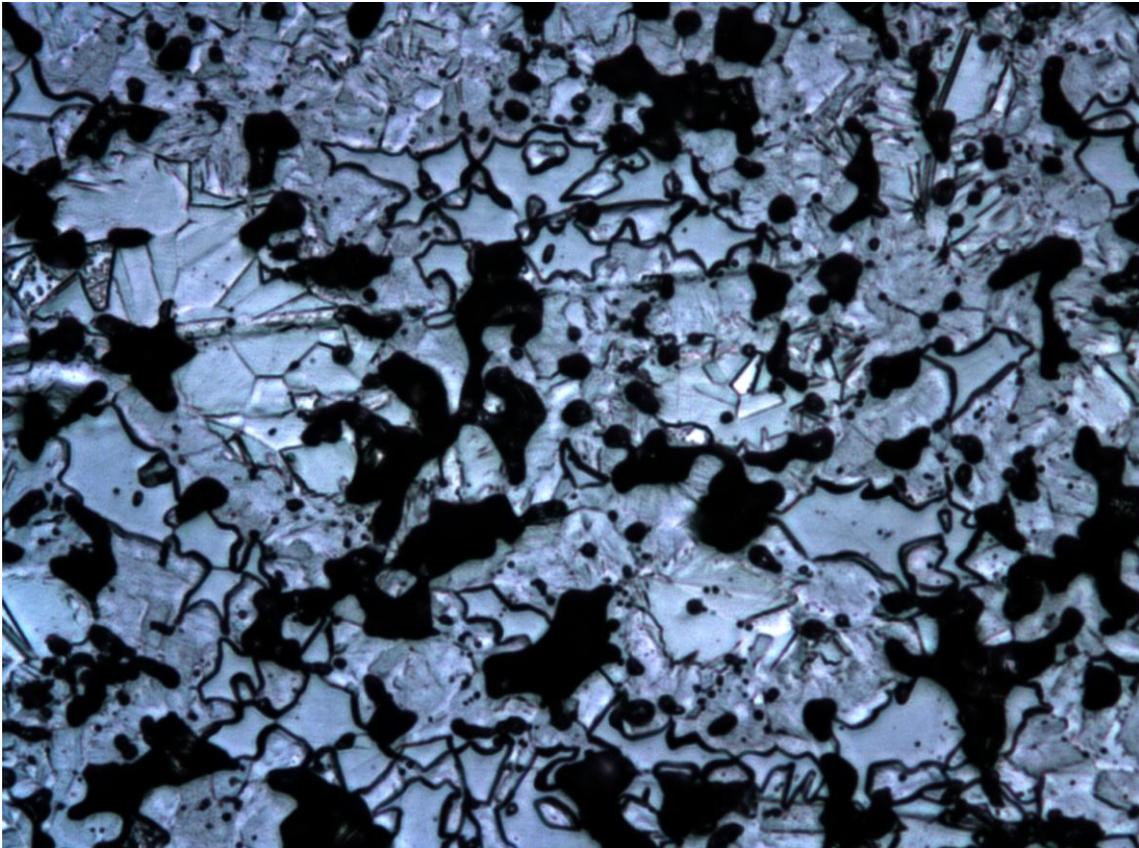
Micrografía n°11: Acero Dúplex 50/50, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (100 aumentos).



Micrografía n°12: Acero Dúplex 50/50, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (200 aumentos).



Micrografía n°13: Acero Dúplex 50/50, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (100 aumentos).

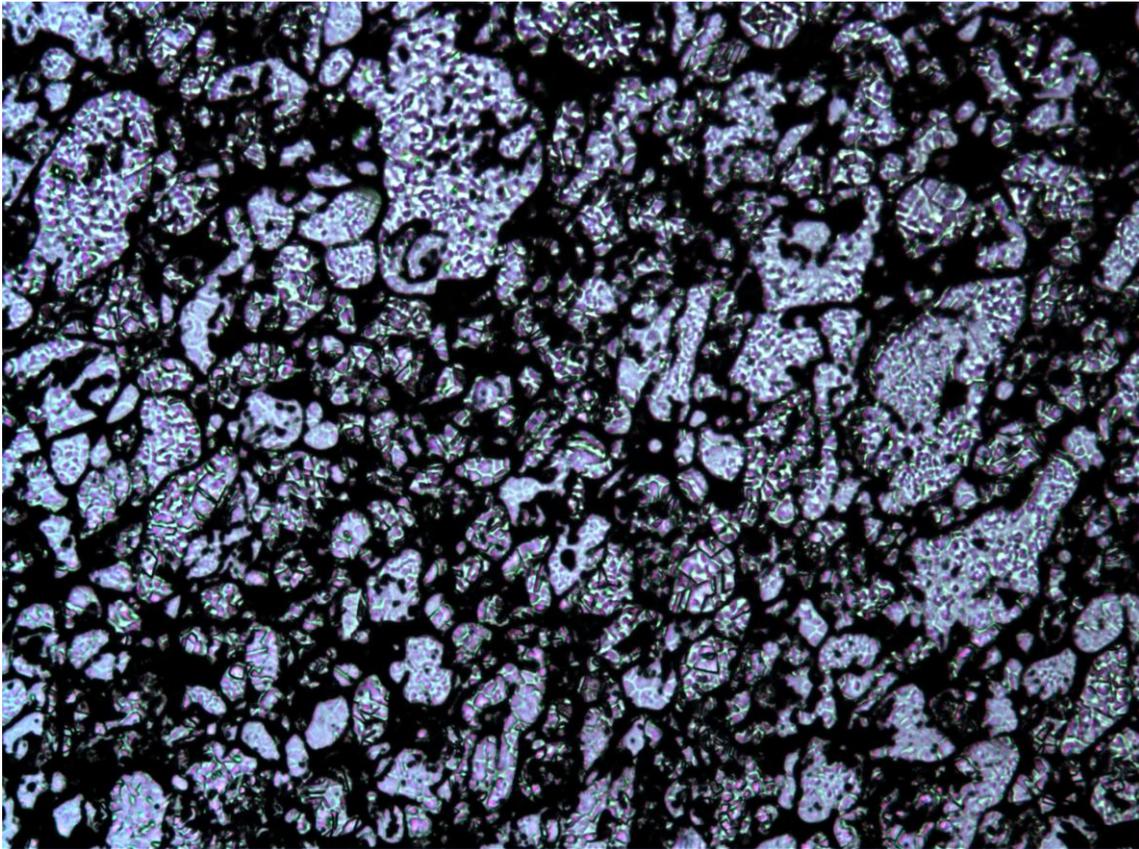


Micrografía n°14: Acero Dúplex 50/50, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Horno (200 aumentos).

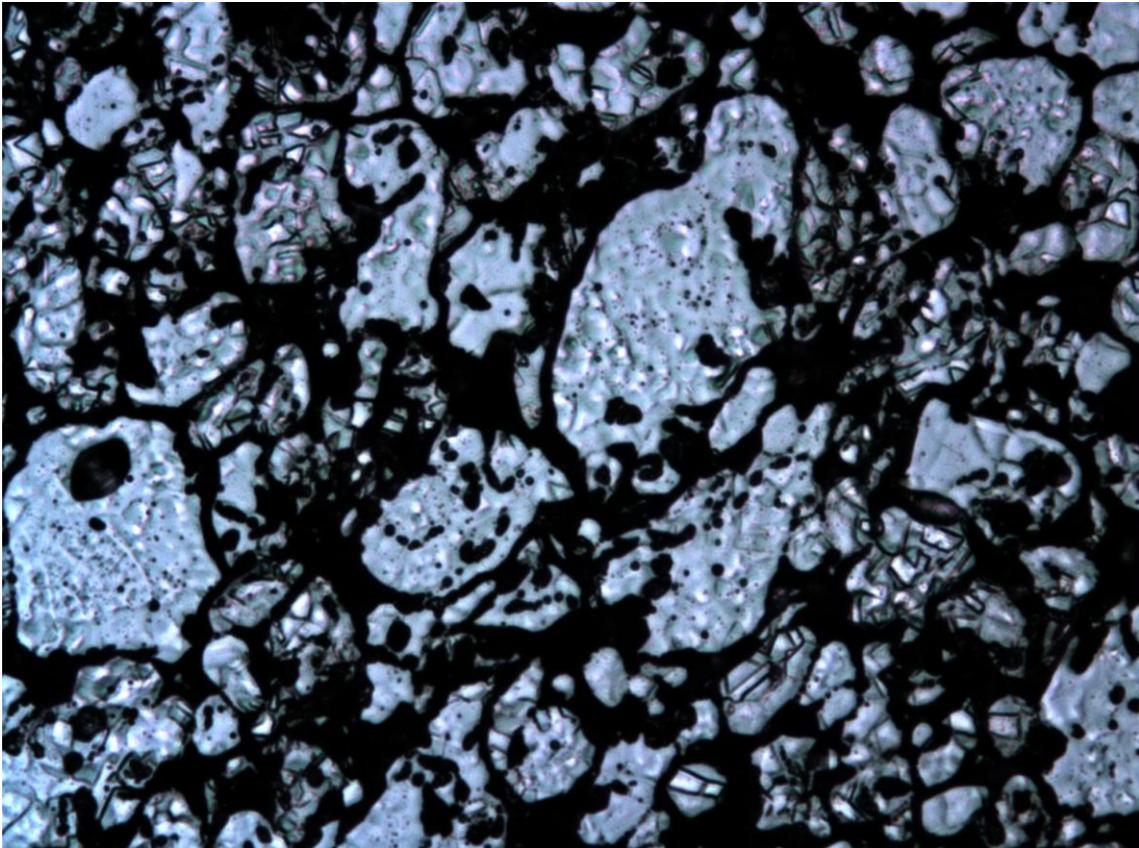
**ENFRIAMIENTO EN AGUA.**

A continuación se muestran las micrografías correspondientes a los aceros AISI 316L, AISI 430L y Dúplex 50/50. Las variantes son la presión de compactación y la presión de vacío, habiendo sido todos ellos enfriados en agua.

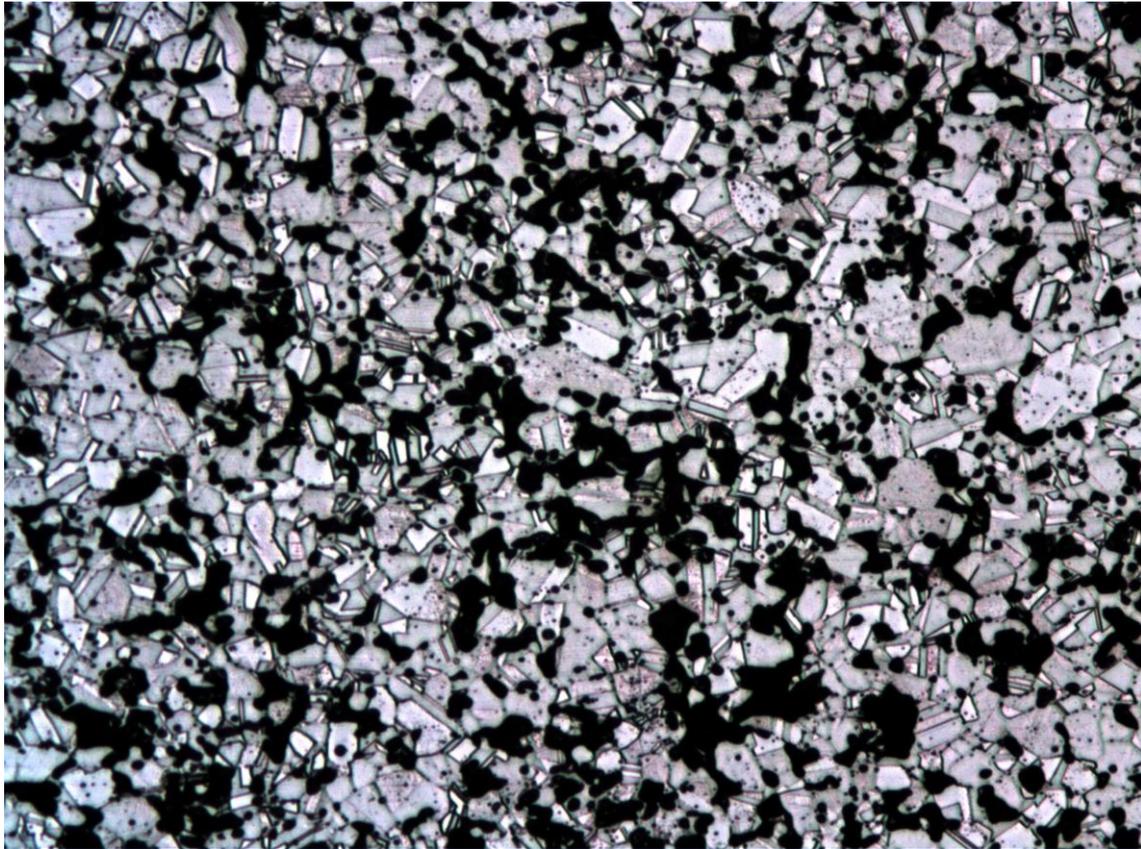
Las micrografías corresponden a 100 y 200 aumentos.



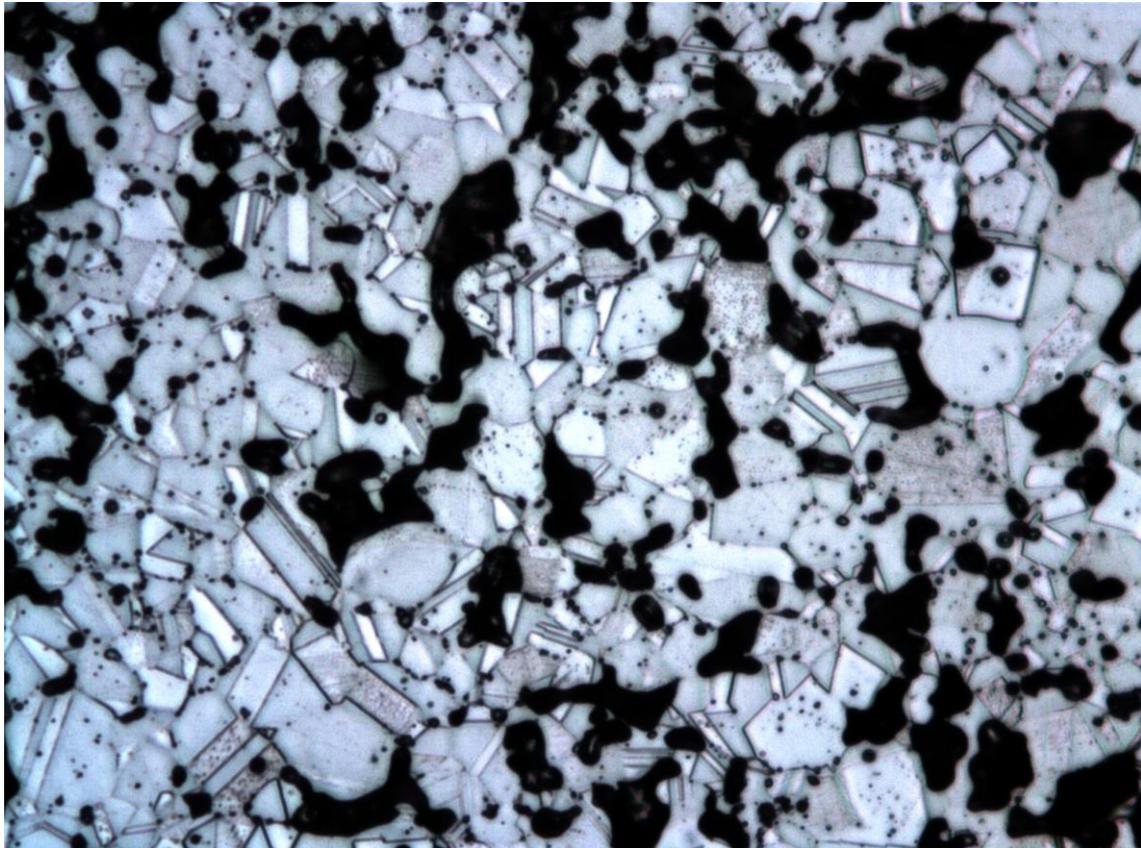
Micrografía nº15: Acero 316L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



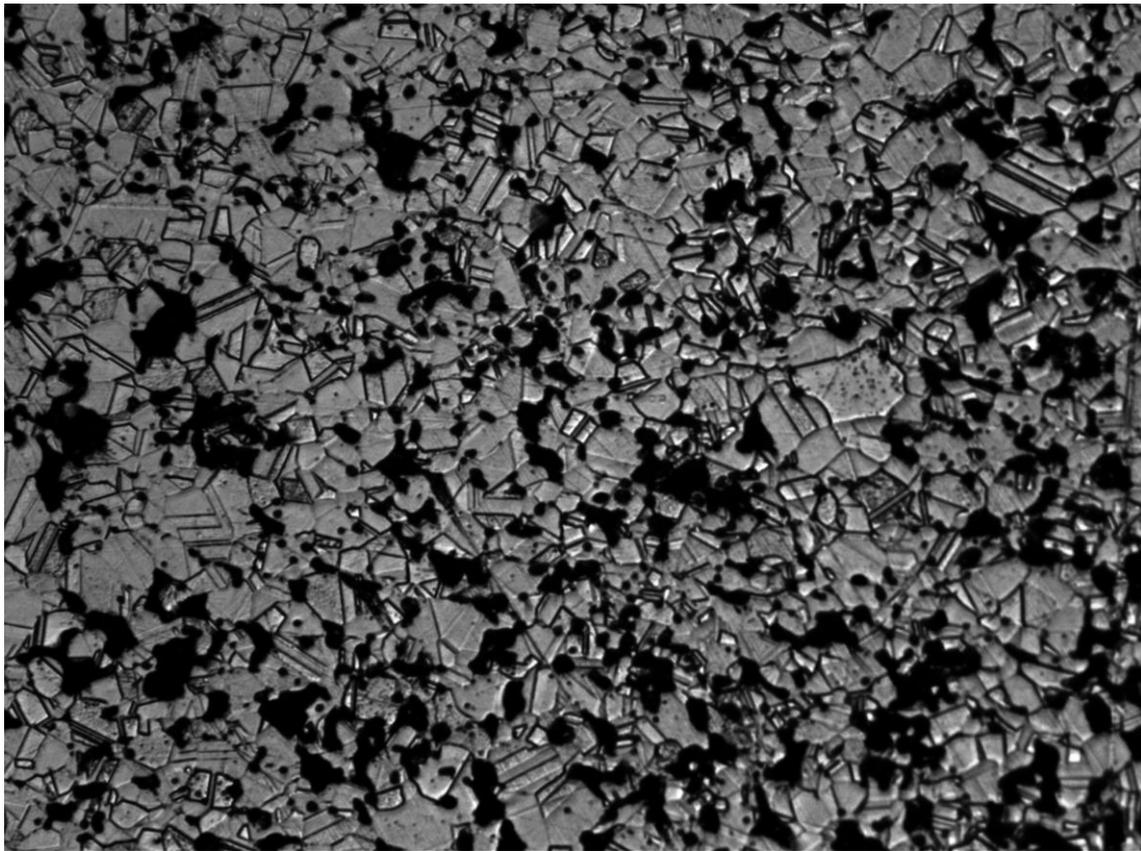
Micrografía nº16: Acero 316L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



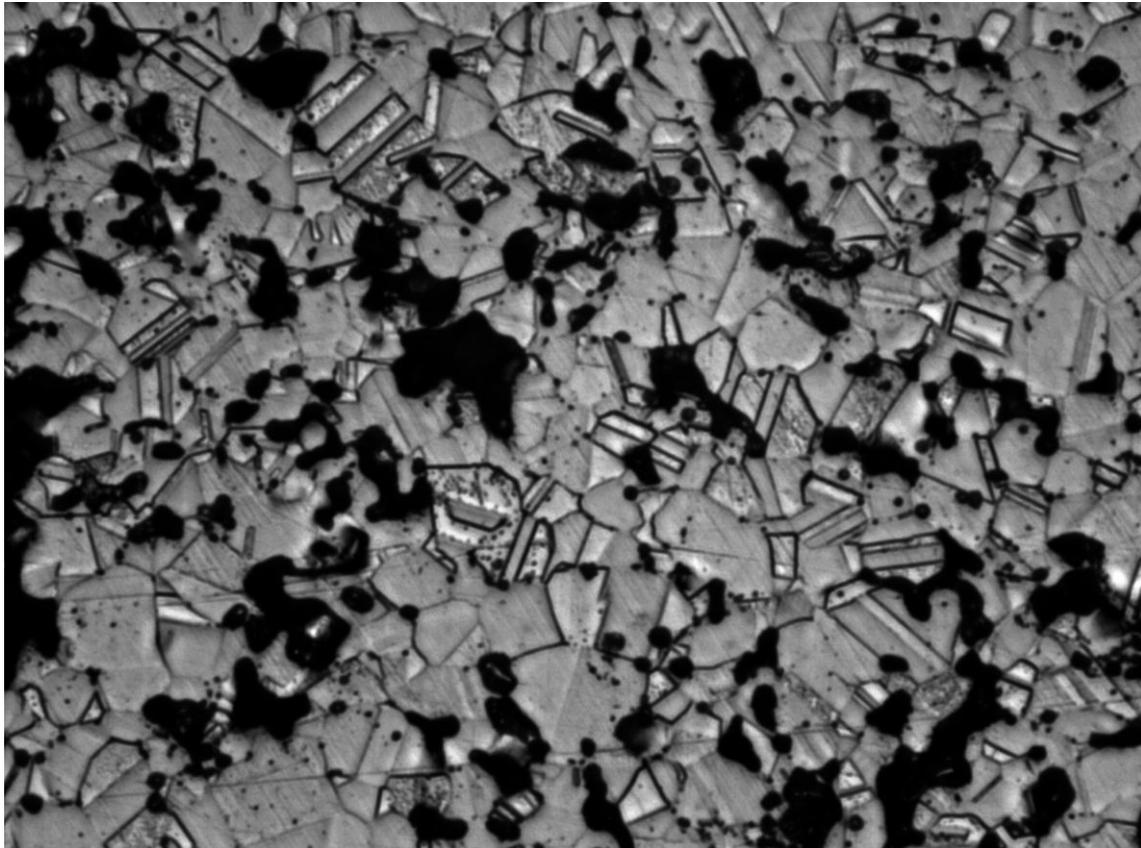
Micrografía n°17: Acero 316L, Comp: 475kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



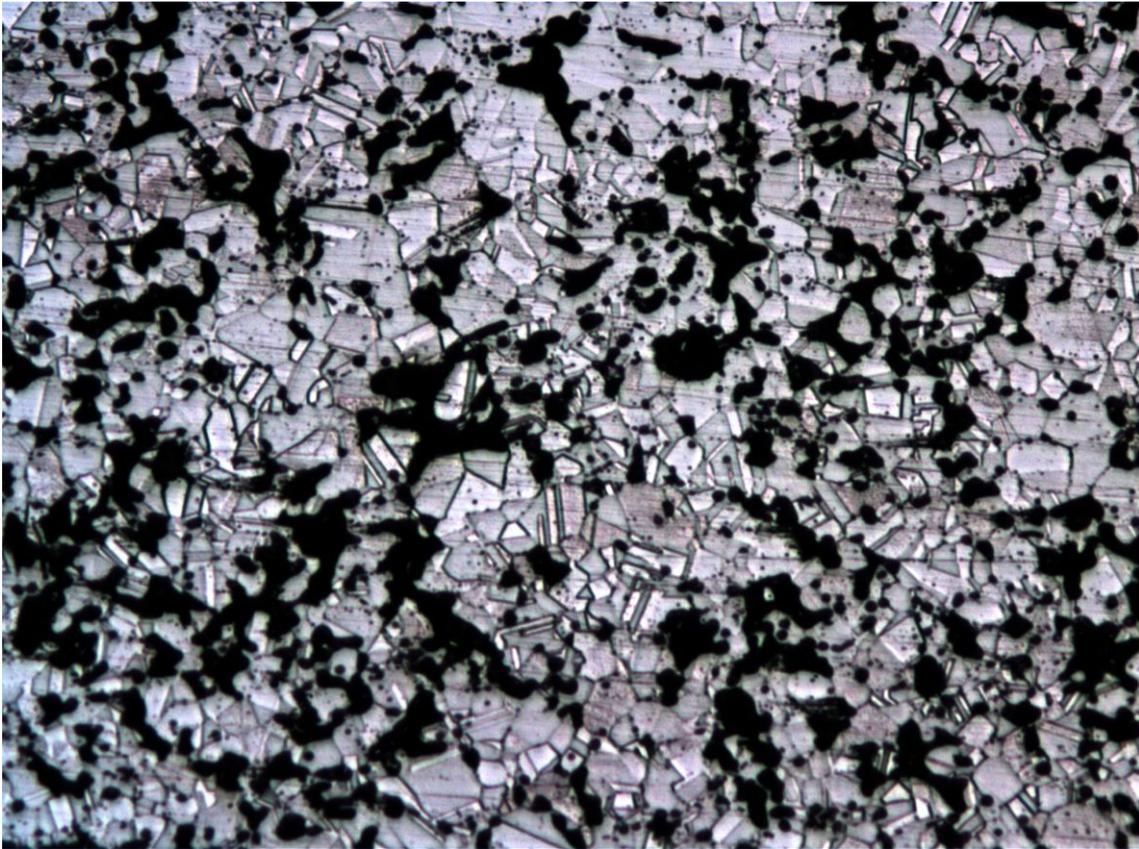
Micrografía n°18: Acero 316L, Comp: 475kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



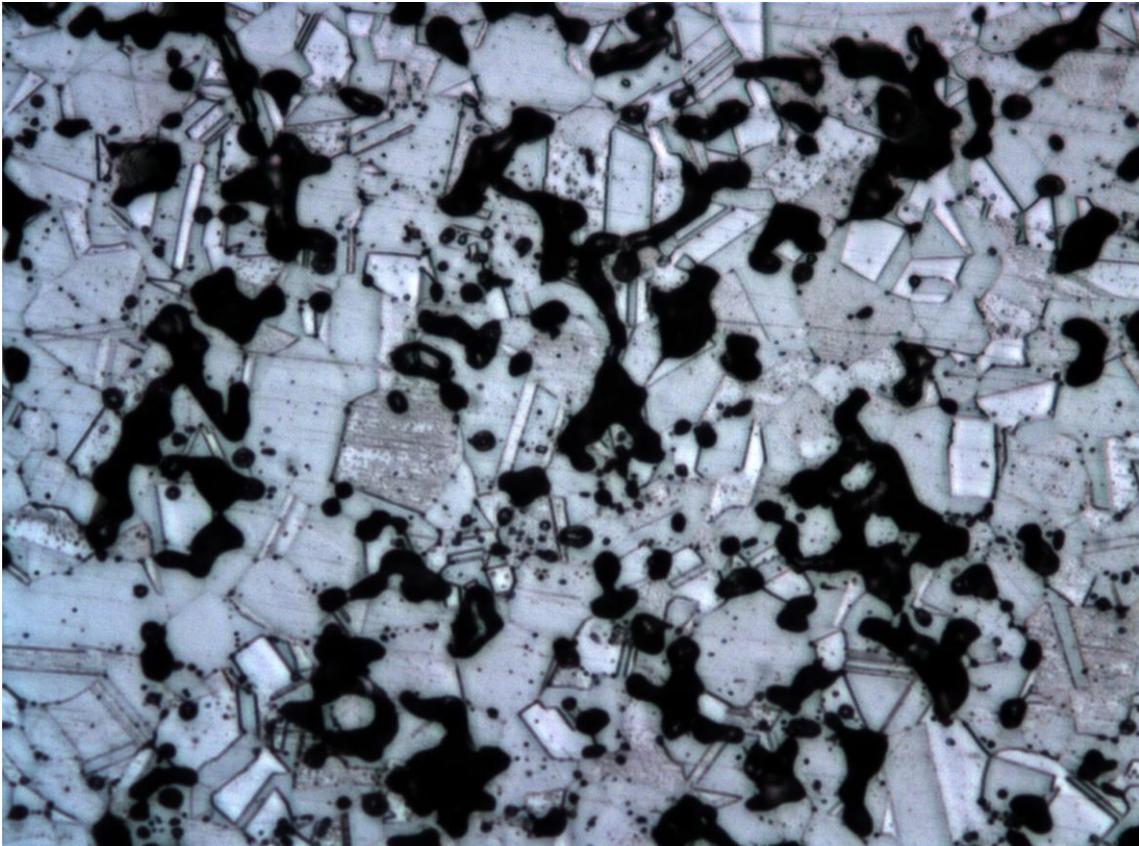
Micrografía n°19: Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



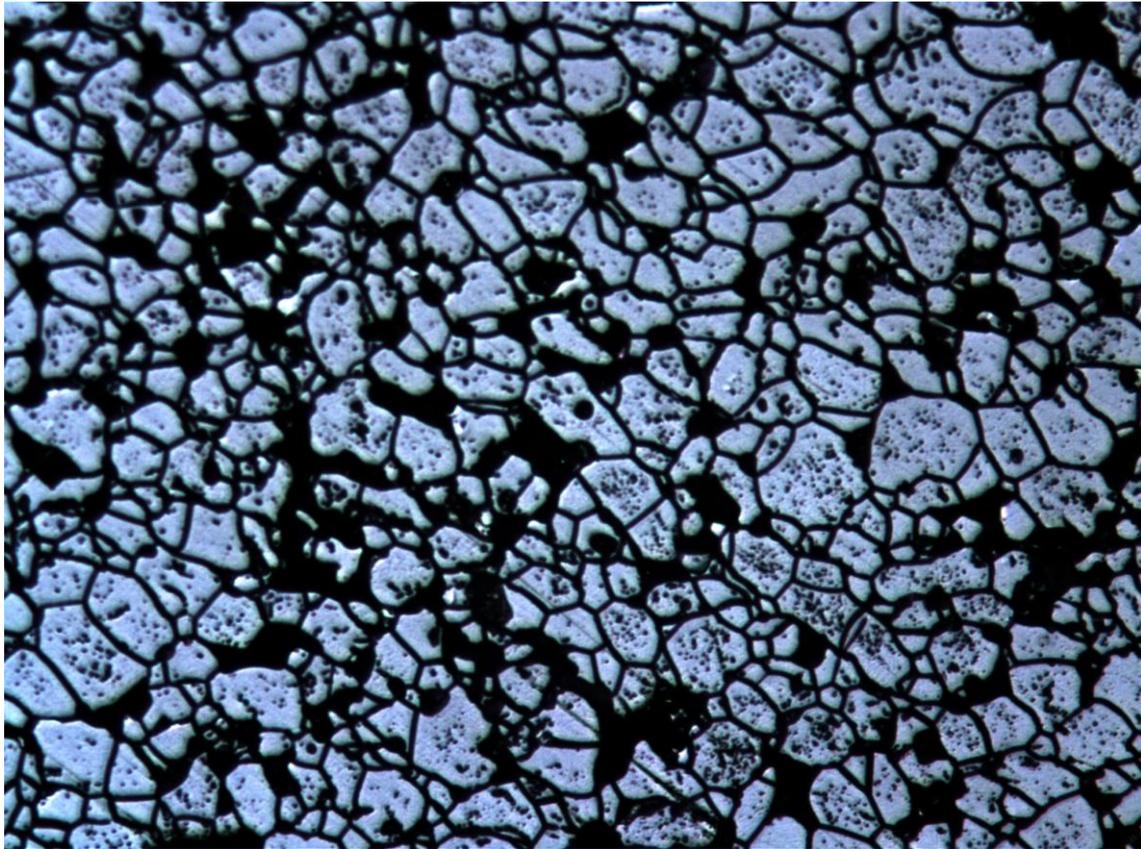
Micrografía n°20: Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



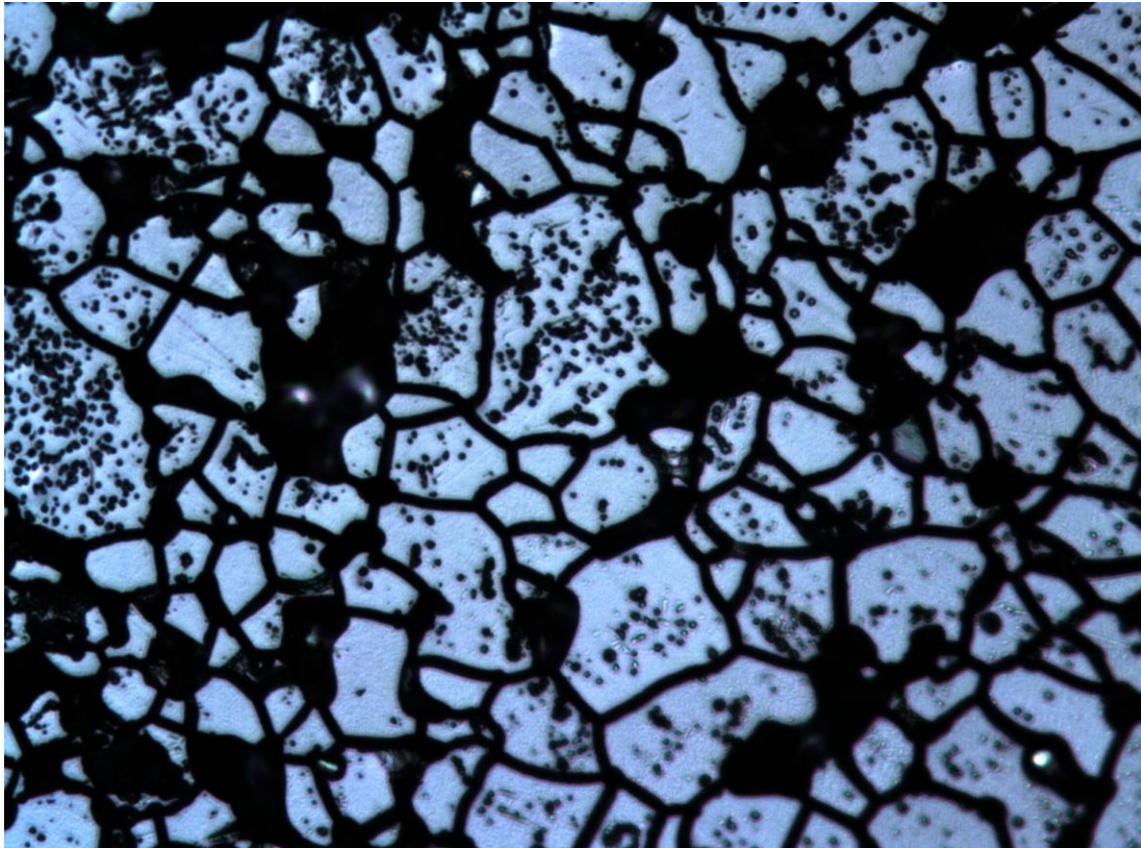
Micrografía n°21: Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



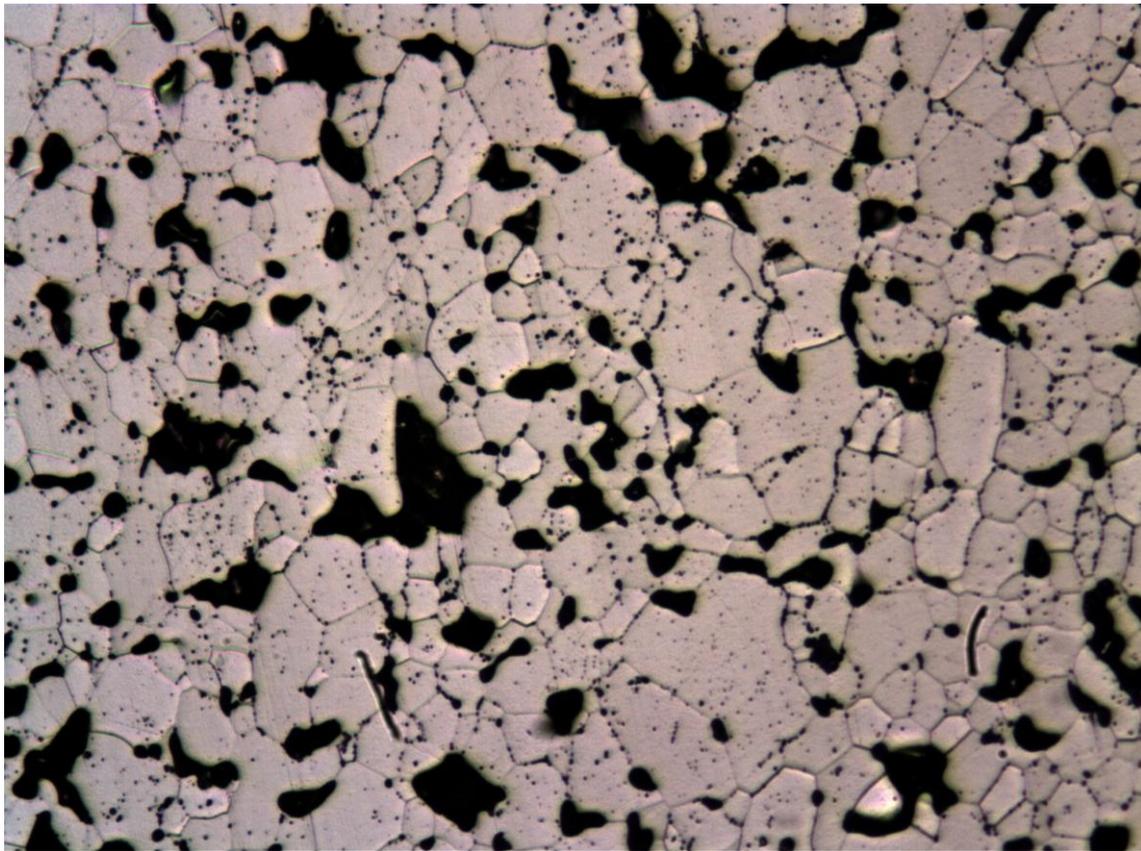
Micrografía n°22: Acero 316L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



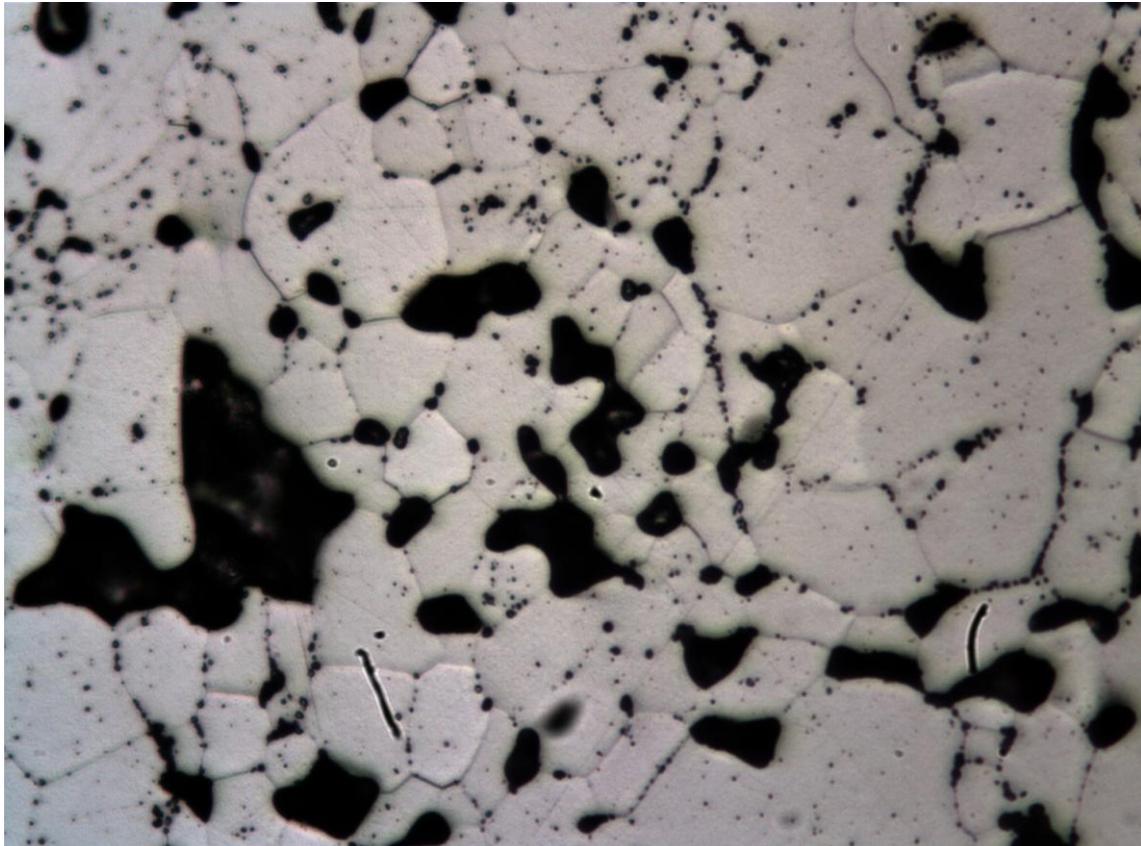
Micrografía n°23: Acero 430L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



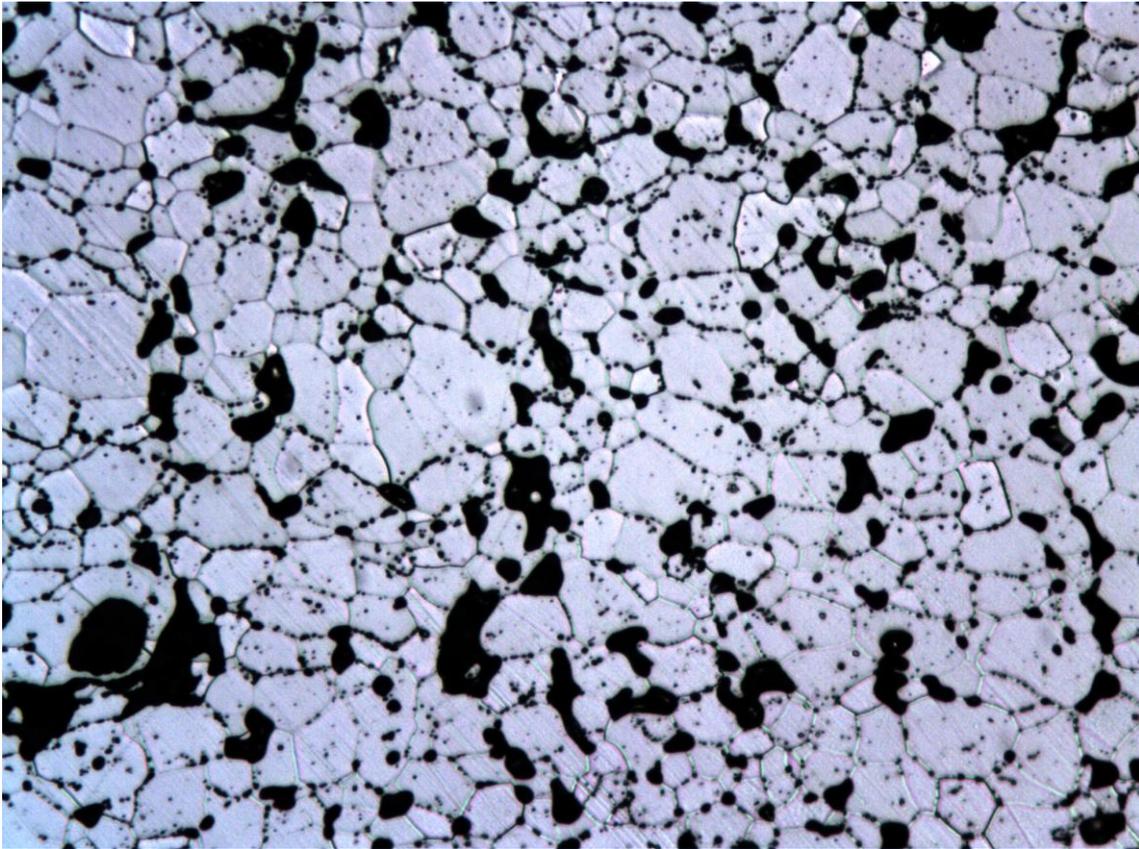
Micrografía n°24: Acero 430L, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



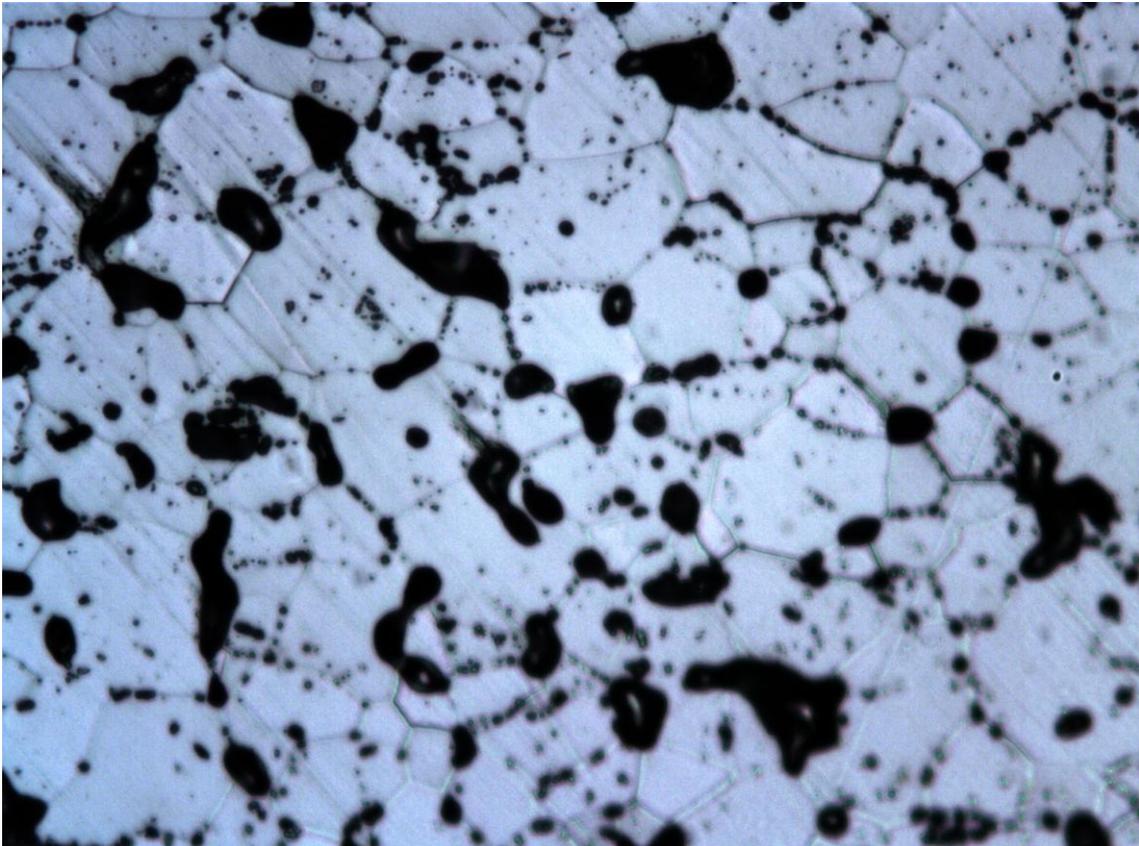
Micrografía n°25: Acero 430L, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



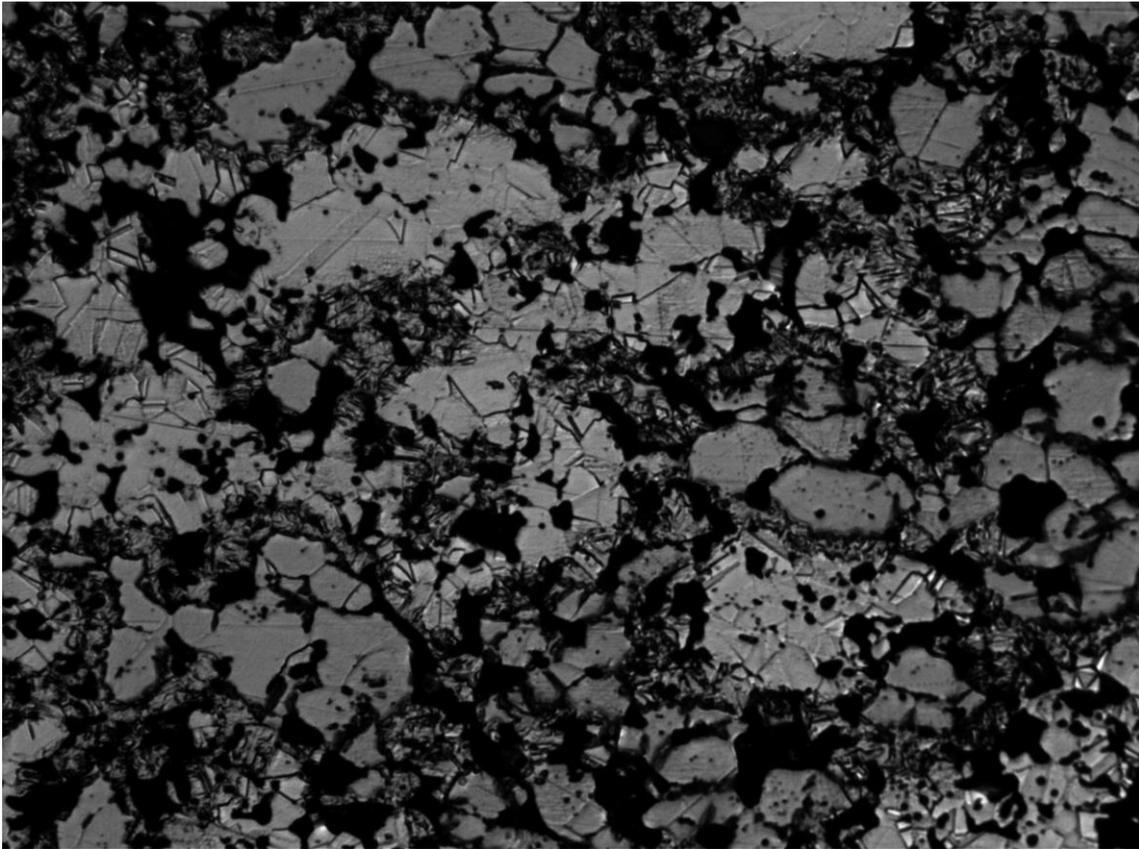
Micrografía n°26: Acero 430L, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



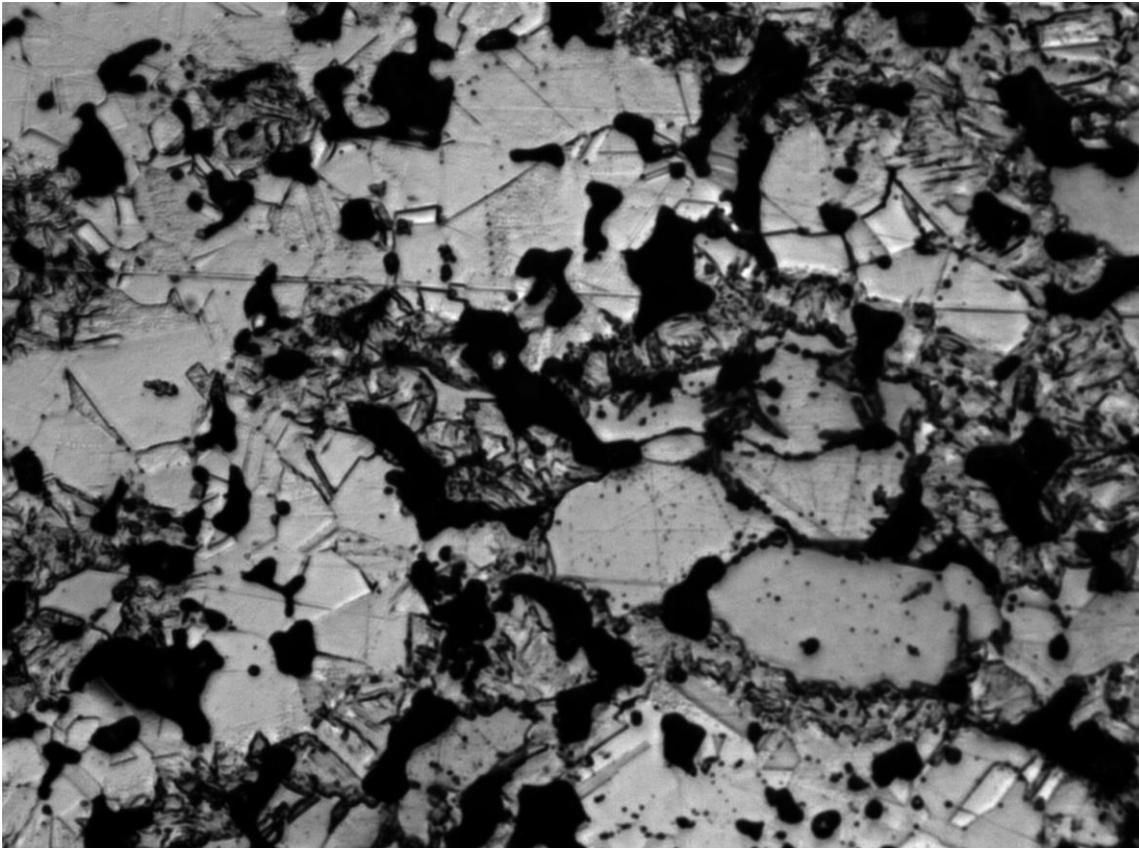
Micrografía n°27: Acero 430L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



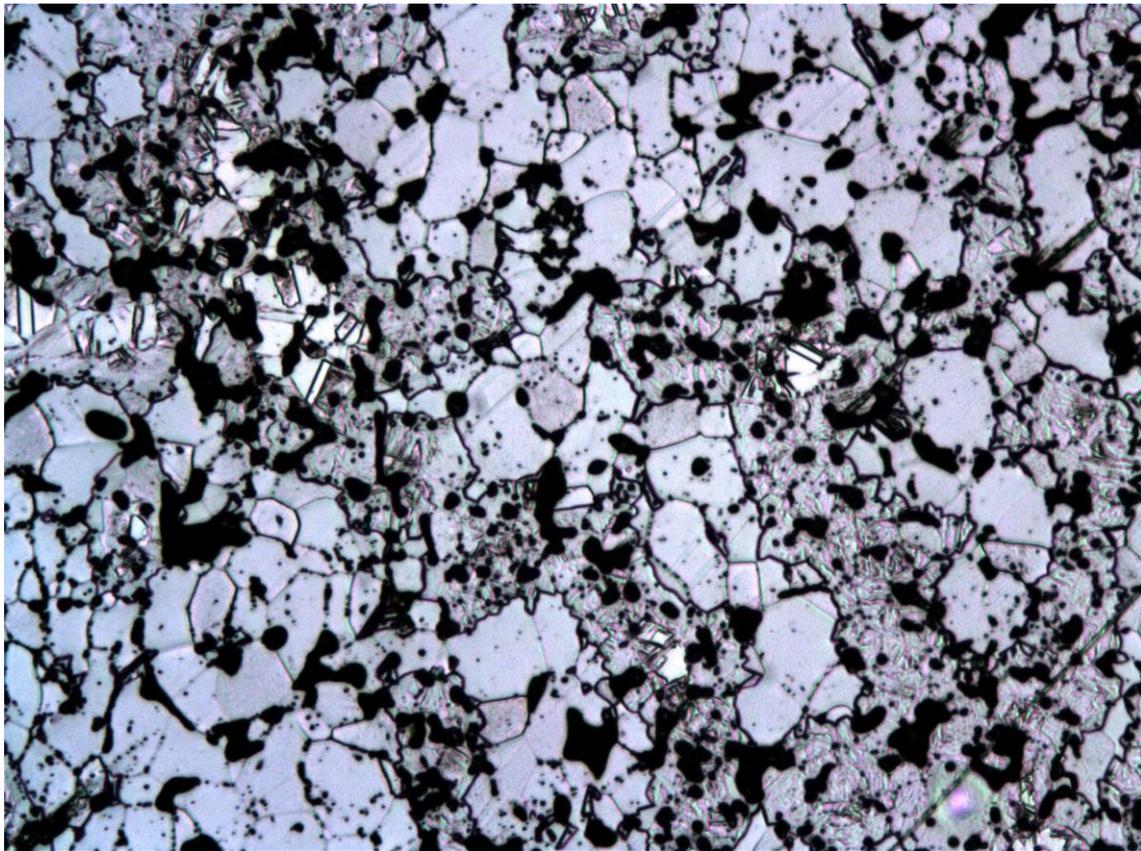
Micrografía n°28: Acero 430L, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



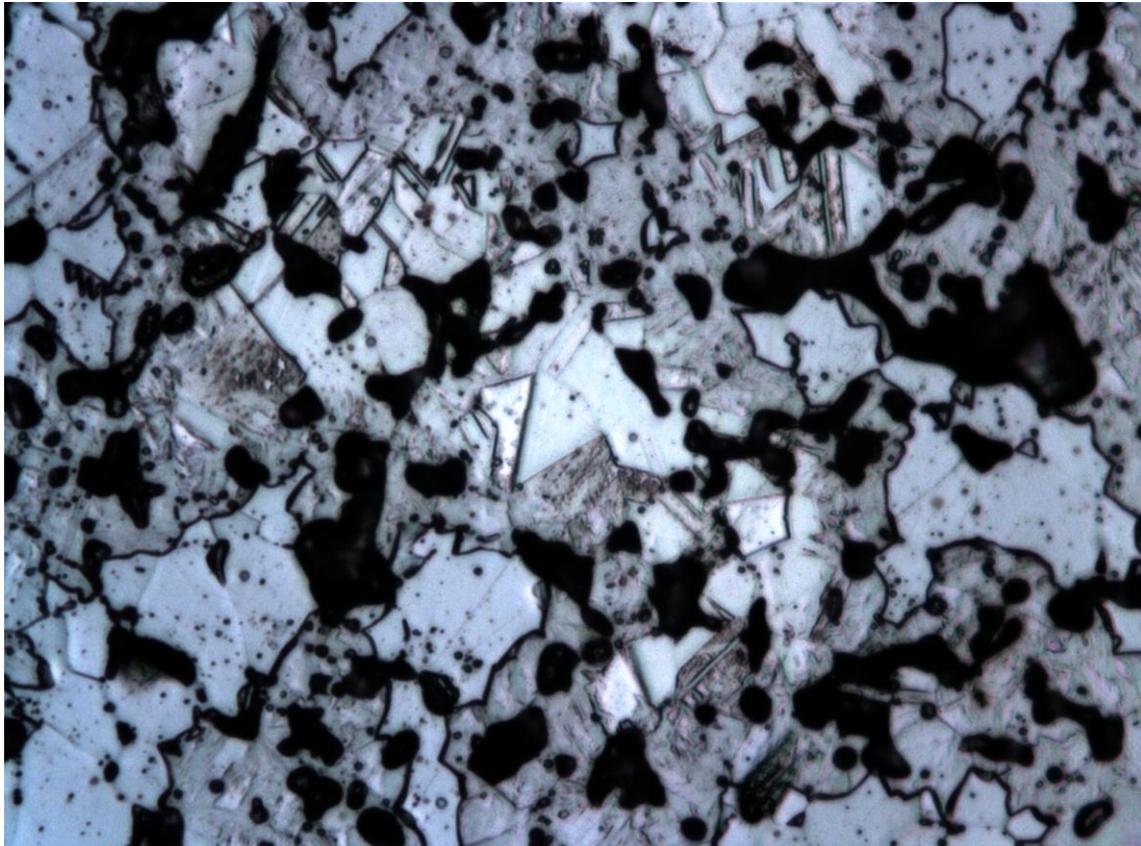
Micrografía n°29: Acero Dúplex 50/50, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



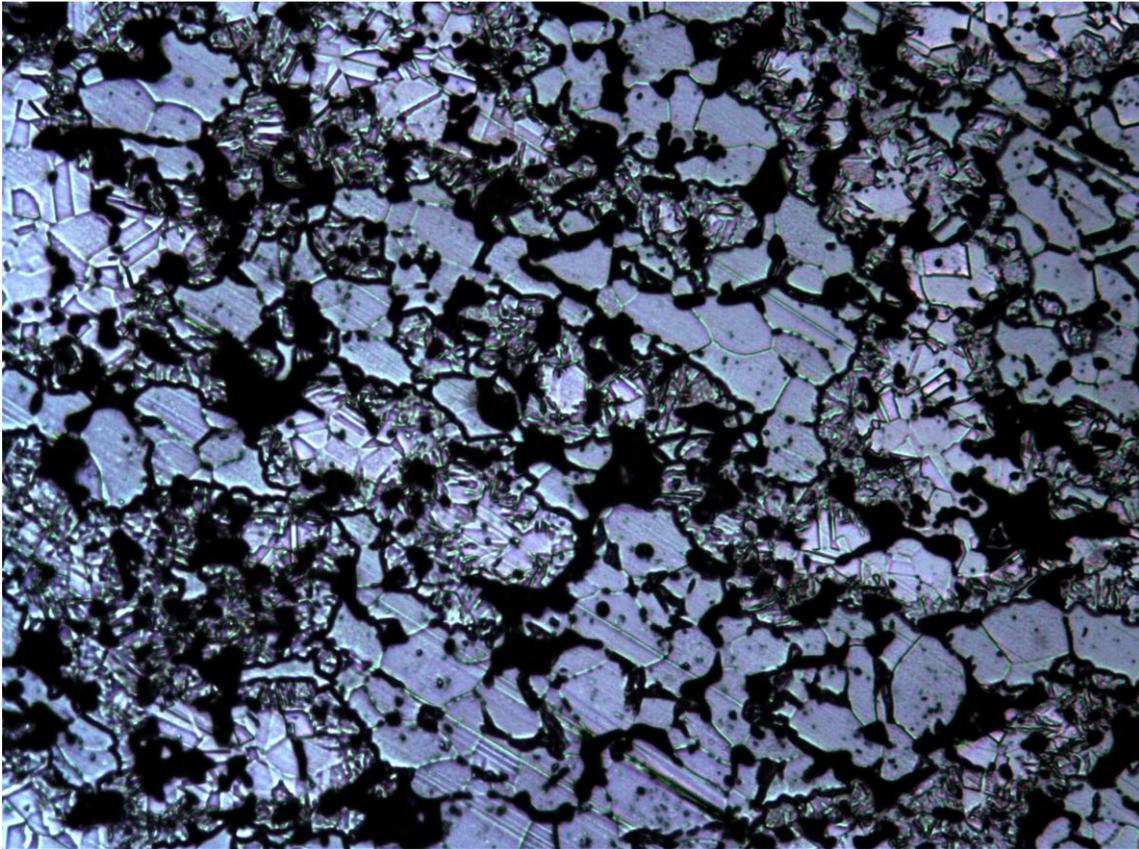
Micrografía n°30: Acero Dúplex 50/50, Comp: 475kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



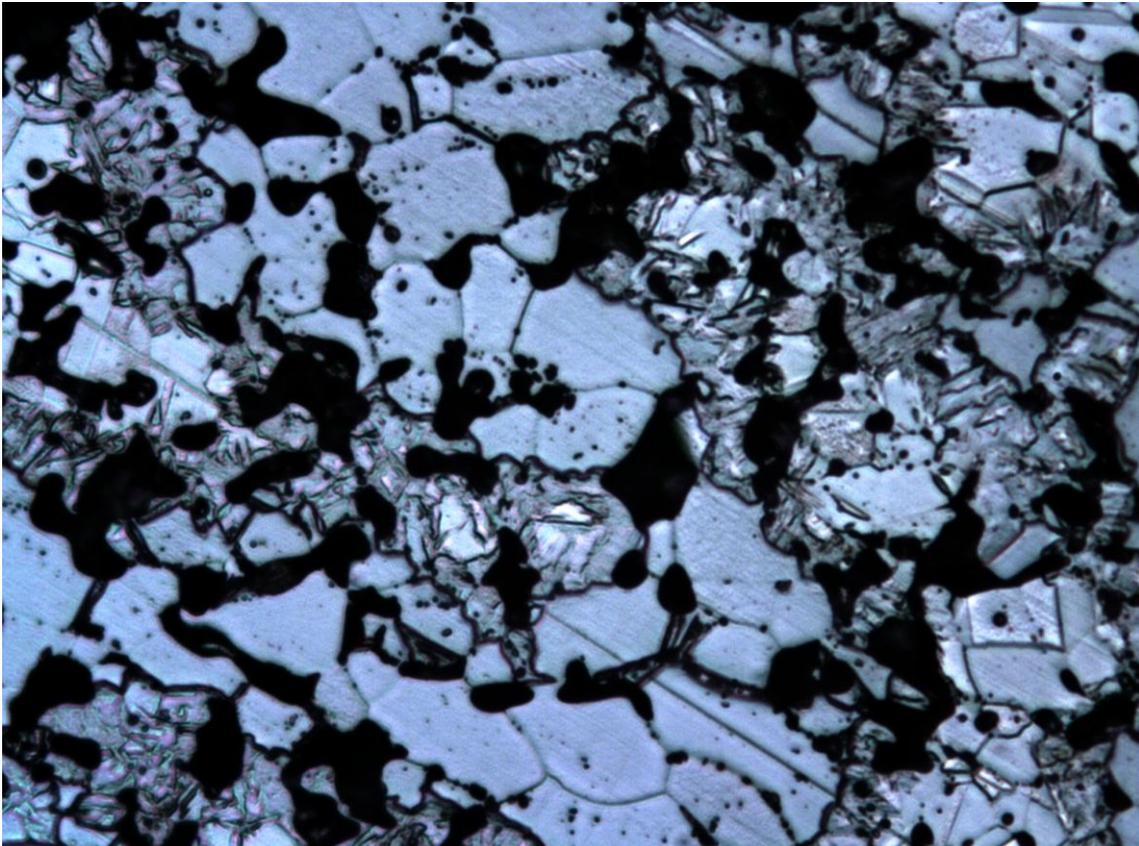
Micrografía n°31: Acero Dúplex 50/50, Comp: 475kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (100 aumen.).



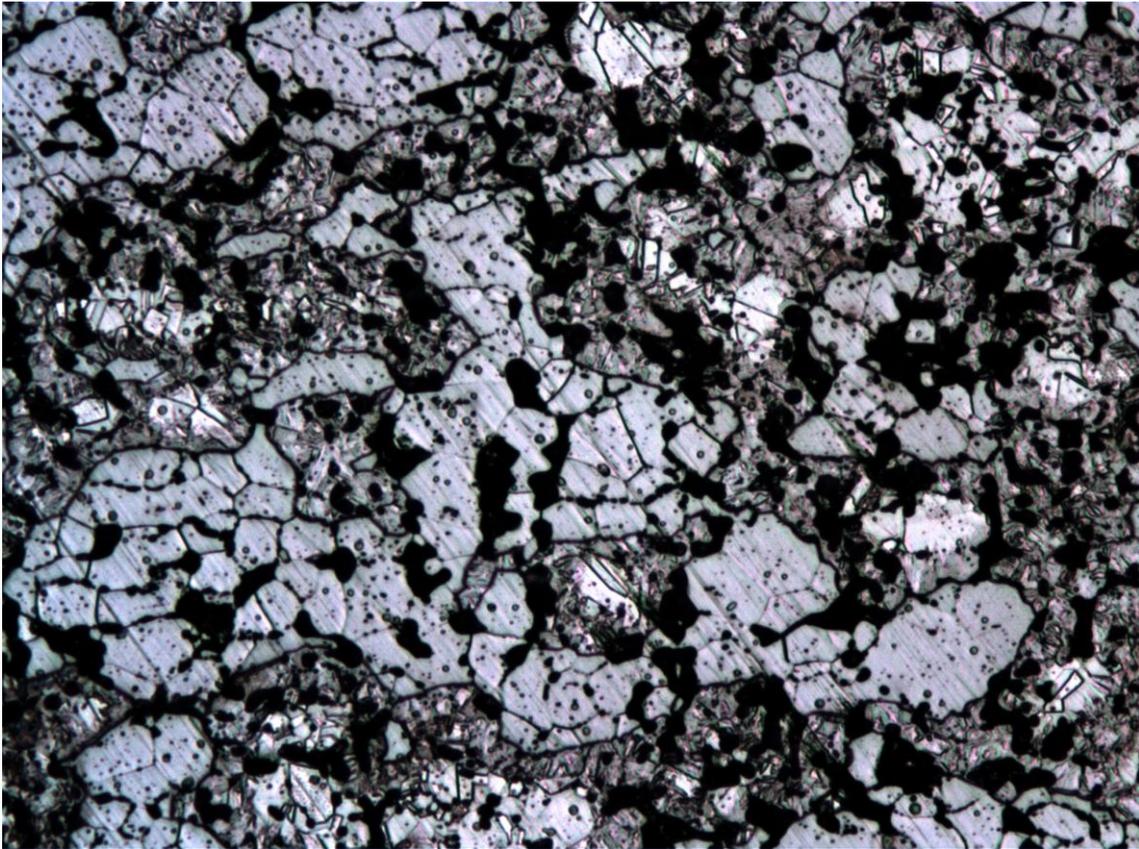
Micrografía n°32: Acero Dúplex 50/50, Comp: 475kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (200 aumen.).



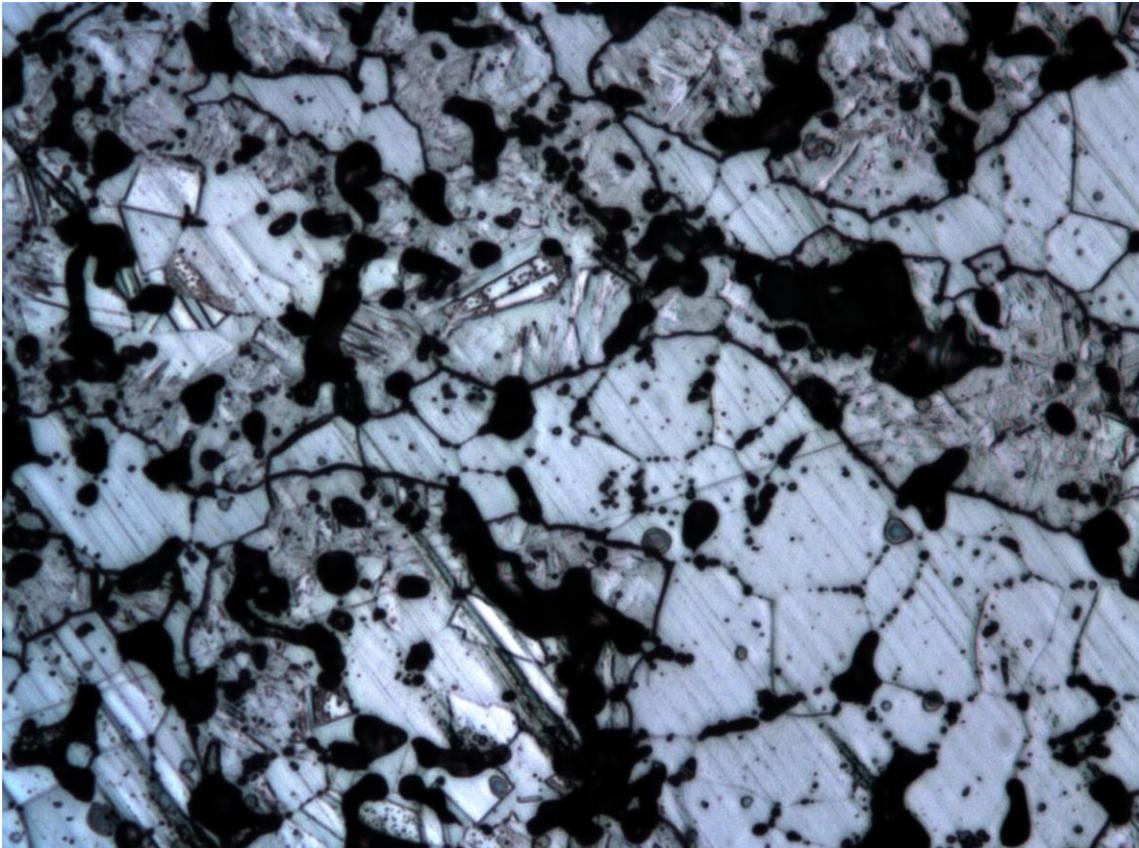
Micrografía n°33: Acero Dúplex 50/50, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (100 aumentos).



Micrografía n°34: Acero Dúplex 50/50, Comp: 432kN, Vac: 11Pa, Enf: Agua (200 aumentos).



Micrografía n°35: Acero Dúplex 50/50, Comp: 432kN, Vac: 0,062 Pa, Enf: Agua (100 aumen.).



Micrografía n°36: Acero Dúplex 50/50, Comp: 432kN, Vac: 0,062Pa, Enf: Agua (100 aumen.).

# **BIBLIOGRAFÍA**



## **9.-BIBLIOGRAFIA**

### **Libros de consulta:**

- 1) Davis J.R. "STAINLESS STEELS". Ed. ASM International. 1994.
- 2) Mosca, E. "POWDER METALLURGY"
- 3) "STANDARD TESTS METHODS FOR METAL POWDER AND POWDER METALLURGY PRODUCTS". Metal Powder Industries Federation. 1992.
- 4) "ASTM STANDARD". ASTM. Vol. 03.02.1993
- 5) Lei, G.H. y German, R.M. "CORROSIÓN OF SINTERED STAINLESS STEELS IN A SODIUM CHLORIDE SOLUTION". Modern Developments in Powder Metallurgy. 1985.
- 6) Ruiz, J.M., Torralba, J.M. "CORROSIÓN TEST METHODS STUDY FOR P/M AUSTENITIC STAINLESS STEELS". Science and technology of sintering.1987.
- 7) Moyer, W.R. y Jones, W.R. "STAINLESS STEELS FOR IMPROVED CORROSIÓN RESISTEANCE". Advances in Powder Metallurgy. 1991.
- 8) Herring, D.H. "CONSIDERATIONS IN ATMOSPHERE AND VACUUM SINTERIING", Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials. 1987.
- 9) Stratmann, M, Reynders, B, Grabke, H. "EFFECTS OF NITROGEN ON THE CORROSIÓN OF HIGH-NITROGEN AUSTENITIC STEELS". Technical Steel Research. Commission European. 1994.
- 10) Johnson, P.K. "P/M TECHNOLOGY TRENOS 1998". The International Journal of Powder Metallurgy. 1998.
- 11) "P/M APPLICATIONS". SP 1447/1999.
- 12) Conde y Santiago. G. "ACEROS INOXIDABLES, REFRACTARIOS Y CRIOGÉNICOS". Tomo I. 1971.
- 13) González Fernández. J.A. "CONTROL DE LA CORROSIÓN. ESTUDIO Y MEDIDA POR TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS", C.S.I.C: 1989.

### **Normativa**

- 1) "ASTM-A-262 STANDARD",
- 2) UNE-EN-ISO2740.
- 3) "ASTM STANDARD", Volume 03.01 Metals Mechanical Testing; Elevated and Low

Temperature Tests; Metallographic. E 112-88 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.

- 4) "ASTM STANDARD", Volume 01.03 A 763-93 (1999) e1 Standard Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Ferric Stainless Steels.
- 5) "ASTM STANDARD", G48-00 Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys. "ASTM STANDARD", B721-91 Standard Test Method for Micro hardness and Case Depth of Powder Metallurgy (P/M) Parts.

### **Artículos**

- 1) **Estudio comparativo de la resistencia a la corrosión de aceros inoxidables austeníticos clásicos, de muy bajo contenido en níquel y pulvimetalúrgicos.** Autor: José Ernesto b. Sáenz More. Directores: Dr. Enrique Otero Huerta y Dr. Ángel Pardo Gutiérrez del Cid. Universidad Complutense de Madrid 1994.
- 2) **Diseño y desarrollo de aceros inoxidables dúplex con bajo contenido en níquel.** Autor: Carlos del Campo Díaz. Universidad Politécnica de Madrid 1994.
- 3) **Caracterización mecánica de los materiales.** Universidad de Alcalá. Profesor Gonzalo Barluenga Badiola.2008.
- 4) **Sintered duplex stainless steels from premixes of 316L and 434L powders.** Department of Materials and Metallurgical Engineering, Indian Institute of Technology, Kanpur 208 016 India.
- 5) **Microstructure and Properties of Modern P/M Super Duplex Stainless Steels.** Olena Smuk. Department of Materials Science and Engineering. Royal Institute of Technology. Stockholm. Sweden.

