# INFORME TÉCNICO

# PROGRAMA ASTURIAS 2018-2020

TÍTULO DEL PROYECTO: DESARROLLO DE MATERIALES Y PROTOCOLO DE CARACTERIZACIÓN INTEGRAL PARA FABRICACIÓN ADITIVA.

REFERENCIA Nº: IDI/2018/000036

**Entidad Beneficiaria:**

**Investigador responsable: Jose Manuel Artímez Encina**

# ÍNDICE

1 INTRODUCCIÓN ..... 3

2 OBJETIVOS Y GRADO DE CUMPLIMIENTO ..... 3

3 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LOS TRABAJOS REALIZADOS ..... 4

3.1 DESARROLLO DE UN PROTOCOLO DE SELECCIÓN DE MATERIALES PARA ADITIVA (Hito 1) 4

3.1.1 Selección de polvos metálicos para fabricación aditiva ..... 4

3.1.2 Análisis de la procesabilidad para aditiva ..... 16

3.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL DE CALIDADES DE POLVO METÁLICO DE ASTURFER® PARA FABRICACIÓN ADITIVA (Hito 2) ..... 22

3.2.1 Elaboración experimental de polvo de acero ASTURFER® ..... 25

3.2.2 Elaboración experimental de polvo de acero ASTURFER-ODS ..... 30

3.3 CARACTERIZACIÓN DE POLVO METÁLICO PARA FABRICACIÓN ADITIVA (Hito 3) ..... 46

3.3.1 Desarrollo de un procedimiento de preparación metalográfica del polvo metálico 46

*3.4 Figura 29: Fenómeno de "drift" (desplazamiento intermitente del haz) durante la toma de imagen de un polvo metálico sometido a un procedimiento de preparación estándar.* ..... 48

*3.5 Figura 37: Imágenes de electrónico obtenidas sobre polvo metálico preparado con el segundo procedimiento propuesto.* ..... 55

3.5.1 Protocolo de caracterización de polvo metálico para fabricación aditiva ..... 55

3.5.2 Procedimiento de análisis del polvo durante su vida útil ..... 73

3.6 CARACTERIZACIÓN BÁSICA Y AVANZADA DE LAS PROBETAS IMPRESAS POR FABRICACIÓN ADITIVA (Hito 4) ..... 86

3.6.1 Determinación de los parámetros del proceso de impresión de las calidades experimentales. ..... 87

3.6.2 Caracterización básica y de las propiedades en uso ..... 105

3.6.3 Evolución de las propiedades de diseño en función de la geometría. ..... 147

3.7 CARACTERIZACIÓN DE PROTOTIPOS Y PIEZAS FINALES (hito 5) ..... 179

3.7.1 Puesta a punto de ensayos para la determinación del nivel de tensiones residuales en piezas elaboradas por fabricación aditiva ..... 179

3.8 Diseño de un protocolo de caracterización integral para fabricación aditiva (Hito 6) .. 208

4 CONCLUSIONES ..... 219

# 1 INTRODUCCIÓN

Tanto el desarrollo de nuevos materiales para fabricación aditiva como la cualificación del proceso y la certificación de piezas impresas son campos cuyo desarrollo es fundamental para avanzar hacia la implantación de esta tecnología de fabricación en el tejido industrial. Desde el punto de vista industrial, las tecnologías de fabricación aditiva por fusión laser localizada (LB-PBF por sus siglas en inglés) se perciben como una gran oportunidad por las ventajas que aportan, especialmente en lo que se refiere a libertad de diseño. Pero también hay que tomar en cuenta algunas dificultades como, por ejemplo, el elevado número de variables que intervienen en el todo proceso de fabricación aditiva (desde la atomización de la materia prima, hasta la impresión propiamente dicha de la pieza final); o la anisotropía que genera sobre el producto final la fabricación de componentes por capas. Para afrontar los retos que plantea la implantación masiva de la fabricación aditiva, se debe desarrollar el conocimiento y los protocolos necesarios para el control tanto de la materia prima en formato de polvo metálico como del material impreso. Por supuesto, también es necesario sentar las bases metalúrgicas que condicionan el desarrollo de nuevas calidades de polvo metálico para fabricación aditiva.

Son estas necesidades las que han motivado la realización del presente proyecto, ligado a la consolidación de una línea de actividad que tiene el ambicioso objetivo de cubrir toda la cadena de valor de la fabricación aditiva de piezas metálicas y que aborda el desarrollo de capacidades necesarias para la certificación de materiales impresos y componentes 3D.

# 2 OBJETIVOS Y GRADO DE CUMPLIMIENTO

El proyecto, desarrollado en las anualidades 2018-2020, tiene como principal objetivo adquirir el conocimiento necesario para poder situarse como **centro de referencia en la caracterización de piezas impresas por fabricación aditiva** y en una situación de privilegio para abordar tareas de certificación y cualificación. Téngase en cuenta que varios Organismos están elaborando en la actualidad diferentes normas para poder abordar la certificación de materiales impresos.

Por lo tanto, ha sido necesario desarrollar técnicas de caracterización de la materia prima (el polvo metálico), del material impreso y de la pieza final. De esta manera se podrán correlacionar las propiedades finales de una pieza con el proceso completo de fabricación. Para cumplir este objetivo general se han descrito una serie de **objetivos específicos**:

1. Elaboración de un procedimiento multidisciplinar para (1) la definición de las propiedades en uso críticas de una determinada pieza 3D según su aplicación final, (2) el desarrollo de una nueva calidad (si fuese necesario) ó (3) la selección del material y proceso de fabricación más adecuados.
2. Definición de un protocolo de caracterización completa de polvo metálico para fabricación aditiva, que implicará la introducción y adaptación de nuevas técnicas de caracterización.
3. Definición de un protocolo de caracterización de probetas y piezas obtenidas por fabricación aditiva en función de la responsabilidad de las mismas o de sus propiedades en uso.

4. Análisis de la evolución de las propiedades básicas y de base diseño en la pieza final en función de su geometría con el fin de conocer los límites de la tecnología de fabricación aditiva para un determinado polvo metálico.
5. Desarrollo de un procedimiento de evaluación de las condiciones de contorno de piezas 3D durante su vida en servicio y simulación en laboratorio del comportamiento de las mismas en condiciones reales de uso.
6. Validación de los protocolos desarrollados sobre una pieza industrial y sobre un componente 3D obtenido por fabricación aditiva a partir de un polvo a desarrollar a lo largo del proyecto.

# 3 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LOS TRABAJOS REALIZADOS

## 3.1 DESARROLLO DE UN PROTOCOLO DE SELECCIÓN DE MATERIALES PARA ADITIVA (Hito 1)

### 3.1.1 Selección de polvos metálicos para fabricación aditiva

En esta tarea nos planteamos como objetivo seleccionar el material ideal para la fabricación aditiva de dos componentes en los que esta tecnología de fabricación tiene un elevado potencial de aplicación. Los materiales seleccionados no formarán parte, con toda seguridad, del catálogo de polvos metálicos disponibles en el mercado. Posteriormente haremos acopio de dicho material en formato de chapa y analizaremos su aptitud a ser empleado en un proceso de atomización y fabricación aditiva mediante fusión localizada por láser. Se llevarán a cabo unas pruebas sobre ambos materiales que nos permitirán anticipar si los materiales seleccionados se podrían usar, como materia prima en forma de polvo metálico, en la fabricación aditiva. Es muy probable que el material seleccionado no exista en formato de polvo para fabricación aditiva. Por lo tanto, con el fin de llevar a cabo las demás tareas del proyecto, seleccionaremos el polvo metálico cuyas propiedades (una vez impreso) sean lo más parecidas a las del material ideal, seleccionado en la presente tarea.

A continuación se muestra el objetivo de la presente tarea, en el proceso de selección y caracterización que se ha diseñado.

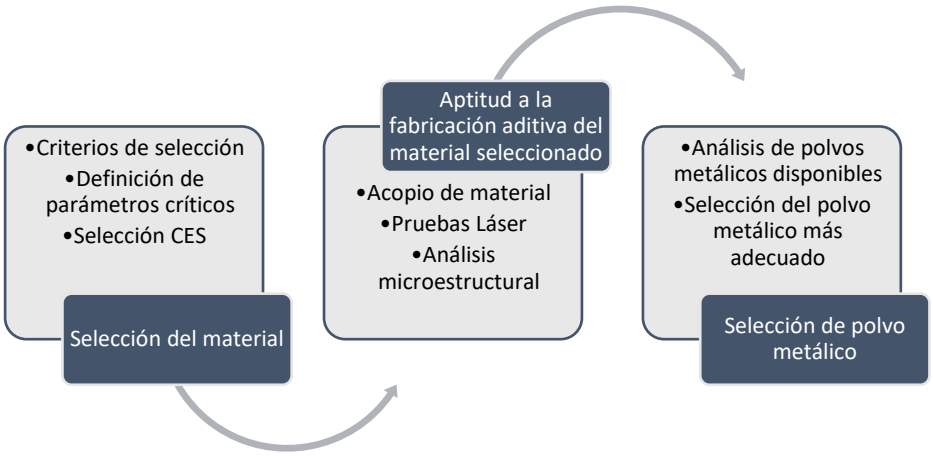



*Figura 1: El objetivo de la presente tarea es la selección del material (para dos aplicaciones distintas), el análisis de su aptitud a ser atomizado e impreso mediante sinterizado láser y la selección del polvo metálico más adecuado de los existentes en el mercado a día de hoy.*

**Aplicación 1: Moldes para inyección de plástico reforzado con fibra de vidrio.**

Se ha llevado a cabo la selección del material ideal para una aplicación en la que una de las principales propiedades en uso es la resistencia al desgaste. Se trata, en concreto, de utillajes para la inyección de plásticos reforzados con fibras de vidrio. Estos utillajes (moldes de inyección) están expuestos a unas condiciones de uso muy severas. Están sometidos a ciclos termomecánicos que inducen en la pieza los correspondientes esfuerzos de fatiga; de origen térmico y mecánico. Además, el molde de inyección está sometido a un fenómeno de desgaste muy acusado como consecuencia de la elevada dureza de los refuerzos abrasivos del material inyectado. Debido al elevado coste de dichos moldes, la posibilidad de reparación en caso de desgaste o el cambio a un diseño más duradero, serían opciones adecuadas para reducir costes y aumentar la vida útil del componente.

El uso de la fabricación aditiva para la reparación de moldes de inyección o el diseño de nuevas geometrías más complejas se justifica tomando en cuenta que es posible reconstruir partes con geometrías complejas y canales internos estratégicamente situados en posiciones “imposibles” cuando se fabrican mediante procesos convencionales. Estos canales internos pueden, no sólo aumentar la vida útil de la parte reconstruida o modificada, sino también disminuir el tiempo de ciclo de fabricación. Este proceso puede reducir notablemente los tiempos de parada de máquina ya que la modificación o reparación puede diseñarse a partir del modelo 3D del molde original y estar lista en el momento en el que se vaya a producir el injerto sobre el molde desgastado. En ese momento, sería necesario una preparación del molde para la unión de la nueva parte.

#### 3.1.1.1 Criterios de selección

Tal y como se indicó anteriormente, las principales propiedades en uso para la aplicación elegida (moldes de inyección de plástico reforzado con fibra de vidrio) son las siguientes:

- Elevada dureza, resistencia al desgaste y estabilidad microestructural.
- Buena resistencia a la corrosión como consecuencia de la refrigeración interna de agua.
- Elevada resistencia a la fatiga termomecánica.
- Elevada conductividad térmica.
- Bajo coeficiente de dilatación térmica.

#### 3.1.1.2 Protocolo de selección de los parámetros críticos

Evidentemente, una selección que se llevase a cabo considerando cada uno de los criterios anteriores por separado, no permitiría seleccionar el material óptimo; pues se estaría dando todo el peso de la selección a uno de tales requisitos. El método que se ha elegido para seleccionar el material ideal para la aplicación descrita indicada anteriormente, toma en consideración los siguientes aspectos:

- Establecer un umbral (máximo o mínimo) para cada una de las propiedades de diseño. Por ejemplo, maximizar la temperatura de trabajo (para asegurar la estabilidad microestructural), maximizar la dureza (para asegurar una resistencia al desgaste mínima), maximizar el coeficiente de conductividad térmica (para evitar gradientes de tensión de origen térmico), minimizar el coeficiente de expansión térmica (para aminorar las tensiones por variación dimensional del molde ligada a los ciclos térmicos) y maximizar la rigidez, la tenacidad al impacto, la tenacidad a la fatiga y la resistencia a la fatiga.

- Maximizar el parámetro de selección (PS) ponderado, en la ventana de propiedades mínimas referidas en el punto anterior. Es decir, una vez seleccionados todos los materiales que satisfagan las propiedades en uso, se empleará un parámetro de selección como el siguiente: $PS=100 * \Sigma (K_i*P_i/P_m)$; siendo Pi la propiedad del material en cuestión, Pm el mejor valor de la propiedad entre los materiales preseleccionados y Ki el factor de ponderación de cada propiedad (siendo $\Sigma (K_i)=1$). En el caso que nos ocupa el parámetro de selección tendrá como objetivo maximizar la relación PS y la estabilidad térmica. El parámetro PS representa la puntuación del material en base a su dureza, temperatura de trabajo, resistencia a la fatiga y tenacidad. La estabilidad térmica será función de la relación entre el coeficiente de conductividad térmica y el coeficiente de dilatación térmica (la estabilidad térmica aumentará en la medida que lo haga dicha relación).

Selección del material (asistida por la aplicación CES: Cambridge Engineering Selector)

Entre todos los materiales metálicos que existen en la base de datos que emplea dicha aplicación (1731), se han seleccionado aquellos que satisfacen los siguientes límites:

- Dureza superior a 50 HRC (considerada como dureza de referencia de los aceros actualmente empleados para la aplicación referida)

- Estabilidad térmica hasta los 400 ºC (temperatura máxima de servicio estimada)
- Conductividad térmica superior a los 25 W/m·K
- Coeficiente de expansión térmica lineal menor que 14 µstrain/C
- Rigidez (módulo de Young) superior a 180 GPa a temperatura ambiente y superior a 150 GPa hasta 400 ºC
- Tenacidad a la fractura superior a 20 MPa·$m^{1/2}$
- Excelente resistencia al desgaste
- Resistencia a la fatiga (10 millones de ciclos) superior a 200 MPa (límite de endurancia)
- Elevada resistencia a la corrosión por agua
- Elevada resistencia a la oxidación (hasta 500 ºC)

Tomando en cuenta estos límites, en la siguiente figura se muestran los 58 materiales que satisfacen dichos requisitos ordenados según su dureza (sólo se hace referencia en la figura a alguna de las calidades preseleccionadas, que, como se puede notar, consisten en aceros de herramienta y aceros para temple y revenido).

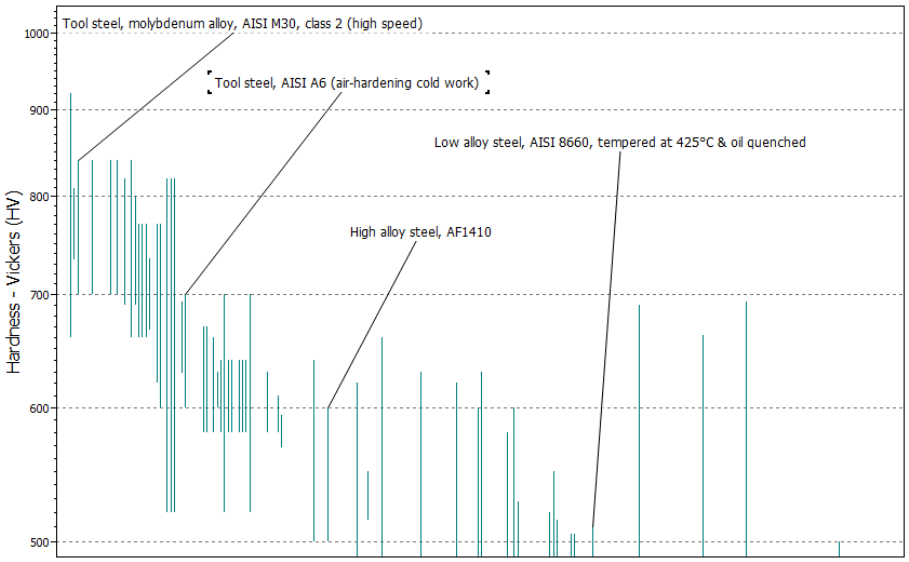



*Figura 2: Preselección de los materiales ordenados según su dureza. De los 1731 materiales metálicos que contiene la base de datos empleada, sólo 58 satisfacen los requisitos de la preselección.*

En la siguiente figura se muestra el resultado de la clasificación realizada tomando en cuenta las principales propiedades en uso medidas por el parámetro PS (dureza, resistencia a la fatiga, tenacidad, etc.) y la estabilidad térmica (expresada como el cociente entre la conductividad térmica y el coeficiente de dilatación térmica lineal).

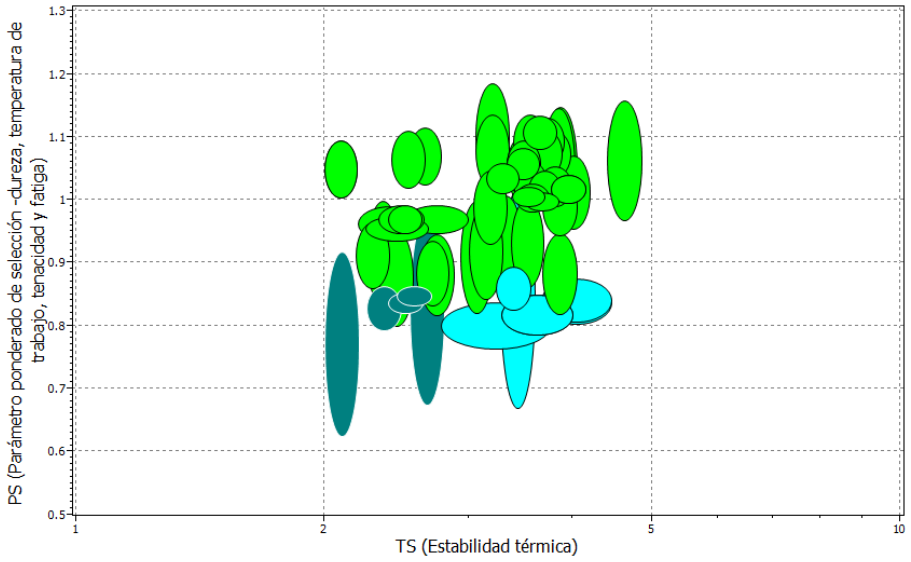



*Figura 3: Clasificación de los materiales en función de su estabilidad térmica y propiedades en uso. Los globos de color verde claro representan aceros de herramientas, los globos de color azul muestran la ubicación de aceros de baja aleación y los globos de color verde oscuro la de aceros aleados.*

La selección se ha ajustado a aquellos aceros con un índice de estabilidad superior a 4 y un parámetro de comportamiento superior a 1; y en entre estos se ha seleccionado como candidato ideal el **acero martensitico inoxidable Fecroni 1800 para moldes de inyección**. Se trata de un metal de base hierro con un contenido (% en peso) de 0.65 % de carbono, 0.3 % de silicio y 0.3 % de manganeso, aleado con níquel (0,3 %) y cromo (16%). Destaca su elevada resistencia a la corrosión, su buena estabilidad térmica y resistencia al choque térmico. Su dureza en caliente es elevada, así como su resistencia al desgaste y tenacidad. Su dureza, es superior a los 50 HRC.

Partiendo del acero seleccionado, nos planteamos además cual sería el equivalente de los disponibles en formato polvo para fabricación aditiva. En el ámbito de los aceros, el abanico de posibilidades es reducido y aunque existen varias aleaciones en proceso de desarrollo, cuando hablamos de un polvo comercial nos referimos también a aquellos cuyos parámetros estan desarrollados por el fabricante de las máquinas de fabricación aditiva. Con estas restricciones, en el campo de los aceros inoxidables martensíticos solamente nos encontramos con una opción disponible para las máquinas LB-PBF que vamos a usar en este proyecto. El **acero inoxidable martensítico endurecible por precipitación PH17-4.** Este material, si bien no cumple todas las características que se le han exigido al ideal seleccionado durante esta tarea, será el que más se asemeje y el que seleccionaremos como material comercial de referencia para la aplicación 1.

Este procedimiento de selección pone de manifiesto la necesidad de desarrollar nuevos materiales para fabricación aditiva; una de las principales necesidades que es necesario abordar para que esta tecnología se implante a escala industrial.

**Aplicación 2: Colector hidráulico de un robot autónomo de uso militar.**

Una de las aplicaciones tendrá como principal propiedad en uso su resistencia a la fatiga. Hemos pensado en esta propiedad por ser una de las más limitantes de las piezas obtenidas por fabricación aditiva. Nos hemos planteado uno de los ejercicios más habituales: la sustitución de una pieza fabricada por medios convencionales (mecanización de producto siderúrgico) por una pieza 3D

impresa a partir de polvo metálico. Será una pieza sometida a condiciones de contorno complejas con el fin de poner en valor el carácter multidisciplinar de la selección idónea de la aleación.

La pieza seleccionada es un colector hidráulico de un robot autónomo de uso militar (véanse las figuras 4 y 5). El intrincado diseño de esta pieza, unido a la poca posibilidad de optimización cuando se fabrica por medios convencionales, hace de este elemento un candidato óptimo para producirlo por fabricación aditiva, técnica especialmente útil para fabricar piezas con canales internos de geometrías complejas. Por otra parte, este tipo de colectores hidráulicos comúnmente se ven sometidos a grandes y frecuentes cambios de presión, originando tensiones variables que pueden conducir a un fallo por fatiga que afecte a la funcionalidad componente a lo largo de su vida en servicio.




*Figura 4: Familia de robots autónomos de aplicación militar de la compañía Boston Dynamics*



*Figura 5: Optimización del diseño de un colector hidráulico: diseño original y diseño optimizado para fabricación aditiva.*

Resumiremos a modo de introducción las características del componente analizado en el contexto de la aplicación estudiada: un colector hidráulico de un robot autónomo militar.

Los robots autónomos militares han desarrollado un espectacular avance en los últimos años gracias al progreso de la inteligencia artificial y de la sensórica avanzada, que los dotan de una autonomía y capacidad de adaptación a las condiciones del entorno excepcionales. Sin embargo, su capacidad de procesamiento de datos y toma de decisiones serían inútiles si no se pudiesen materializar en acciones tangibles. La mecatrónica de estos robots cobra especial importancia para poder trasladar las órdenes procesadas en la CPU en acciones físicas. En muchos casos, la mecatrónica de estos robots está basada en sistemas hidráulicos.

Estos sistemas confieren al robot de una elevada versatilidad y precisión de movimientos, gran potencia, fiabilidad, un peso moderado y la capacidad de ser accionado por diversos tipos de fuentes de energía (motor de combustión interna, motor eléctrico, pila de combustible…).

En este tipo de robots autónomos, la ligereza y tamaño de los componentes juegan un papel crucial para conseguir un menor consumo de energía (y por tanto más tiempo de operación) y unas mejores capacidades dinámicas. Uno de los componentes más pesados y con mayor oportunidad de mejora es el colector hidráulico. Se trata del elemento sobre el cual se fijan buena parte de los elementos del circuito hidráulico y permite distribuir el flujo del fluido hidráulico entre ellos de una manera compacta y fiable.

Para ello, en vez de unir los distintos elementos por medio de tuberías o latiguillos flexibles, se suele mecanizar un bloque macizo sobre el cual se realizan distintos taladros que se intersecan y forman los canales a través de los que circula el fluido hidráulico. Por tanto, la base del diseño convencional es muy primitiva: se parte de un prisma cuadrangular macizo al que se le practican numerosos taladros perpendiculares a sus caras. Muchos de ellos se intersecan en su interior y se forma una red de canales interiores que conectan los distintos orificios de las caras exteriores del colector en las que se conectarán los distintos elementos (servo-válvulas, sensores, acumuladores, latiguillos hacia bombas y cilindros hidráulicos…). Buena parte de los canales practicados no es necesario que tengan salida al exterior, por lo que se deben cerrar mediante tapones.

Esta forma constructiva presenta dos grandes inconvenientes: la poca optimización del volumen de material, que da lugar a piezas pesadas; y la generalización de codos a 90º sin radios de acuerdo que impiden un flujo óptimo y dan lugar a caídas de presión, desgaste y pérdida de eficiencia energética. Además, hay inconvenientes adicionales como que los canales cerrados por medio de tapones dan lugar a zonas de baja velocidad de flujo donde se pueden depositar impurezas y suciedad; y el riesgo de que desalineamientos durante el mecanizado (debidos al alto valor de la relación entre profundidad y diámetro de la broca) den lugar a paredes entre canales de menor espesor que el diseñado.

La fabricación de este componente mediante fabricación aditiva evitaría estos inconvenientes ya que, por una parte, se puede imprimir la cantidad de material estrictamente necesaria para construir los canales por los que circula el fluido, y, por otra parte, se pueden diseñar estos canales con una geometría (ángulos y radios de acuerdo, transiciones entre diámetros…) optimizada para un mejor flujo y funcionalidad del componente. Algunos estudios realizados permiten anticipar una reducción del volumen de la pieza del 80 % y una mejora del flujo hidráulico del 60 %.

Una vez conocido el funcionamiento del componente y las oportunidades de mejora en caso de fabricarlo por aditiva, comenzaremos con la selección de los materiales más adecuados para el

colector hidráulico. Empezaremos para ello con un análisis riguroso de las propiedades y requisitos que debe cumplir el componente. Podemos agrupar las propiedades en cuatro grandes grupos: propiedades químicas, físicas, mecánicas y tecnológicas.

Entre las propiedades químicas destaca la resistencia a la corrosión al ambiente externo y el potencial electroquímico. El primero de ellos tendrá una mayor o menor importancia en función del lugar y condiciones de trabajo del equipo para la superficies externas; mientras que los canales internos se verán afectados por las características del fluido hidráulico.

En nuestro caso, el elemento estará expuesto a condiciones ambientales adversas, trabajando tanto en la intemperie como incluso en ambientes químicamente agresivos. Además, y en función del tipo de fluido hidráulico utilizado (de base acuosa, fluido sintético, mineral…) se puede producir corrosión en los canales internos. Se requiere por tanto una elevada resistencia a la corrosión que puede conseguirse a través de la propias características del material como a través de algún tratamiento superficial posterior.

El potencial electroquímico toma importancia cuando el componente está con contacto directo con otro tipo de metal, que en caso de que tengan potenciales de oxidación diferentes pueden dar lugar a pilas galvánicas y por tanto a una oxidación localizada acelerada. Nuestro componente irá atornillado al resto de la estructura metálica y a su vez se le conectarán servo válvulas, electroválvulas, racores y latiguillos metálicos, siendo por tanto importante el análisis de la compatibilidad electroquímica de los materiales adyacentes.

En cuanto a las propiedades físicas analizaremos la densidad, coeficiente de dilatación y conductividad térmica. La densidad juega un papel crucial en este elemento, ya que al tratarse de un dispositivo autónomo cuanto más ligero sea más horas de funcionamiento alcanzará y mejores características dinámicas tendrá. Ha de tenerse en cuenta sin embargo que, gracias a la elevada versatilidad de las técnicas de fabricación aditiva, el diseño del colector hidráulico podrá optimizarse hasta límites inalcanzables mediante las técnicas de fabricación convencionales. Por tanto, el volumen y el peso del componente fabricado por AM será mucho menor sin necesidad de utilizar materiales de menor densidad.

El coeficiente de dilatación y la conductividad térmica juegan un papel secundario. A pesar de que por el interior del colector circule fluido hidráulico a temperaturas moderadas (40-70 ºC), las posibles distorsiones térmicas o transferencias de calor en el colector no tendrán apenas influencia en la funcionalidad del equipo.

Las propiedades mecánicas juegan un papel importante en la selección del material adecuado para nuestra aplicación. Se debe tener en cuenta de que se trata de un componente sometido a presión interna de entre 100 a 300 bar, y que en algunas partes del componente esta presión será constante mientras que en otras partes será variable. Las propiedades mecánicas analizadas son la resistencia a la tracción, el módulo elástico, dureza, la resistencia a la fatiga, tenacidad a la fractura y la resistencia al desgaste.

La resistencia a la tracción tiene un papel significativo en este componente por los elevados esfuerzos mecánicos a los que está sometido, siendo la principal en este caso la presión interna del fluido hidráulico. Además, se deben tener en cuenta las tensiones debidas a los aprietes de los racores o conexiones hidráulicas así como los esfuerzos dinámicos generados por los componentes

fijados al colector durante el funcionamiento del robot en un terreno irregular o tras alguna incidencia (golpes, caídas, impactos de objetos…). El modulo elástico del material no tiene mayor transcendencia en la funcionalidad del diseño al no haber interferencias mecánicas con otros componentes.

La resistencia a la fatiga es una de las propiedades críticas en este elemento ya que en buena parte de los conductos internos la presión interna fluctuará según el robot necesite uno u otro tipo de movimiento en sus actuadores hidráulicos. Hay que tener en cuenta que para que un actuador hidráulico de doble efecto se mueva, debe aplicarse presión a una de las cámaras mientras en la otra no se aplica presión hidráulica. Los continuos y repetitivos movimientos del robot durante su movimiento de traslación generan ciclos de presión en los diversos canales del componente que pueden contribuir a la nucleación y crecimiento de una grieta por fatiga que dé lugar a la rotura del componente.

Además, la presión a la entrada, proveniente de la bomba hidráulica no tiene por qué ser perfectamente constante. Según la naturaleza de la bomba (de pistones, de paletas, de engranajes…) se generan picos o pulsos de presión de alta frecuencia que también han de ser tenidos en cuenta en el diseño del componente.

La tenacidad a la fractura no se considera una propiedad fundamental en este componente ya que no se considera que sea un diseño “tolerante al daño” en el que se permita que defectos internos conocidos estén presentes en el componente y lleguen a propagarse en forma de grietas y que se evalúen mediante inspecciones periódicas. Sin embargo, una tenacidad al impacto moderada es conveniente para soportar sobrecargas o eventualidades no consideradas en el diseño (golpes, impactos de proyectiles…).

La resistencia al desgaste, y en especial a la cavitación es importante en la aplicación analizada. Las altas velocidades de los flujos hidráulicos unidos a las altas presiones y la variación de las mismas (en las aperturas y cierres de válvulas), dan lugar a unas condiciones de trabajo particulares en las que el desgaste por cavitación puede dar lugar al fallo del componente, o al menos a un cambio de la geometría que empeore el flujo hidráulico aumentando las pérdidas de carga. Además, la presencia de partículas en el fluido (externas o provenientes del desgaste por este u otro proceso) genera un desgaste abrasivo que se suma a la cavitación.

Por último, hay que tomar en cuenta las propiedades tecnológicas. En lo que se refiere a las técnicas convencionales de fabricación, habría que tomar en cuenta la maquinabilidad. Pero en este caso, se dará especial atención a la procesabilidad por fabricación aditiva (analizada en la tarea 1.2).

Una vez estudiadas las propiedades de diseño, se analizarán y seleccionarán los materiales más adecuados para nuestra aplicación. Como hemos detallado con anterioridad, las principales propiedades que debe tener nuestro material son: resistencia a la corrosión, resistencia a la tracción, resistencia a fatiga, resistencia a desgaste y bajo peso.

Sin ánimo excluyente, un primer paso en esta etapa consiste en identificar los materiales que se vienen utilizando hoy en día en este tipo de aplicaciones: el aluminio, acero inoxidable austenítico, acero al carbono y fundición dúctil.

El aluminio es una buena solución, cuando las presiones de trabajo no son altas, por su baja densidad. También ofrece una buena resistencia a la corrosión. Sin embargo su resistencia al

desgaste es baja así como su resistencia a fatiga, que se puede compensar en parte por su buena resistencia específica (resistencia dividida entre densidad).

El acero inoxidable austenítico tiene una excelente resistencia a la corrosión a la que se suma una moderada resistencia a la tracción y a la fatiga. El endurecimiento por deformación de este tipo de materiales ayuda a un buen comportamiento ante desgaste, mientras que, con relación al aluminio, su densidad es elevada.

Tanto los aceros al carbono como las fundiciones presentan una resistencia a la corrosión más limitada, que puede mejorarse mediante un recubrimiento protector. Tienen una alta resistencia a tracción y al desgaste y en el caso del acero al carbono, una buena resistencia a fatiga. Sin embargo, su densidad, también con relación al aluminio, es elevada.

En un primer análisis podemos descartar la fundición dúctil, ya que además de las dificultades que tendría para procesarse por fabricación aditiva (la microestructura contiene grafito nodular y no hay experiencia sobre la etapa de atomización de este material) no presenta buenas propiedades ante la corrosión y su resistencia mecánica específica (resistencia dividido entre densidad) es relativamente baja.

El aluminio tampoco sería una solución óptima a pesar de tener una buena resistencia a la corrosión y una resistencia mecánica específica elevada. La baja resistencia a fatiga, especialmente la ausencia de un límite de endurancia a partir del cual se alcanza la vida infinita, no hacen del aluminio un material idóneo para una aplicación en la que se esperan un número de ciclos de fatiga muy elevado, superior a los diez millones de ciclos. Además, su resistencia al desgaste es baja.

El acero al carbono, bien sea en una calidad de baja aleación y bajo limite elástico o cualquier otra familia de aceros de mayor aleación y/o alto límite elástico, podría ser una buena opción siempre y cuando se mejorasen sus propiedades ante la corrosión por medio de un tratamiento superficial posterior a la fabricación aditiva (galvanizado electrolítico, niquelado catalítico…). Sin embargo, las geometría de las piezas de fabricación aditiva habitualmente recurren a estructuras tipo lattice o similares en las que la relación entre superficie y volumen de la pieza es mucho mayor que en un diseño convencional. Esta mayor superficie a proteger mediante un proceso posterior al de fabricación aditiva, hace que el coste del tratamiento se incremente hasta el punto de que puede dejar de ser rentable económicamente en comparación a usar un acero inoxidable que no necesitaría un tratamiento posterior. Esta razón, junto con el interés en conseguir piezas por fabricación aditiva completamente funcionales sin la necesidad de posteriores mecanizados o tratamientos, nos lleva a descartar el uso de aceros al carbono de baja o media aleación.

Queda por tanto nuestra búsqueda acotada a aceros inoxidables. Mediante métodos de fabricación convencional se descartaba el acero inoxidable martensítico por su peor maquinabilidad en las operaciones de taladrado profundo, sin embargo la fabricación aditiva sortea este problema y admite el uso de estos aceros inoxidables, que, si bien tienen una peor resistencia a la corrosión, tienen mayor resistencia mecánica y ante el desgaste.

La familia de acero inoxidables ferríticos, debido a su bajo contenido en carbono, tienen una baja dureza y no admiten tratamiento térmico. Para nuestra aplicación, no tienen por tanto ninguna ventaja respecto a los aceros inoxidables austeníticos y martensíticos, siendo estas dos familias de aceros inoxidables en las que finalmente acotaremos nuestra selección de materiales.

En este punto hay que considerar las limitaciones de procesado actual de la técnica de fabricación aditiva en cuanto a los materiales disponibles en el mercado. En el marco de este proyecto, se utilizarán equipos con un rango de materiales en polvo limitado. En este caso, dentro del grupo de aceros inoxidables austeníticos contamos con el grado AISI 316L. Se trata de un tipo de acero inoxidable austenítico de bajo contenido en carbono y muy buena resistencia a la corrosión. Por tanto, el material seleccionado en forma de polvo industrial que actualmente se comercializa en el mercado es el acero AISI 316L.

Su muy buena resistencia a la corrosión, buena resistencia mecánica y a la fatiga, muy buena tenacidad y moderada dureza le confieren las propiedades adecuadas para ser el material comercial en polvo seleccionado para nuestra aplicación.

Si no nos ciñésemos a las calidades comerciales en polvo para fabricación aditiva, encontramos calidades de aceros inoxidables martensíticos con mejores propiedades mecánicas a pesar de tener una menor resistencia a la corrosión; hecho que podríamos asumir en nuestra aplicación.

Utilizando el software comercial para selección de materiales “CES” (Cambridge Engineering Selector) se compara a continuación la aleación AISI 316L con otros aceros inoxidables martensíticos que cumplen nuestros requisitos. Se preseleccionan los aceros AISI 410 y AISI 431; ambos en dos variantes de tratamiento: con revenido medio y con revenido duro.

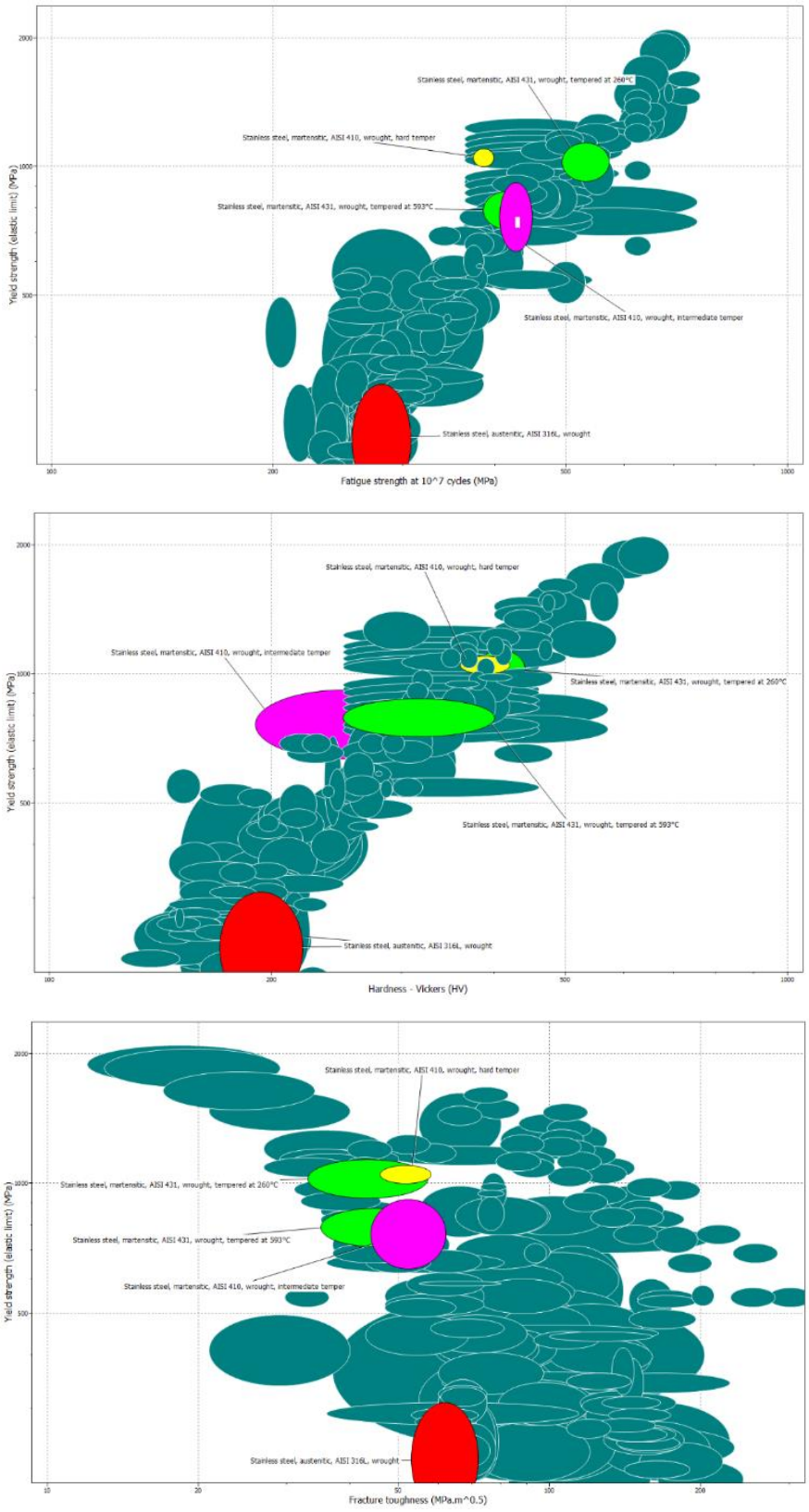



*Figura 6: Diagramas de propiedades de materiales (Ashby charts) comparando los materiales preseleccionados (de arriba abajo: límite elástico vs resistencia a la fatiga, límite elástico vs dureza y límite elástico vs tenacidad a la fractura)*

En las figuras se representa en diferentes gráficos algunas propiedades mecánicas relevantes para la aplicación de interés.

- En color rojo, el acero inoxidable austenítico AISI 316L de referencia.
- En color verde claro, los aceros inoxidables martensíticos AISI 431, en ambos estados de tratamiento.
- En color magenta, el acero inoxidable martensítico AISI 410 con revenido medio.
- En color amarillo, el acero inoxidable martensítico AISI 410 con revenido duro.

En la primera figura se representa en el eje horizontal el límite de endurancia, es decir, el valor máximo de tensión alternante que es capaz de soportar durante 10 millones de ciclos sin romper. En el eje vertical se representa el límite elástico. Debido al tratamiento térmico de los aceros inoxidables martensíticos, el límite elástico es mayor que en del AISI 316L. Algo parecido ocurre con el límite de endurancia, salvo que el AISI 410 presenta peor límite de endurancia al aumentar la dureza (revenido duro, realizado a baja temperatura). Considerando este binomio de propiedades, la mejor aleación sería la AISI 431 con revenido duro al ser la más cercana al cuadrante superior derecho.

En la siguiente figura se representa la dureza en el eje horizontal, manteniéndose el mismo eje vertical. Como es de esperar, la dureza de los inoxidables martensíticos es superior a la del acero AISI 316L, y aumenta al bajar la temperatura de revenido. Las aleaciones AISI 410 y 431 revenidas a baja temperatura (revenido duro) obtienen la mejor calificación para este binomio de propiedades.

Finalmente, si consideramos la tenacidad a la fractura, los inoxidables martensíticos tienen un comportamiento ligeramente inferior al AISI 316, siendo en este caso el AISI 410 el que más se acerca al AISI 316L. De todos modos, esta propiedad no es una de las fundamentales para nuestra aplicación.

Por tanto, la calidad no disponible comercialmente como polvo metálico para fabricación aditiva que mejores propiedades tiene para nuestra aplicación es el acero inoxidable martensítico AISI 431. El tratamiento térmico que habría que aplicar a la pieza fabricada por aditiva sería un revenido a baja temperatura.

Tal y como se menciona en la memoria del proyecto, también se llevará acabo el desarrollo de nuevos polvos metálicos para la fabricación aditiva de una placa de refrigeración para sector nuclear. En este caso, el material de base viene definido como un **acero ferrito-martensítico de actividad reducida (RAFM)**. Concretamente, se partirá de un acero RAFM desarrollado por ITMA y denominado **ASTURFER®**. Por tanto, al estar ya previamente definida la calidad (por tratarse de un material cuya composición química está limitada para que se pueda definir como material de activación radiológica reducida) únicamente se realizará el análisis de su procesabilidad en la siguiente tarea.

### 3.1.2 Análisis de la procesabilidad para aditiva

En esta tarea nos centramos en el estudio de la procesabilidad para aditiva de las dos aleaciones ideales seleccionadas en la tarea 1.1 (Fecroni 1800 y AISI 431) y del acero de referencia RAFM Asturfer® mencionado anteriormente. Lo haremos desde un punto de vista metalúrgico,

descartando factores asociados a la generación de la materia prima, morfología, etc. Nos interesa conocer cómo las altas velocidades de calentamiento y enfriamiento inherentes al proceso de fusión laser y posterior solidificación afectan a la microestructura del material. Es sabido que hay una relación directa entre la microestructura presente en un material y sus propiedades mecánicas. Por tanto, el objetivo es conocer las posibles microestructuras presentes tras el proceso de fusión laser, realizar una caracterización mecánica básica y así, conocer la aptitud de estas aleaciones de cara a su posible utilización en procesos de fabricación aditiva; sin necesidad de recurrir previamente a su atomización (proceso costoso).

La primera parte de la tarea consistía en el acopio de las aleaciones seleccionadas. En este caso, los dos aceros inoxidables Fecroni 1800 y AISI 431 seleccionados en la tarea anterior y el acero de referencia RAFM.

Una muestra cilíndrica de 70 mm de diámetro y 20 mm de longitud del acero Fecroni 1800 ha sido cedida por uno de nuestros proveedores para realizar los análisis correspondientes a esta tarea. En el caso de la aleación AISI 431, finalmente se optó por la fusión de un pequeño lingote de aproximadamente 80 g en uno de los hornos disponibles en nuestro laboratorio de fusión y moldeo. En la Figura 7 se presenta el mini lingote de AISI 431 obtenido en el horno de fusión LecoMelt.




*Figura 7: Probeta de acero AISI 431 obtenida en el horno de fusión*

Por último, de la fusión realizada en la tarea 2.1 para la obtención del acero de referencia RAFM, se ha extraído un lingote prismático de 50x10x25mm. La figura 8 muestra el lingote codificado como AFPA.

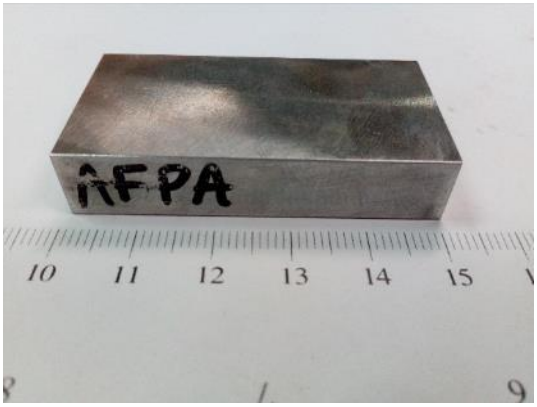
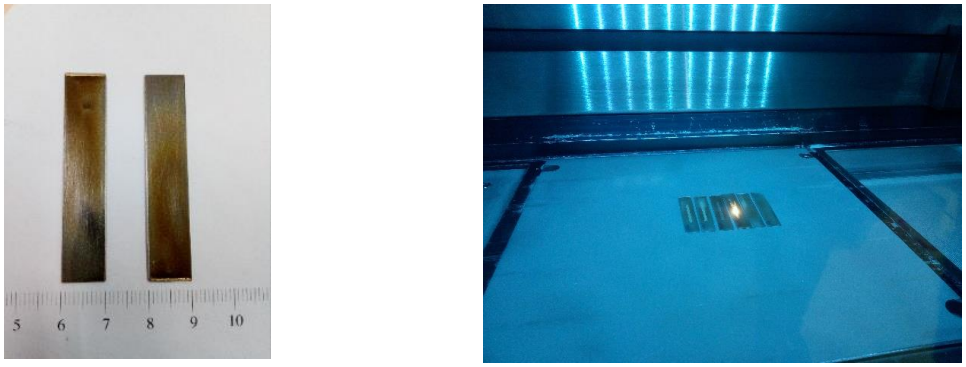



*Figura 8: Lingote de acero referencia RAFM codificado como AFPA.*

Tras el acopio de materiales, el siguiente paso ha sido preparar una serie de probetas de dimensiones 50x10x0.5mm a partir de cada uno de los lingotes. Estas se han cortado por electroerosión.




(a) (b)

*Figura 9: (a) Probetas AISI 431 con forma de placa de 50x10x0.5mm. (b)Imagen del proceso de fusión superficial por láser.*

A continuación, se ha llevado a cabo el proceso de fusión superficial por láser. Para ello, se ha preparado un archivo en formato STL que contiene las instrucciones necesarias para exponer una tira de 2 x 25 $mm^2$ a lo largo de cada una de las placas. El proceso se lleva a cabo en una máquina de la compañía EOS modelo M270 que cuenta con un láser de 200W. Antes de iniciar el proceso, es necesario determinar los parámetros de impresión a utilizar. En nuestro caso, se han seleccionado los mismos que se viene utilizando en un acero inoxidable comercial para fabricación aditiva de la calidad PH17-4. Al exponer una sola capa y no utilizar material en formato polvo, la elección de parámetros se simplifica. Principalmente tendrán influencia la potencia del láser, velocidad y el espaciado del hatch (distancia entre centros de las pasadas).

Los parámetros utilizados se presentan en la tabla 1:

*Tabla 1. Parámetros seleccionados en la máquina de fabricación aditiva.*

| **Equipo** | **Potencia(W)** | **Velocidad (mm/s)** | **Hatch (µm)** |
|---|---|---|---|
| EOS M270 | 195 | 750 | 120 |

Este proceso de fusión láser ha sido aplicado a dos probetas por calidad. En cada caso, la primera de las probetas (probeta A) ha sido utilizada para medir la dureza tanto de la zona afectada por el proceso, como del material no afectado. Conjuntamente sobre estas probetas se ha realizado un análisis microestructural mediante microscopía óptica.

La probeta B de cada material ha sido mecanizada junto a una probeta testigo con el objetivo de realizar un ensayo mecánico de tracción sobre las mismas.

Los resultados de dichos análisis se muestran en la tabla 2:

*Tabla 2. Resultados de los ensayos mecánicos sobre las probetas con pasada laser y las probetas testigo.*

| | Probeta testigo | | | Probeta con pasada láser | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Muestra** | ***Dureza HV*** | ***Rm (MPa)*** | ***Alargamiento (%)*** | ***Dureza HV*** | ***Rm (MPa)*** | ***Alargamiento (%)*** |
| **Fecroni 1800** | 244 | 733 | 13 | 420 | 758 | 10 |
| **AISI 431** | 418 | 610 | 10 | 483 | 629 | 9 |
| **AFPA** | 464 | 1190 | 3 | 344 | 1201 | 3 |

Las micrografías realizadas sobre cada una de las muestras tratadas se presentan a continuación:

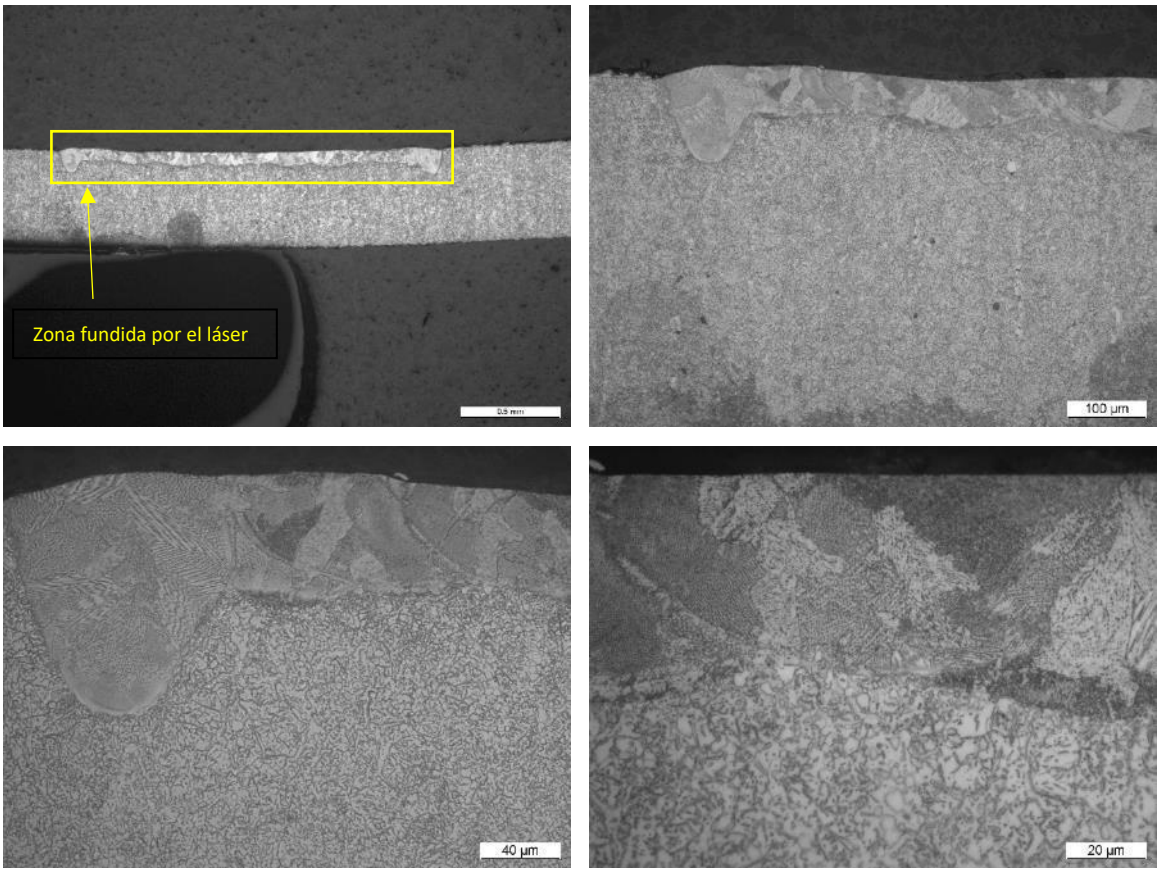



*Figura 10: Fecroni 1800. Micrografías de óptico de la zona afectada por el láser.*

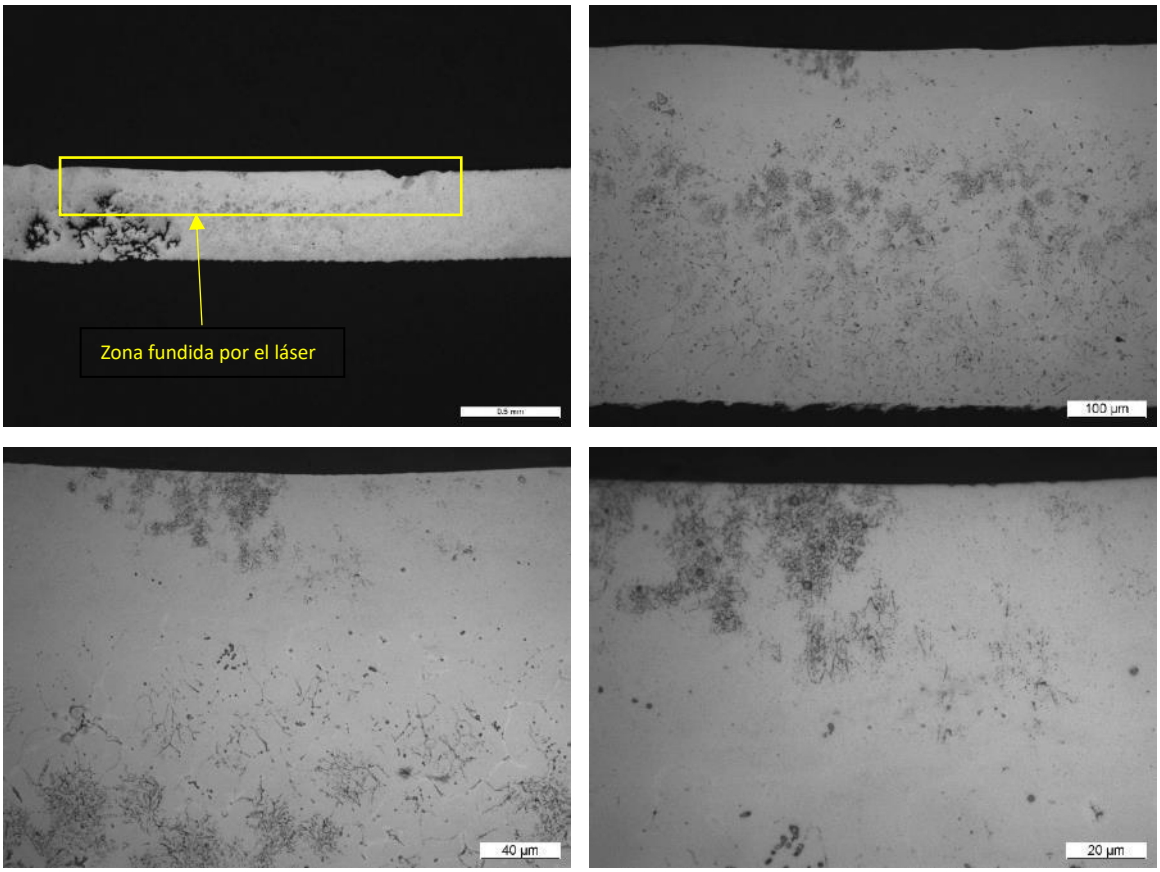



*Figura 11: AISI 431. Micrografías de óptico de la zona afectada por el láser.*

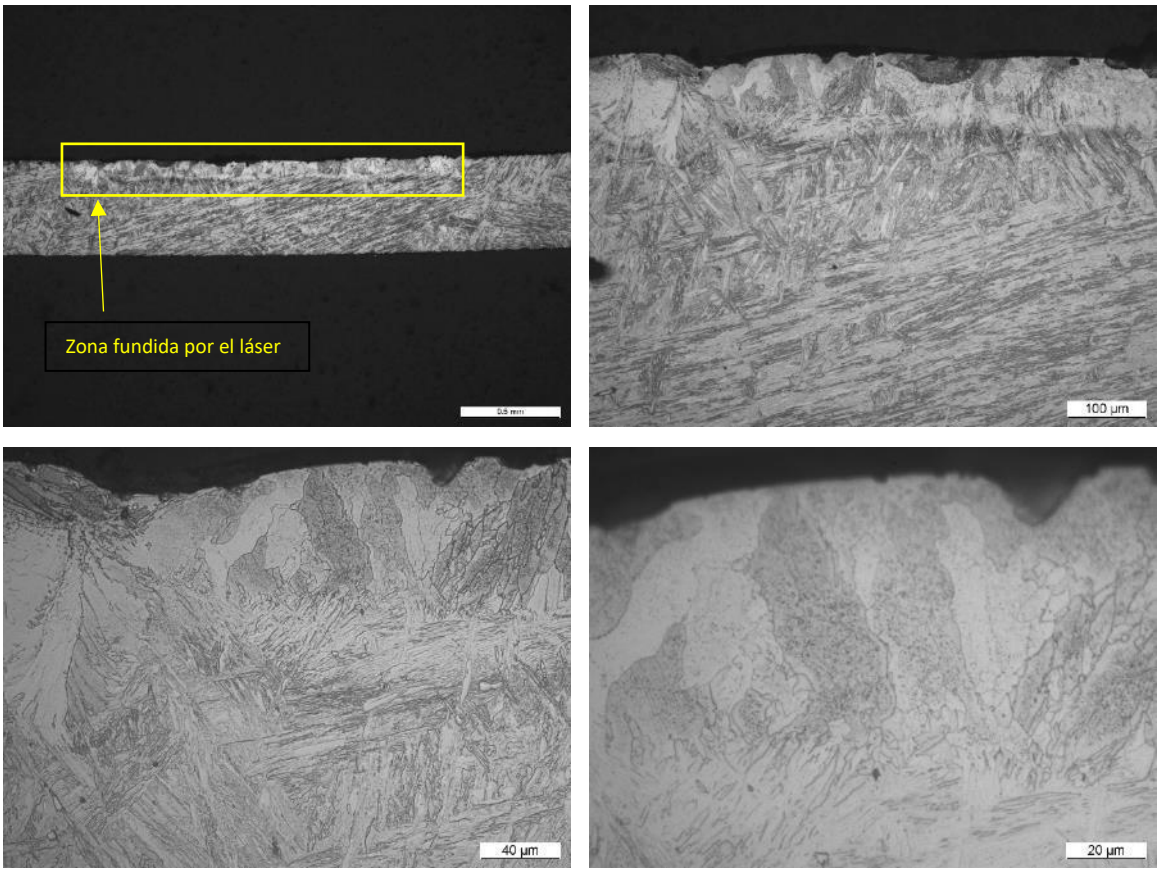



*Figura 12: AFPA. Micrografías de óptico de la zona afectada por el láser.*

A partir de los resultados correspondientes a los ensayos mecánicos, microdurezas y estudios metalográficos, sobre las probetas testigo y con pasada laser, se obtienen las siguientes conclusiones:

**Acero seleccionado para la aplicación 1 en la tarea 1.1, Fecroni 1800:** Se trata de un acero inoxidable martensítico. Se ha provisto en estado de recocido. Los resultados de las durezas sobre la probeta testigo revelan valores correspondientes a este estado. En cuanto a la probeta tratada con el láser, las medidas de dureza realizadas sobre la capa tratada denotan la presencia de estructuras de temple, zonas martensíticas de elevada dureza. Cabe destacar que en todos los casos la zona refundida corresponde a una fracción del total del espesor, y su influencia sobre las propiedades mecánicas medidas en el ensayo de tracción afectan en menor medida que lo harían para el espesor completo. Considerando lo anterior, se aprecia un aumento en los valores de tensión máxima y un descenso en la medida del alargamiento. Esto concuerda con la formación de estructuras de temple en la zona fundida que describíamos anteriormente y que provocan un endurecimiento del material y reducen su ductilidad.

En cuanto a la posible formación de grietas o defectos producidos por las altas velocidades de calentamiento y enfriamiento inherentes al proceso de fusión láser localizada, no se aprecian en ningún caso en la zona fundida ni en zonas adyacentes.

**Acero seleccionado para la aplicación 2 en la tarea 1.1, AISI 431:** En este caso, la aleación ha sido elaborada en las propias instalaciones de fusión y moldeo de las que se disponen en el Centro. El material muestra una microestructura de partida típica de temple (formada por martensita y austenita retenida), con elevada dureza como muestran los resultados de la probeta testigo. En el caso de la probeta sobre la que se han realizado las pasadas láser, en la zona tratada también se han formado microestructuras de temple que resultan en una dureza unas 60 unidades superior a la del metal base. Como consecuencia, la carga de rotura de la probeta tratada es algo superior a la de la probeta sin tratar y el alargamiento a rotura disminuye ligeramente. Cabe mencionar que debido a la fusión láser localizada, la martensita adyacente a la zona fundida ha sufrido un proceso de revenido, revelándose con mayor intensidad en el ataque (zonas más oscuras adyacentes a la zona fundida). Lo más relevante es que no se han detectado grietas asociadas a la fusión localizada por láser.

**Acero de referencia RAFM, AFPA:** La última de las aleaciones sobre las que se ha realizado un estudio de su procesabilidad de cara a su utilización en procesos de fabricación aditiva es el acero ferritomartensítico de activación reducida Asturfer®, codificado como AFPA. Esta aleación, al igual que el AISI 431, ha sido elaborada en los hornos de fusión y moldeo disponibles. En este caso, la cantidad colada es varios órdenes de magnitud mayor que en el caso anterior. Se trata de un lingote de aproximadamente 100 kg (80 g en el caso del ASIS 431). Puesto que el enfriamiento del lingote se realizada al aire, las velocidades de enfriamiento en este caso son mucho menores, lo que afecta a la microestructura final. En el caso del AFPA se obtiene una microestructura de temple autorrevenida, con una dureza de 464 HV. La probeta que contiene las pasadas láser, en la zona fundida por estas, presenta asimismo estructuras de temple aunque de dureza menor (344 HV), posiblemente debido a la formación de estructuras columnares con una precipitación interior notable (sin descartar un contenido significativo de austenita retenida). Las propiedades mecánicas en el ensayo de tracción apenas varían en este caso. En este caso tampoco se aprecian grietas o defectos en la zona fundida ni en zonas adyacentes.

Es necesario recordar que para facilitar y obtener un proceso ágil de análisis de la procesabilidad de los materiales mencionados, la fracción del espesor que ha sido fundida es reducida. Por tanto, si bien los resultados no muestran en ningún caso la presencia de defectos inadmisibles provocados por el proceso de fusión localizada por láser, no puede asegurarse que para mayores espesores no se produzcan fenómenos de fatiga térmica u otros. El objetivo de este procedimiento es analizar si se producen defectos inadmisibles en la fusión localizada por láser (formación de microconstituyentes de elevada fragilidad, precipitación continua en borde de grano, etc.) que permitan descartar ciertas aleaciones sin la necesidad de obtener previamente el polvo metálico; es decir, sin necesidad de llevar a cabo el proceso de atomización. Se trata, en resumen, de una aproximación a la aptitud de un material a ser aplicado en procesos de fabricación aditiva por fusión láser localizada.

## 3.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL DE CALIDADES DE POLVO METÁLICO DE ASTURFER® PARA FABRICACIÓN ADITIVA (Hito 2)

La fabricación aditiva por cama de polvo es un método de fabricación muy prometedor para estructuras complejas de aceros de baja activación radiológica ferrito/martensíticos para el sector

nuclear. Componentes producidos por este método de fabricación y este tipo de aleaciones tienen grandes ventajas en su entorno de aplicación respecto a los utilizados tradicionalmente.

El hito 2 ha consistido en la formulación y elaboración de diversas calidades experimentales de polvo metálico. Inicialmente se planteó tomar como polvo metálico de partida exclusivamente el acero Asturfer®, una calidad de activación reducida. Este acero, en formato de chapa gruesa, fue desarrollado por Fundación ITMA simulando a escala de planta piloto el proceso siderúrgico completo. Se trata de una calidad especialmente diseñada para trabajar en componentes estructurales de ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor). De características similares a la calidad Eurofer 97, sus propiedades mecánicas y magnéticas, así como su característica de activación reducida (RAFM; Reduced Activity Ferritic-Martensitic Steel) lo sitúan como acero de referencia para el diseño de diferentes componentes para este reactor de fusión nuclear. Muchos de estos componentes tienen geometrías muy complejas y canales internos de refrigeración y son, por lo tanto, muy difíciles de fabricar mediante procesos convencionales (conformado, soldeo, etc.). Es por esta razón por la que hemos seleccionado esta calidad, en formato de polvo metálico, como materia prima potencial para la fabricación aditiva de estos componentes de geometrías complejas. Es decir, en el pasado hemos desarrollado la calidad Asturfer® siguiendo un proceso siderúrgico y ahora nos hemos puesto como objetivo el desarrollo del polvo metálico Asturfer-AM (Asturfer para fabricación aditiva)

Además, hemos propuesto en el proyecto diferentes procesos para modificar y mejorar las propiedades del polvo metálico mediante la adición de nanopartículas de ciertos óxidos que pueden mejorar su comportamiento mecánico a alta temperatura (una de las propiedades en uso más importantes para aumentar el rendimiento de algunos intercambiadores de calor que forman parte del Reactor). Hacemos referencia al refuerzo por dispersión de óxidos (ODS: Oxide dispersion-strengthened).

Durante el trabajo realizado en la primera anualidad se pudo comprobar que la modificación del polvo de acero Asturfer® para obtener estas calidades mejoradas no resulta viable debido a diferentes inconvenientes metalúrgicos que dificultan la incorporación de los óxidos deseados. La red cristalina del acero es cúbica centrada en el cuerpo, está altamente distorsionada, tiene una elevada dureza y está muy aleada, lo que dificulta la incorporación de las nanopartículas de óxido durante la aleación mecánica. Es por ello que se ha continuado con el desarrollo de la calidad Asturfer® sin modificar y se ha planteado el desarrollo de otra calidad (también con la misma aplicación potencial anteriormente descrita) pero capaz de acomodar de manera más eficiente la dispersión de óxidos. Además, desde el punto de vista del comportamiento a elevada temperatura, la calidad que se había planteado desarrollar inicialmente (Asturfer-ODS) puede presentar el inconveniente de que al estar constituida por martensita revenida y diferentes precipitados que se forman durante el tratamiento térmico de revenido, la limitación de la calidad a elevada temperatura estaría asociada al engrosamiento, fragilidad y naturaleza incoherente de dicha precipitación; de tal forma que el refuerzo con nanopartículas de óxido no podría cumplir su función a la temperatura deseada (mayor que la temperatura a la que el acero comenzaría a sufrir la degradación referida). Hemos aprovechado la necesidad de desarrollar otra aleación nanoestructurada para definir una composición que no presente posibilidad de precipitación no deseada durante la vida en servicio del material, a elevada temperatura (superior a los 550 ºC). La

hemos codificado como CROMAN y sobre ella se diseñan diferentes rutas para agregar las nanopartículas. Se habían propuesto, como se indica posteriormente, tres rutas diferentes. Sin embargo finalmente el proyecto se ha centrado en el estudio de las dos rutas que creemos más interesantes.

A continuación se describen brevemente las tres rutas de incorporación de nanopartículas que se habían planteado:

- CROMAN-ODS-MZ. Este polvo metálico se obtiene mediante una mezcla de las nanopartículas con el polvo base en un molino de bolas (molino trabajando a baja energía).
- CROMAN-ODS-AME. La modificación se lleva a cabo mediante una aleación mecánica en un molino de bolas trabajando en un régimen de funcionamiento a alta energía. Primero se mezclan las nanopartículas. Luego se lleva a cabo la aleación mecánica propiamente dicha, en la que se produce la incorporación de las partículas en la red cristalina del polvo mediante microsoldaduras que se producen en el agregado, en el contacto entre las bolas del molino. El polvo resultante adquiere una geometría modificada y es necesario recuperar la geometría esférica durante un post-proceso final que las devuelve a su forma original. La esfericidad del polvo metálico es necesaria para asegurar su fabricabilidad.
- CROMAN-ODS-VQ. En este caso, se emplea un proceso electroquímico para la adición de las nanopartículas al polvo metálico.

Se ha descartado la tercera ruta (CROMAN-ODS-VQ) porque existen dificultades de escalar industrialmente este proceso electroquímico. Sin embargo las otras dos rutas (mezcla y "mezcla+aleación mecánica") las podemos aplicar mediante un molino de bolas que es escalable a nivel industrial. La cantidad de polvo que podemos procesar en este molino es suficiente para llevar a cabo las pruebas de impresión del material y, como se ha indicado, el proceso es replicable a escala industrial.

Para mayor claridad, se incluye una tabla a continuación en la que se muestra la ruta de procesamiento aplicada sobre las dos calidades desarrolladas:

*Tabla 3. Tabla resumen de las rutas de incorporación de nanopartículas estudiadas en la anualidad 2019.*

| | VIMF* | Atomización | Incorporación de refuerzos | Aleación mecánica | Esferoidización |
|---|---|---|---|---|---|
| **CROMAN-ODS-MZ** | x | x | Mezcla-Molino | | |
| **CROMAN-ODS-AME** | x | x | Mezcla-Molino | x | x |

**VIMF: Vacuum Induction Melting Furnace*

Cabe mencionar que diversos estudios coinciden en porcentajes óptimos de nanopartículas en la matriz metálica de entorno al 0.5% en peso de nanopartículas de óxido de Itrio (Y2O3). Estas cantidades permiten una distribución homogénea y optimizan el efecto sobre las propiedades a alta temperatura en los materiales modificados. Este será nuestro objetivo en cada una de las rutas escogidas. A continuación se pasa a detallar el trabajo realizado sobre cada una de ellas.

### 3.2.1 Elaboración experimental de polvo de acero ASTURFER®

Se trabajará en esta tarea sobre una aleación desarrollada por ITMA; será codificada como "**AFPA**". Se trata de un acero ferrito martensítico de actividad reducida. Es un acero del tipo T/P91 (9Cr-1Mo) en el que se sustituyen algunos elementos de aleación no deseables desde el punto de vista radiológico por otros que son más difíciles de activar por bombardeo neutrónico. Partiendo de materias primas convencionales, se sustituye el molibdeno por vanadio, el niobio por tántalo y se elimina el níquel. En el estado del tratamiento térmico final (temple y revenido) se obtienen propiedades similares e incluso mejores que las del acero de referencia (Eurofer 97-2).

La primera etapa ha sido el acopio de materias primas y la fusión de un lingote de 100kg en el horno VIM ("Vacuum Induction Melting") disponible en la planta piloto de fusión y moldeo de ITMA.



*Figura 13: Lingote de acero AFPA tras su colada*.

Tras la fusión se ha realizado un análisis químico sobre una muestra del lingote. Los resultados se muestran en la tabla 3. Se ha considerado, en este punto, no realizar ningún tratamiento térmico sobre el lingote ya que la microestructura se va a generar de forma completamente nueva durante la atomización. Por tanto el único requerimiento será el cumplimiento de la composición química.

Los resultados del análisis químico del lingote y del polvo se muestran en la tabla 3. Si bien estos últimos se han llevado a cabo en la tarea 3.2.

*Tabla 4. Resultado de los análisis químicos sobre el lingote y el polvo atomizado*

| Elemento | AFPA (Lingote) | AFPA (Polvo atomizado) | Rangos admisibles |
|---|---|---|---|
| ***C*** | 0.12 | 0.12 | 0.09-0.12 |
| ***S*** | 0.004 | 0.004 | <0.005 |
| ***N*** | 0.008 | 0.043 | 0.015-0.045 |
| ***O*** | 0.008 | 0.013 | <0.01 |

| Elemento | AFPA (Lingote) | AFPA (Polvo atomizado) | Rangos admisibles |
|---|---|---|---|
| ***Mn*** | 0.45 | 0.41 | 0.20-0.60 |
| ***P*** | 0.005 | 0.002 | <0.005 |
| ***Si*** | 0.026 | 0.012 | <0.05 |
| ***Ni*** | 0.009 | 0.013 | <0.01 |
| ***Cr*** | 9.39 | 9.57 | 8.5-9.5 |
| ***Mo*** | 0.008 | <0.004 | <0.005 |
| ***V*** | 0.20 | 0.20 | 0.15-0.25 |
| ***W*** | 1.18 | 1.09 | 1.0-1.2 |
| ***Ti*** | 0.004 | 0.01 | <0.01 |
| ***Co*** | 0.006 | 0.003 | <0.01 |
| ***Cu*** | <0.01 | 0.025 | <0.01 |
| ***Nb*** | <0.005 | <0.005 | <0.005 |
| ***Al*** | <0.01 | <0.01 | <0.01 |
| ***B*** | <0.002 | 0.008 | <0.002 |
| ***Ta*** | 0.14 | 0.14 | 0.10-0.14 |

Posteriormente, y de acuerdo a las geometrías y dimensiones requeridas para el proceso de atomización, se ha mecanizado un cilindro hueco de 12 kg. Este cilindro ha sido cortado perpendicularmente a su dirección longitudinal para dividirlo en 4 partes y facilitar su instalación en el crisol de atomización. Además, de la parte central extraída del cilindro macizo, se han obtenido las muestras utilizadas durante la tarea 1.2 del hito 1.

El proceso de atomización ha sido realizado con la colaboración de ArcelorMittal y tras su tamizado se han obtenido aproximadamente 6.3 kg de polvo con un tamaño adecuado para fabricación aditiva (20-63 µm). En este punto del proyecto se considera una cantidad suficiente para la caracterización planteada, sin embargo, de ser necesario se procederá a realizar nuevas atomizaciones en el futuro para complementar esta cantidad de polvo. Para cubrir este supuesto se ha almacenado el sobrante del lingote de aleación AFPA.

La tabla 4 muestra los valores $d_{10}$, $d_{50}$ y $d_{90}$ correspondientes a la distribución de tamaño de partícula de la aleación atomizada.

*Tabla 5. Valores de los tamaños de partículas por debajo del 10, 50 y 90% de la muestra.*

| AFPA (Polvo atomizado) | PSD $d_{10}$ | PSD $d_{50}$ | PSD $d_{90}$ |
|---|---|---|---|
| | 13.2 | 37.9 | 88.6 |




*Figura 14: Polvo de aleación ASTURFER® tras su atomización.*

Tras este análisis, se ha preparado una muestra para el estudio de la morfología del polvo mediante microscopía electrónica de alta resolución. En la siguiente figura se puede observar la morfología esférica que presenta el polvo, el rango de tamaño de partícula y la baja presencia de partículas satélite. Estas características son de vital importancia para asegurar la creación de una cama de polvo homogénea durante el proceso de fusión láser localizada. Lo que, junto a otros factores, favorece la formación de piezas de baja porosidad.

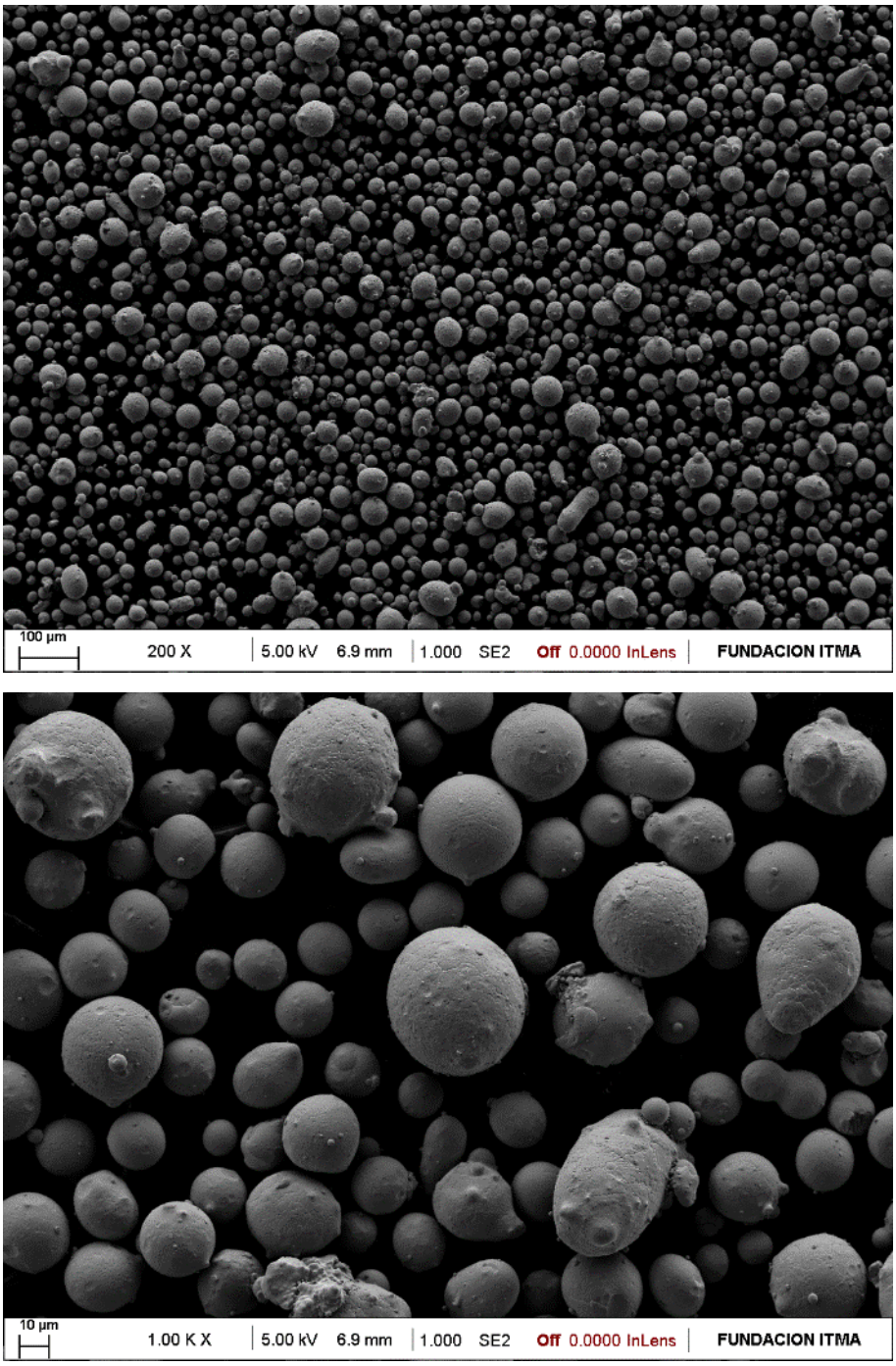



*Figura 15. AFPA. Morfología del polvo obtenida mediante microscopía FEG-SEM.*

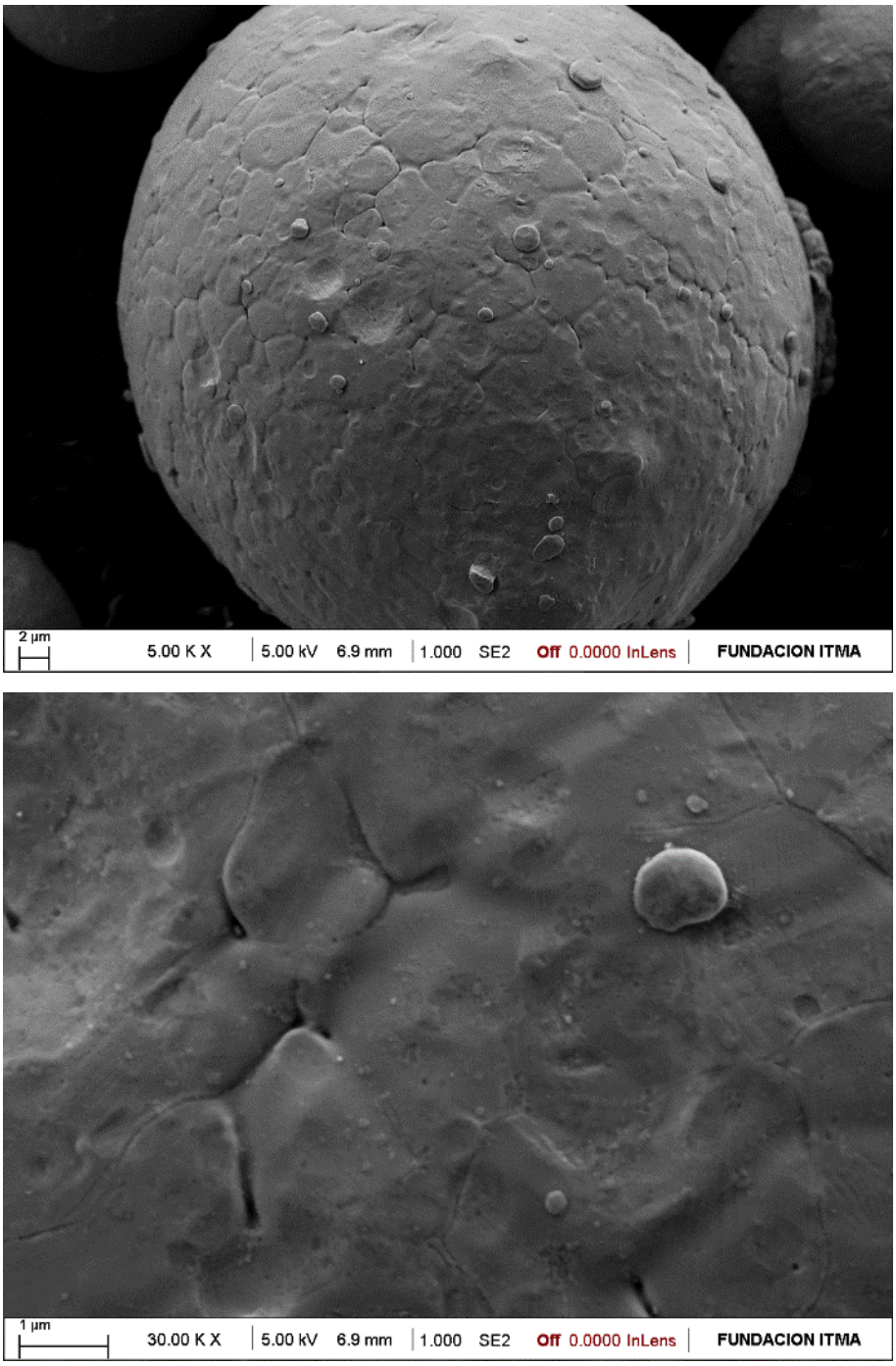



*Figura 16. AFPA. Morfología del polvo obtenida mediante microscopía FEG-SEM.*

A lo largo del hito 3 se realizará una caracterización más en profundidad del polvo obtenido, incluyendo un análisis microestructural del mismo mediante microscopía electrónica de barrido.

### 3.2.2 Elaboración experimental de polvo de acero ASTURFER-ODS

El objetivo de esta tarea es conseguir un acero reforzado mediante la adición de nano-óxidos que aporten una mejora en las propiedades del material, principalmente a alta temperatura. Para ello se ha planteado el uso de diferentes tipos de partículas (óxidos de distintos elementos). Tras un estudio de la literatura existente con respecto a este tipo de refuerzos, las partículas más prometedoras en este tipo de aleaciones son óxidos de Itrio ($Y_2O_3$). Los mecanismos de formación de estos nano-óxidos son complejos. Tradicionalmente los óxidos se disuelven en el acero mediante un proceso de aleación mecánica para constituir posteriormente, tras un recocido a temperaturas superiores a los 1000ºC, una fina red de nano-óxidos complejos repartidos de manera más o menos homogénea.

En el caso del acero APFA la resistencia mecánica a alta temperatura depende de su estabilidad microestructural y no es previsible, dada la naturaleza de los diferentes microconstituyentes presentes en esta calidad en estado de temple y revenido, que se pueda aumentar su temperatura de servicio por la dispersión de óxidos nanométricos. Esta es la razón por la que se ha optado por la elaboración en la planta de fusión y moldeo una segunda calidad codificada como CROMAN-**ODS**. Este acero satisface igualmente los requisitos de activación reducida (0.05C-12Cr-0.6Mn; % en peso) y cede su potencial mecánico a elevada temperatura al rol del refuerzo por dispersión de nano óxidos.



*Figura 17: Momento tras la colada de la calidad CROMAN-ODS.*

Se ha obtenido, al igual que para la calidad AFPA, un lingote de 100 kg de aleación CROMAN-ODS. El lingote se ha tratado de forma similar al anterior, de acuerdo a las medidas del crisol del atomizador se ha mecanizado un cilindro de aproximadamente 12 kg. Se ha dividido en 4 discos y se ha enviado al proceso de atomización. En este caso el rendimiento del proceso ha sido menor y se han obtenido aproximadamente 2,1 kg de tamaño de partícula adecuado para tecnologías de

fabricación aditiva por cama de polvo (20-63 µm). Se ha conservado el resto del lingote y en caso de que la cantidad atomizada no sea suficiente, se procederá a repetir el proceso. Los resultados del análisis químico del lingote y del polvo se muestran en la tabla 6. Si bien estos últimos se han llevado a cabo en la tarea 3.2.

*Tabla 6. Resultado de los análisis químicos sobre el lingote y el polvo atomizado*

| Elemento | CROMAN-ODS (Lingote) | CROMAN-ODS (Polvo atomizado) |
|---|---|---|
| ***C*** | 0.052 | 0.051 |
| ***S*** | 0.004 | 0.005 |
| ***N*** | 0.007 | 0.061 |
| ***O*** | 0.015 | 0.022 |
| ***Mn*** | 0.50 | 0.44 |
| ***P*** | 0.005 | 0.002 |
| ***Si*** | 0.025 | 0.012 |
| ***Ni*** | 0.007 | 0.011 |
| ***Cr*** | 12.19 | 12.2 |
| ***Mo*** | 0.008 | <0.004 |
| ***V*** | 0.003 | 0.002 |
| ***W*** | 0.009 | 0.006 |
| ***Ti*** | 0.001 | 0.01 |
| ***Co*** | 0.006 | 0.002 |
| ***Cu*** | <0.01 | 0.012 |
| ***Nb*** | <0.005 | <0.005 |
| ***Al*** | <0.01 | <0.01 |
| ***B*** | <0.002 | 0.007 |
| ***Ta*** | <0.01 | <0.01 |

La tabla siguiente muestra los valores $d_{10}$, $d_{50}$ y $d_{90}$ correspondientes a la distribución de tamaño de partícula de la aleación atomizada.

*Tabla 7. Valores de los tamaños de partículas por debajo del 10, 50 y 90% de la muestra.*

| CROMAN-ODS (Polvo atomizado) | PSD $d_{10}$ | PSD $d_{50}$ | PSD $d_{90}$ |
|---|---|---|---|
| | 27.9 | 55.6 | 142.8 |






*Figura 18: Polvo de aleación CROMAN-ODS tras su atomización.*

Cabe destacar que el valor del parámetro d90 en la aleación CROMAN-ODS es superior al ideal para proceso de fabricación aditiva por cama de polvo (LB-PBF). En este caso, en función del resto de caracterizaciones a realizar a lo largo de esta tarea, puede ser necesario repetir el proceso de tamizado para desechar las partículas de mayor tamaño.

Tras este análisis, y al igual que en el caso de la aleación AFPA, se ha preparado una muestra para el estudio de su morfología mediante microscopía electrónica de alta resolución. Se puede observar la morfología igualmente esférica que presenta el polvo y la baja presencia de partículas satélite; características deseables en un polvo para fabricación aditiva.

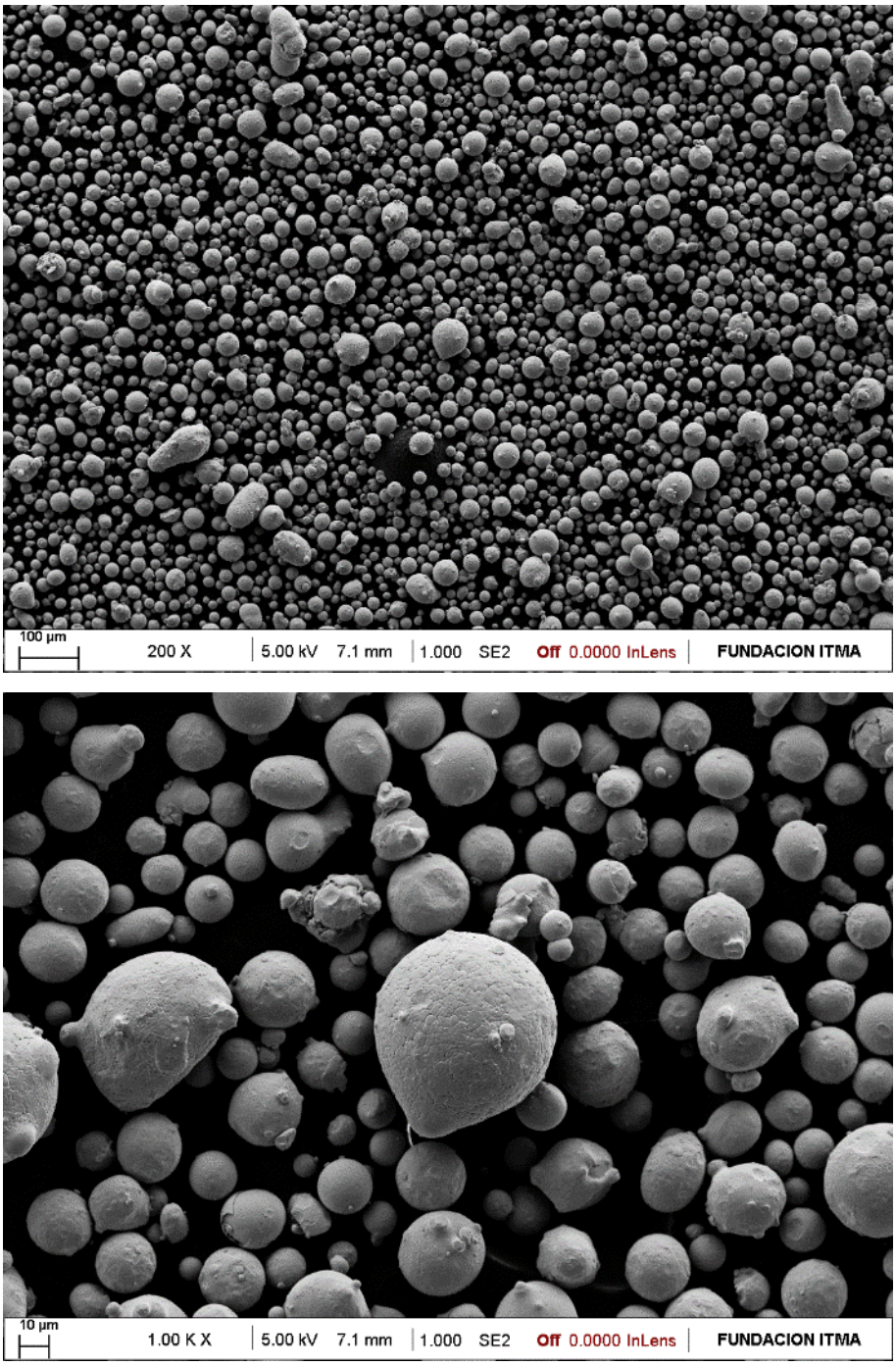
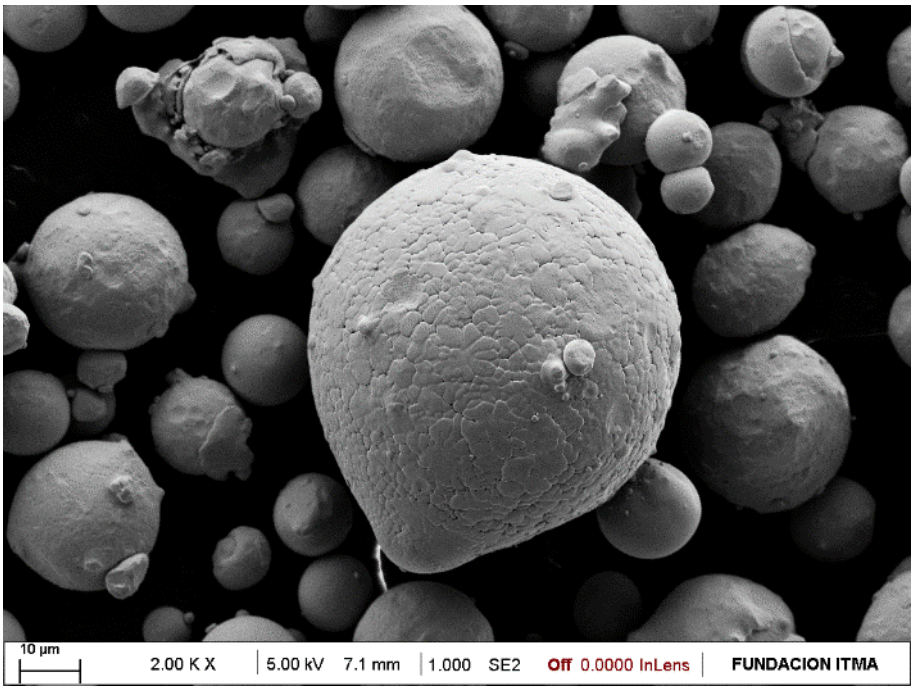



*Figura 19. CROMAN. Morfología del polvo obtenida mediante microscopía FEG-SEM.*



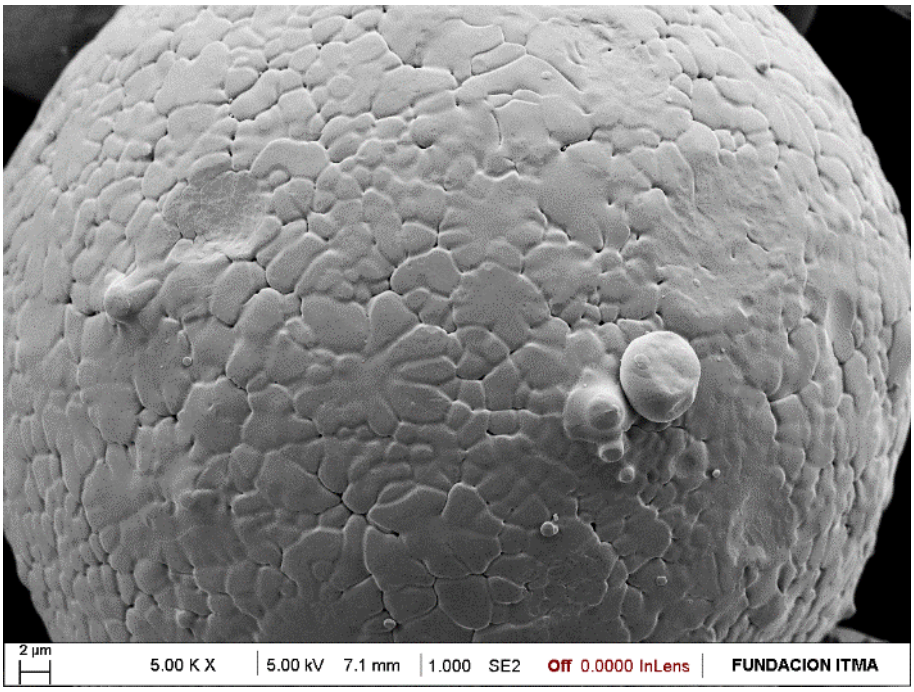




*Figura 20. CROMAN-ODS Morfología del polvo obtenida mediante microscopía FEG-SEM.*

En cuanto a la adición de óxido de itrio, se empleará el molino de atrición de alta energía para llevar a cabo la aleación mecánica. Será necesario someter el polvo a un proceso de esferoidización por plasma con la intención de recuperar la geometría esférica inicial. Se analizará la procesabilidad de los polvos durante la etapa de impresión y se estudiará la ruta que mejores resultados aporta.

**a) CROMAN-ODS-MZ**

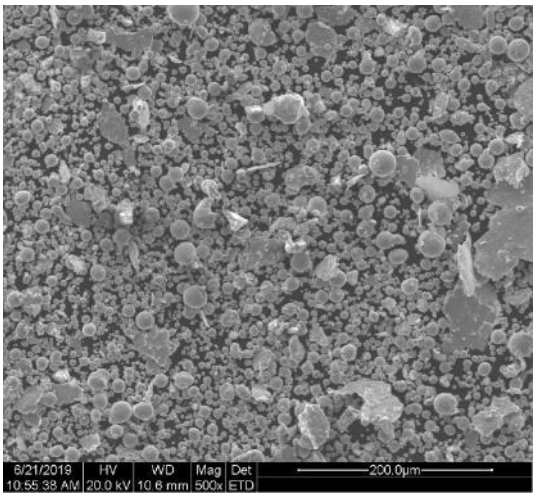
En el caso concreto del CROMAN-ODS-MZ, se ha realizado una mezcla del polvo de partida CROMAN y las nanopartículas Y2O3 mediante un molino de atrición marca Zoz GmbH. El molino ha sido operado a baja velocidad con el objetivo de asegurar la máxima homogeneidad posible en el material sin alterar su morfología esférica. Se han realizado todas las operaciones bajo una atmósfera inerte de gas nitrógeno.



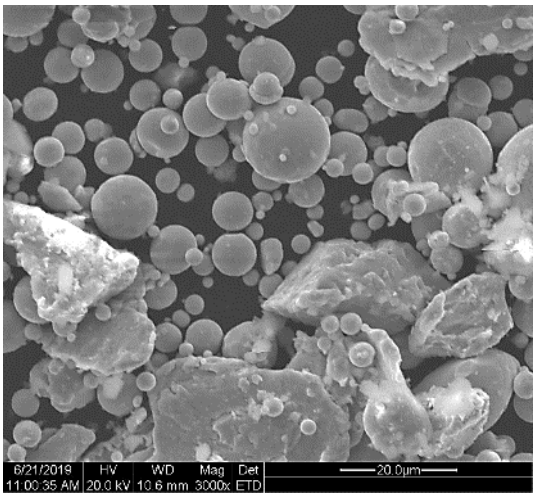
*Figura 21: Molino de atrición.*

Se ha empleado una velocidad de giro en el molino de atrición lo más baja posible para evitar una deformación excesiva del polvo y, a la vez, conseguir una mezcla homogénea. Sin embargo, como se verá posteriormente en la caracterización de detalle realizada sobre la mezcla (CROMAN-ODS-MZ), el proceso ha modificado la geometría del polvo lo suficiente como para disminuir su fluidez de forma significativa; lo que puede tener un impacto negativo en la fabricabilidad del polvo. Esto es algo que se evaluará en el material impreso correspondiente

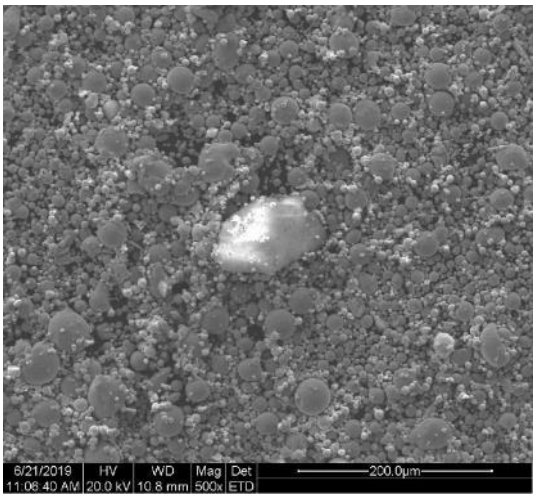
Menores velocidades y tiempos se ha comprobado que no son capaces de distribuir de manera homogénea las nanopartículas introducidas.



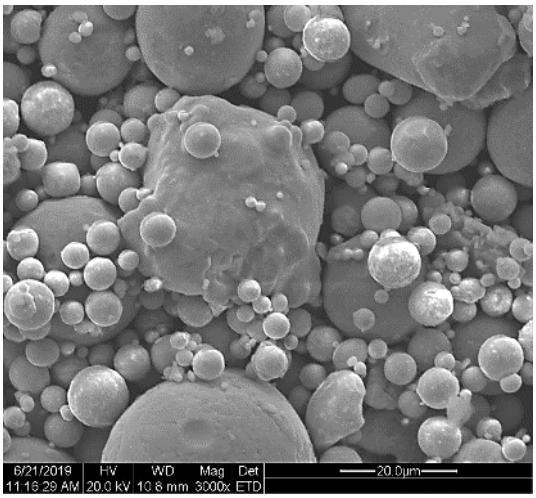

*ODS_Mz_500rpm_Orig. Mag. x500*




*ODS_Mz_500rpm_ Orig. Mag. x3000*




*ODS_Mz_200rpm_ Orig. Mag. x500*




*ODS_Mz_200rpm_ Orig. Mag. x3000*

*Figura 22: Micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (magnificaciones originales: x500 y x3000) del polvo procesado a 200 y 500 rpm*

Se ha empleado una relación de la masa total de las bolas respecto a la masa total del polvo de 20 ($M_b/M_p$=20); siendo la capacidad máxima de procesamiento de 400 g. Se han realizado 16 repeticiones con una mezcla de 375 g de polvo base CROMAN y 1.9 g de nanopartículas de óxido de Itrio (refuerzo del 0.5 % en peso) hasta obtener un total de aproximadamente 6 kg del polvo que ha sido codificado como CROMAN-ODS-MZ.

**b) CROMAN-ODS-AME**

En este caso se ha realizado una aleación mecánica mediante molienda de alta energía y una posterior recuperación de la geometría original del polvo por un método de esferoidización por plasma. Para el primer proceso de aleación mecánica, se utiliza el mismo molino de atrición. Si bien, en la primera ruta lo que se buscaba era una mezcla sencilla de partículas metálicas con las nanopartículas de Itria, en este caso se pretende que las nanopartículas se introduzcan dentro de la red cristalina de las partículas primarias de polvo metálico. Para ello la energía necesaria a aplicar será considerablemente mayor (en cuanto a revoluciones por minuto y tiempo de tratamiento). Esta mayor energía aplicada permite que el material resultante incorpore los óxidos de Itrio en la matriz metálica del polvo y que se distribuyan de forma homogénea. Como contrapartida, y debido a las elevadas velocidades y tiempos de proceso, la morfología de las partículas de polvo se verá notablemente afectada. En consecuencia el polvo obtenido no cumplirá una de las principales exigencias de los procesos de fusión láser localizada de cama de polvo, la morfología esférica de sus partículas. Esta morfología permite una óptima fluidez del material y la generación de capas homogéneas a lo largo de la cama de impresión.

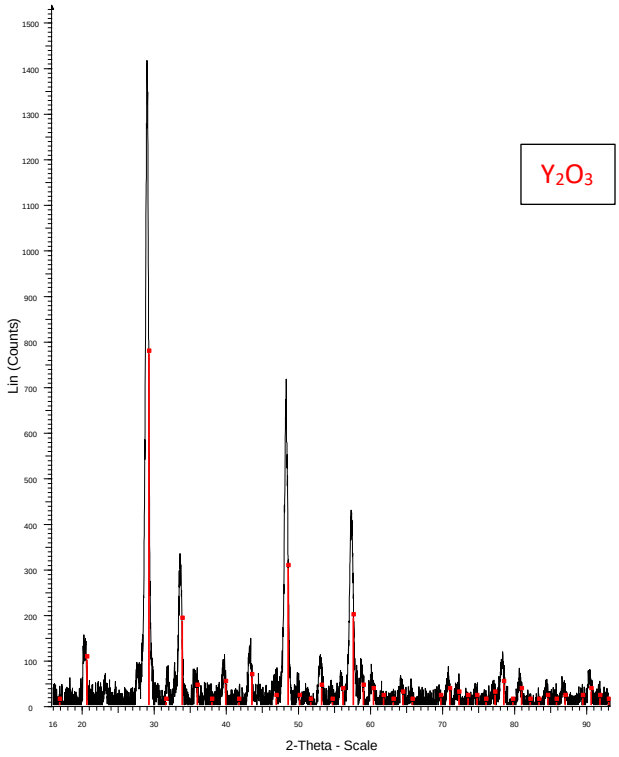
Al igual que en el caso anterior todas las operaciones se han realizado bajo una atmósfera inerte de gas nitrógeno y con una relación de operación $M_b/M_p$=20

Basándonos en nuestra experiencia previa y en la bibliografía *[D. Kumar et al. "High yttria ferritic ODS steeels through powder forging*"] hemos diseñado y ejecutado diferentes ciclos de atrición para producir una aleación mecánica óptima. Se realizan las etapas que se muestran en la tabla 10.

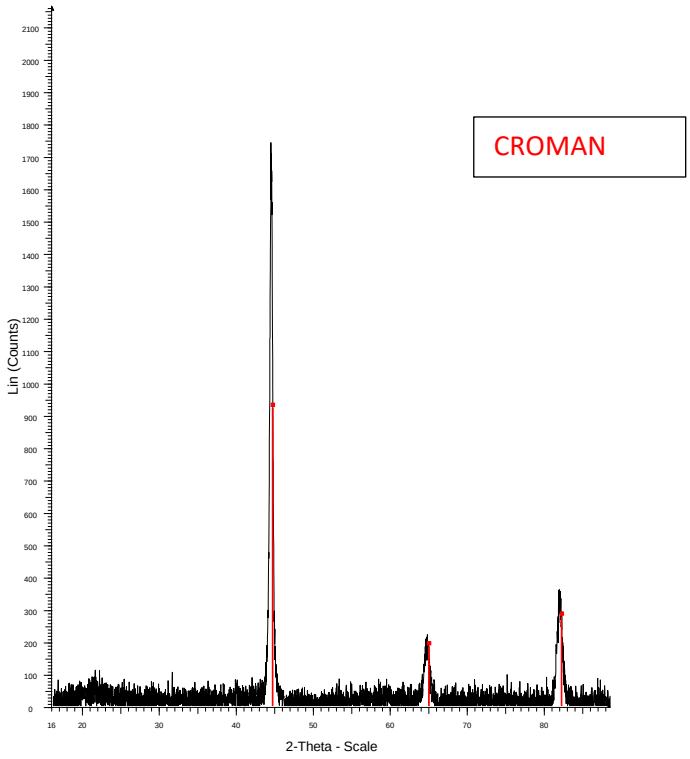
*Tabla 8. Ciclos programados en el molino de atrición para la ruta CROMAN-ODS-AME.*

| | | **Velocidad (rpm)** | **Tiempo (hh:mm:ss)** |
|---|---|---|---|
| **Pre mezcla** | | 300 | 00:03:00 |
| **Ciclo x2** | Step 1 | 400 | 00:15:00 |
| | Step 2 | 300 | 00:15:00 |
| **Ciclo x3** | Step 3 | 1000 | 00:00:15 |
| | Step 4 | 500 | 00:10:00 |
| | Step 5 | 400 | 00:30:00 |
| **Ciclo x2** | Step 1 | 400 | 00:15:00 |
| | Step 2 | 300 | 00:15:00 |
| **Ciclo x3** | Step 3 | 1000 | 00:00:15 |
| | Step 4 | 500 | 00:10:00 |
| | Step 5 | 400 | 00:30:00 |

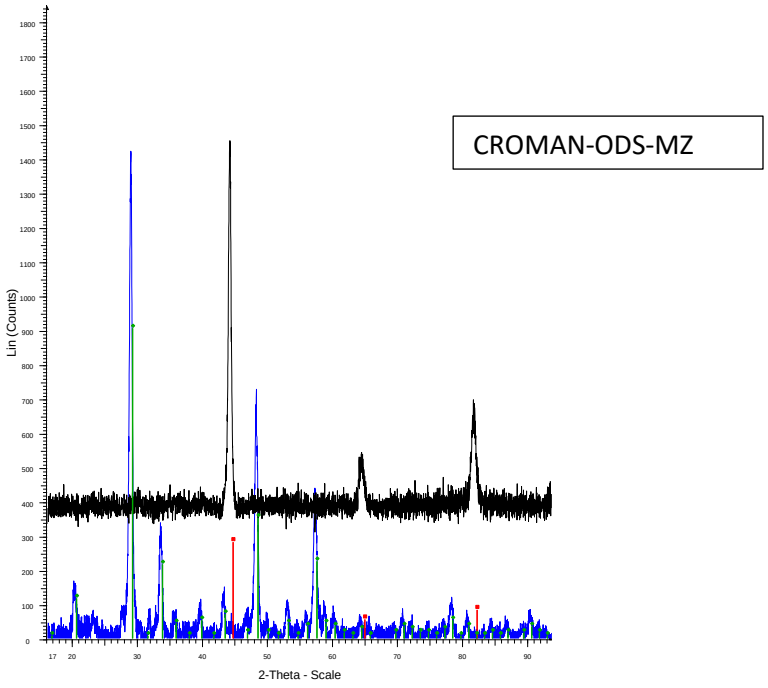
Para comprobar la correcta incorporación de las nanopartículas dentro de la matriz metálica del polvo se realiza un estudio mediante difracción de rayos X (DRX). El primer paso es analizar las nanopartículas de itria y las partículas metálicas de polvo CROMAN por separado con el fin de identificar los difractogramas correspondientes (figuras 23a y 23b respectivamente). A continuación se realiza el análisis de la mezcla, que muestra los picos de difracción correspondientes a ambos tipos de polvo (figura 23c). Una vez obtenida la mezcla, el molino se hace funcionar en régimen de alta energía y se van tomando muestras que son analizadas por DRX. A medida que progresa la aleación mecánica las nanopartículas se van incorporado a la red cristalina hasta que en el difractograma de la muestra desaparece el pico de difracción correspondiente a las nanopartículas (figura 23d), momento en el que se puede dar por concluida la aleación mecánica.



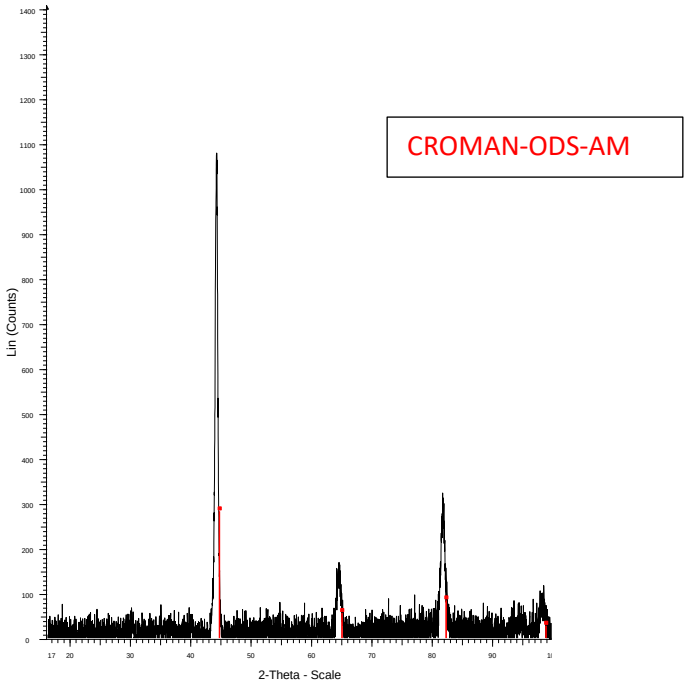

*(a) Y2O3.*




*(b) CROMAN*




*(c) Y2O3 (azul) y CROMAN-ODS (negro).*




*(d) CROMAN-ODS-AM*

*Figura 23: Difractogramas de las nanopartículas de itria (a), del polvo metálico CROMAN (b), de la mezcla de ambos polvos (c) y de los polvos aleados mecánicamente (d)*

Como se preveía inicialmente, la elevada energía aplicada al polvo durante el proceso de atrición transforma de manera muy notable la morfología de las partículas. Partíamos de una geometría principalmente esférica con un tamaño medio de partícula de entorno a las 55 µm. Tras el proceso la geometría observada tiene forma de láminas o flakes con una de las dimensiones mucho menor a las dos restantes. El tamaño medio (feret máximo) ha aumentado ligeramente hasta los 77 µm.

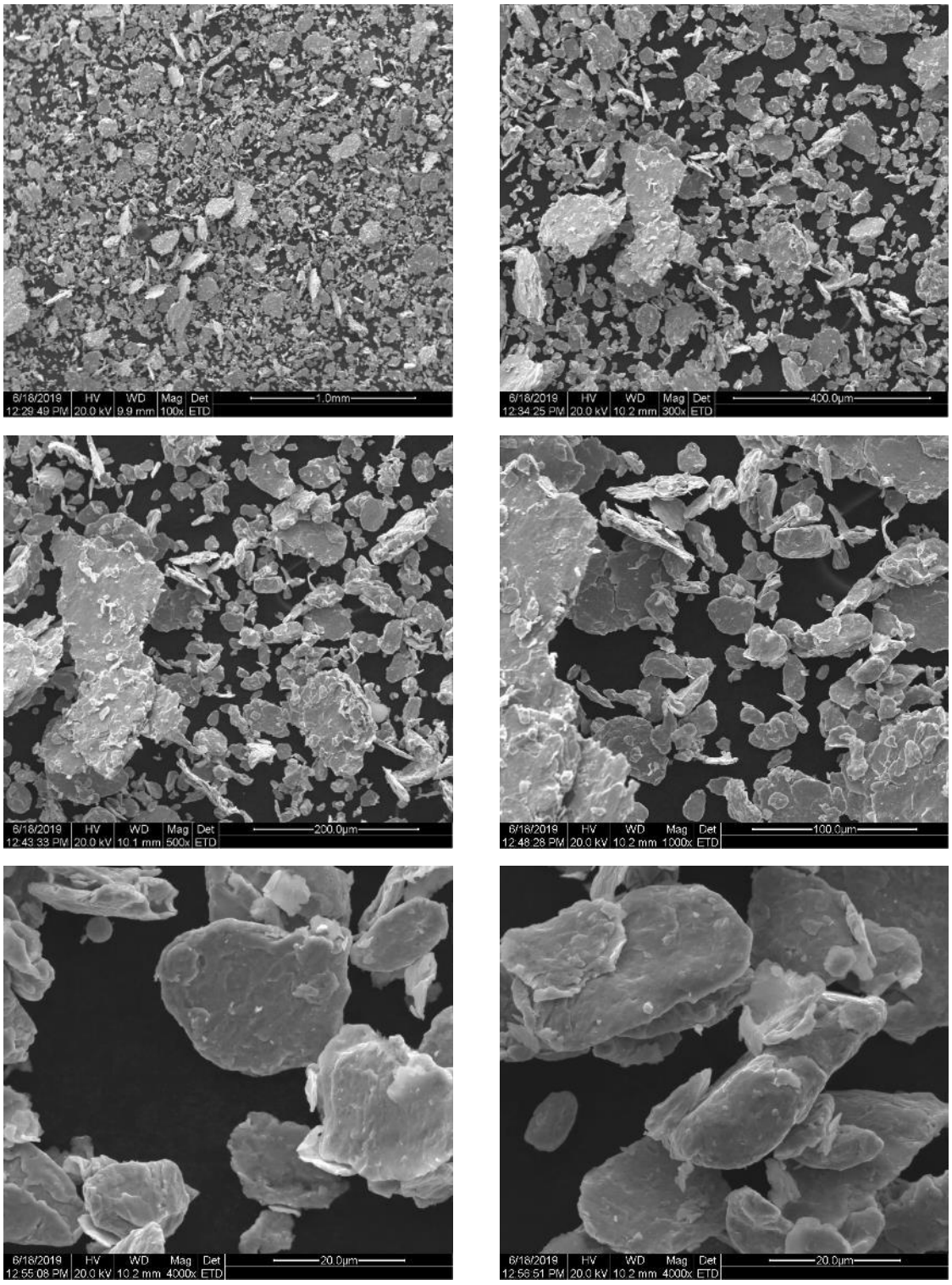



*Figura 24. Micrografías obtenidas por microscopía electrónica de la aleación CROMAN-ODS-AM tras el proceso de aleación mecánica. Diferentes magnificaciones.*

Para mejorar la fluidez del polvo aleado mecánicamente (no es suficiente para la generación óptima de las distintas capas durante el proceso de impresión), se ha realizado un post-procesado para recuperar su morfología inicial. Se trata de un proceso de esferoidización por plasma. Este consiste

en hacer caer de manera regular y controlada las partículas de polvo a través de un tubo sobre el que se inyecta coaxialmente un gas que es excitado hasta alcanzar el estado de plasma. Las partículas son entonces parcialmente fundidas y debido a la tensión superficial se obtienen formas completamente esféricas. Todo el proceso ocurre bajo una atmósfera controlada para evitar la oxidación del material. Este proceso, al no contar internamente con el equipamiento necesario, ha sido externalizado. En la figura siguiente puede observarse un esquema del proceso descrito.

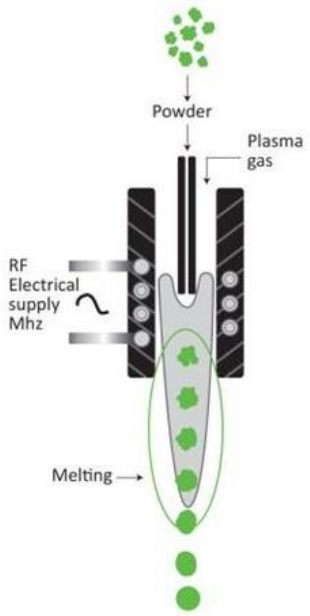
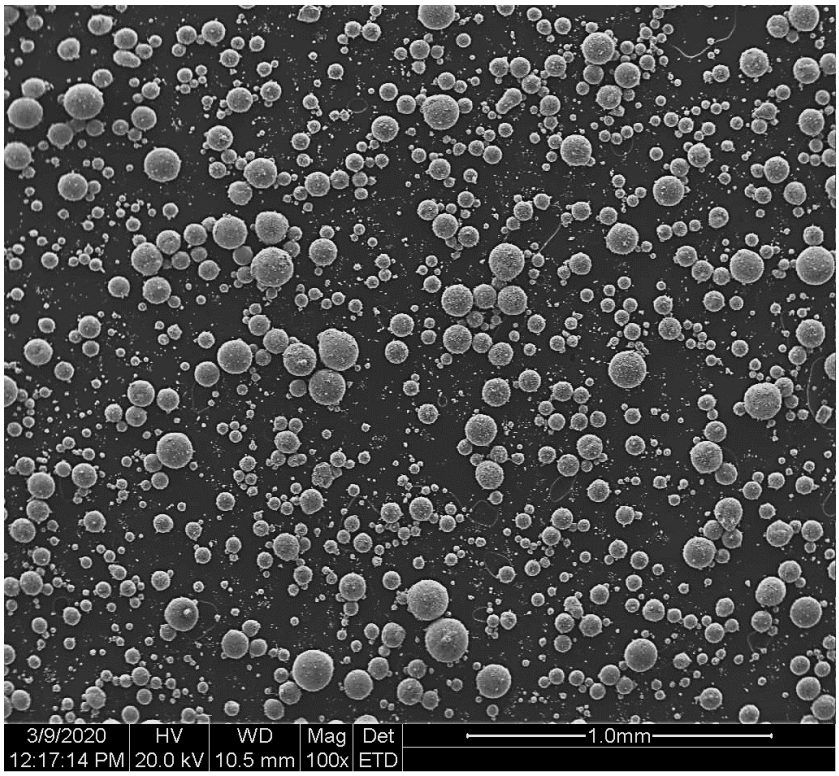
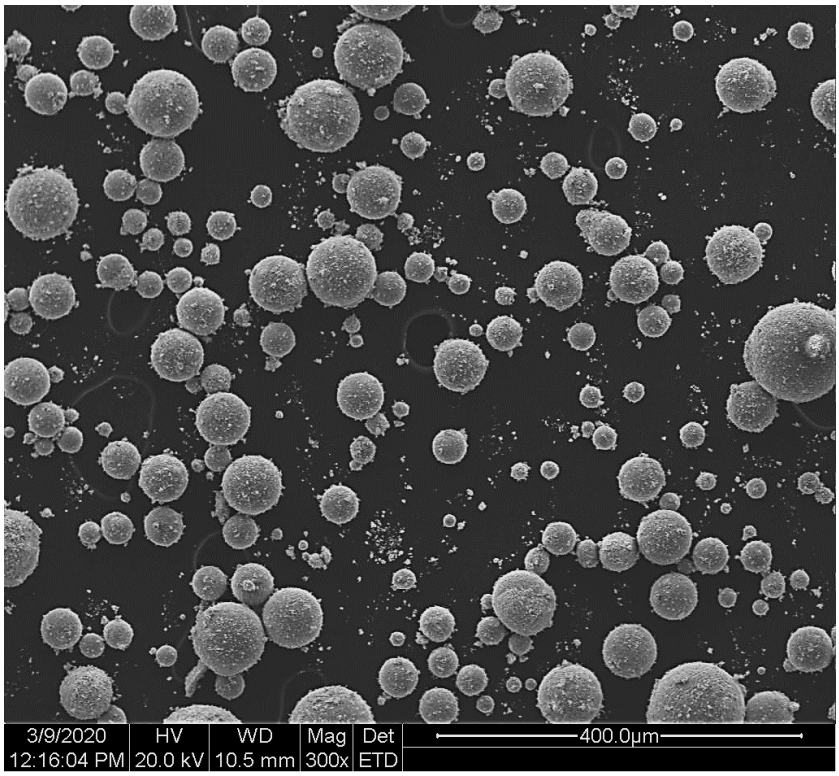
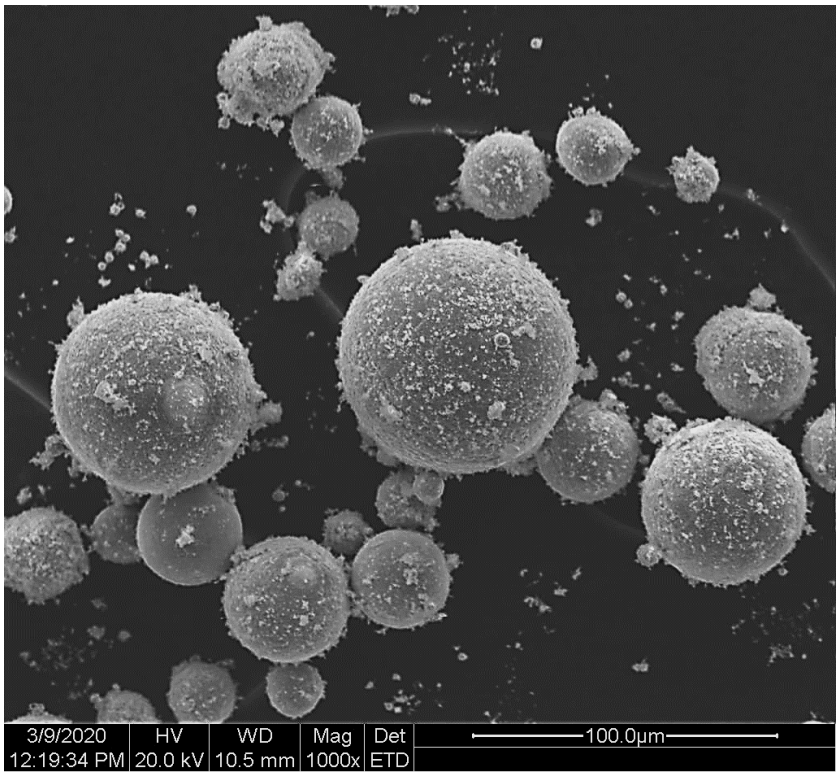



*Figura 25. Esquema del proceso de esferoidización por plasma.*

Sobre el polvo recibido tras el proceso se ha realizado una caracterización completa en la tarea 3.2. A continuación se muestra una serie de imágenes tomadas mediante microscopia electrónica en las que se puede observar como el polvo ha recuperado su geometría esférica. Se aprecian además restos de óxido sobre la superficie de las partículas que se han generado durante el proceso. Al observar estos restos sobre la superficie de las partículas se ha optado por realizar un análisis semi-cuantitativo mediante el detector EDS acoplado al microscopio electrónico con el fin de confirmar que se trata de una oxidación que ha tenido lugar durante el proceso de esferoidización.


3/9/2020
12:17:14 PM
HV
20.0 kV
WD
10.5 mm
Mag
100x
Det
ETD
1.0mm


3/9/2020
12:16:04 PM
HV
20.0 kV
WD
10.5 mm
Mag
300x
Det
ETD
400.0µm



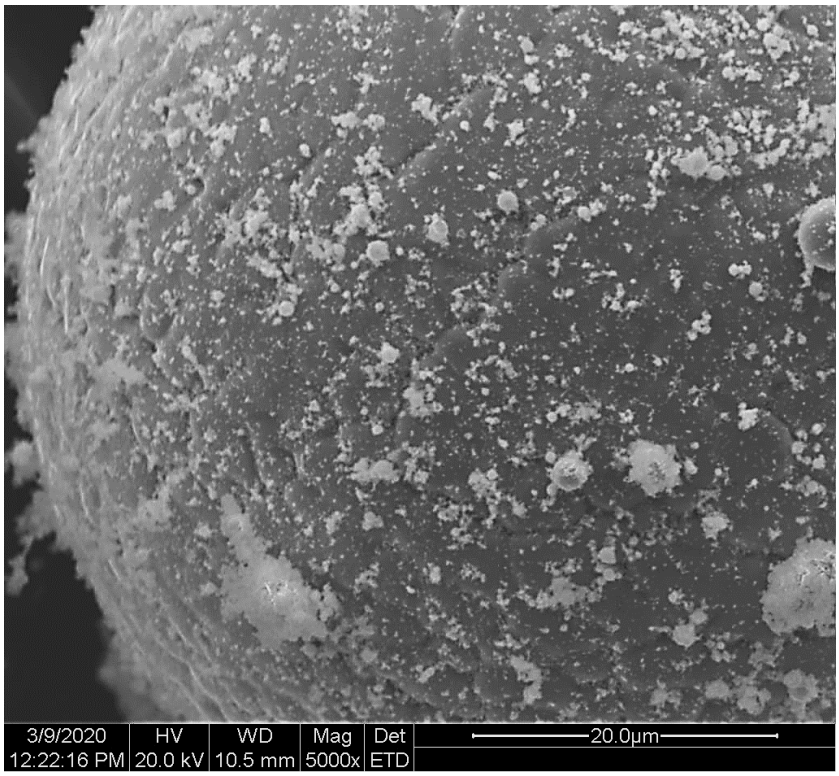
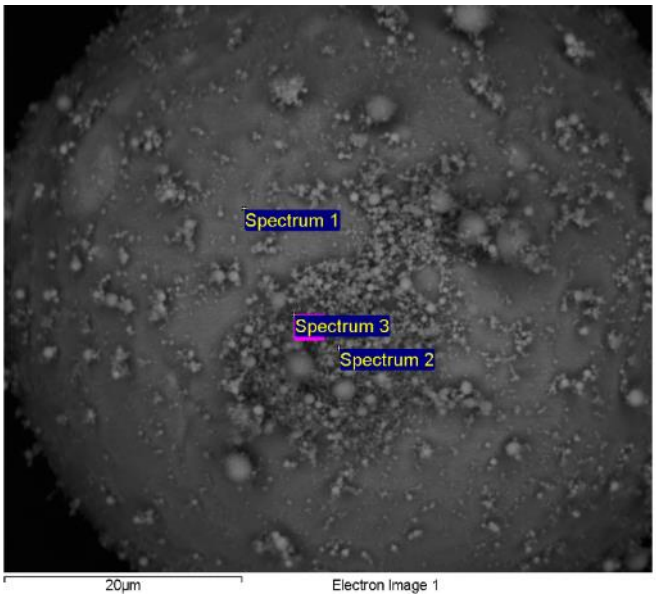




*Figura 26. Micrografías tomadas mediante microscopia electrónica a diferentes aumentos. Material CROMAN-ODS-AME tras el proceso de esferoidización por plasma.*

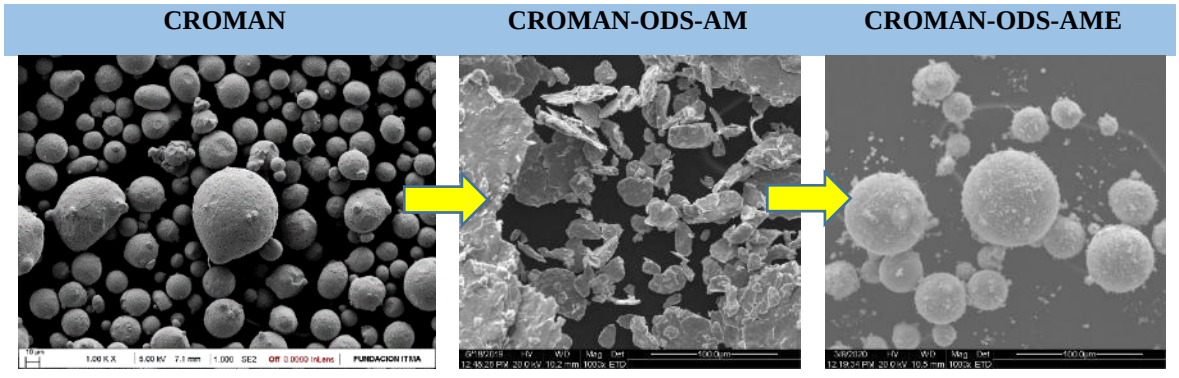
*Tabla 9. Análisis mediante EDS (% en peso) de depósitos sobre las partículas de polvo CROMAN-ODS-AME*




| Spectrum | C | O | Si | Cr | Mn | Fe | Ni | Mo | Total |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | -- | -- | 0.94 | 17.43 | -- | 65.45 | 13.52 | 2.66 | 100.00 |
| 2 | 2.12 | 1.62 | 0.52 | 25.82 | 2.73 | 59.46 | 7.72 | --- | 100.00 |
| 3 | 2.64 | 1.87 | 0.59 | 20.53 | 1.46 | 61.46 | 9.80 | 1.64 | 100.00 |

El espectro 1 se ha tomado de una zona donde no se aprecia formación de óxidos, los espectros 2 y 3 de zonas con óxidos adheridos a la superficie de la partícula. A pesar de realizar el proceso de esferoidización bajo atmósfera protectora, cierto grado de oxidación se ha producido en la superficie de las partículas.

A modo de resumen se muestra a continuación la evolución que ha sufrido el polvo a lo largo de esta ruta de adicción de nanopartículas.




(a) (b) (c)

*Figura 27. Micrografías de electrónico que muestran la evolución de la morfología del polvo original (a) tras su aleación mecánica con las partículas de itria (b) y tras su posterior esferoidización (c)*

## 3.3 CARACTERIZACIÓN DE POLVO METÁLICO PARA FABRICACIÓN ADITIVA (Hito 3)

El hito 3 se centra en la caracterización de los polvos industriales y experimentales generados en el hito 2 y en el desarrollo de un procedimiento de preparación metalográfica de polvo metálico. En la tarea 3.1 se trabaja en las preparaciones metalográficas del polvo metálico, un aspecto clave para conocer la aptitud de los materiales a ser procesados mediante tecnologías láser en cama de polvo. En la tarea 3.2 se centra en la caracterización completa a realizar sobre un polvo metálico cualquiera para fabricación aditiva. Para ello se toman los dos polvos comerciales seleccionados, AISI 316L y SS PH17-4, así como las dos calidades diseñadas en el proyecto, AFPA y CROMAN-ODS. Esta última teniendo en cuenta las calidades modificadas mediante la adición de nanopartículas de Itria a través de diferentes rutas de adición (CROMAN-ODS-AME y CROMAN-ODS-MZ).

*Tabla 10. Calidades estudiadas a lo largo del proyecto.*

| Calidades Comerciales | Calidades Experimentales |
|---|---|
| ▪ **AISI 316L**<br>▪ **SS PH17-4** | ▪ **AFPA**<br>▪ **CROMAN-ODS**<br>▪ **CROMAN-ODS-AME**<br>▪ **CROMAN-ODS-MZ** |

En la tarea 3.3 se estudia la evolución que sufre el polvo durante su vida y reciclado y se ha evaluado la capacidad que tiene para soportar los ciclos de fabricación. Este análisis se ha realizado sobre las calidades industriales.

### 3.3.1 Desarrollo de un procedimiento de preparación metalográfica del polvo metálico

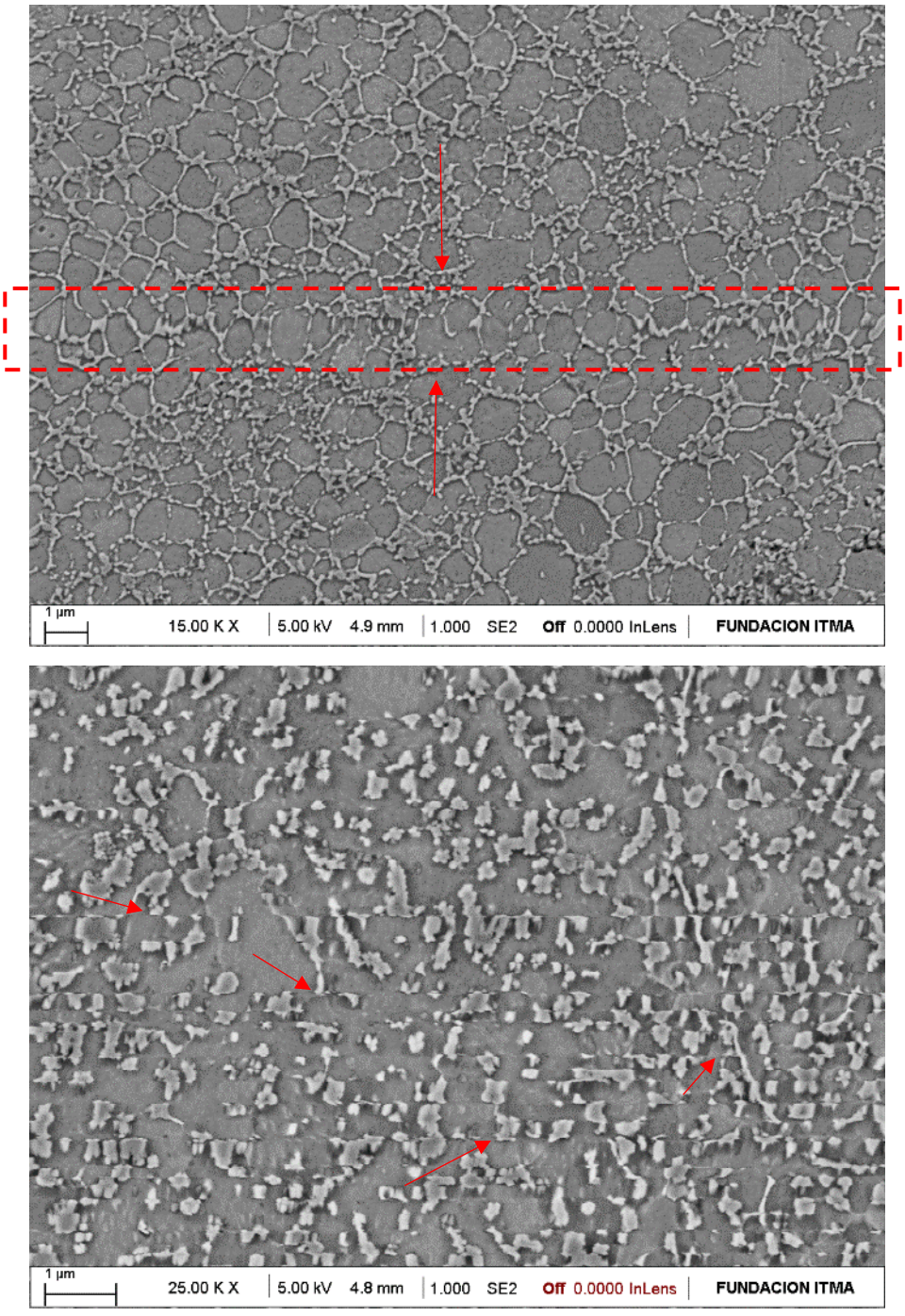
El objetivo principal de esta tarea ha sido mejorar las técnicas actuales de preparación de muestras de polvo metálico para la caracterización microestructural mediante microscopía electrónica de barrido. Para ello es necesario trabajar sobre una técnica que permita obtener una sección transversal de las partículas. El método estándar consiste en la embutición del polvo metálico en una resina y su posterior desbaste, pulido y ataque.



*Figura 28: Polvo metálico embutido en resina (procedimiento de preparación estándar)*

En la figura 28 se puede observar como la preparación estándar de un polvo metálico produce una alta heterogeneidad en la distribución del mismo en la superficie de preparación. Además se generan una alta densidad de huecos (producidos por el arranque de las partículas) que producen numerosos defectos durante las etapas posteriores de la preparación. Por otro lado, las partículas que han permanecido en la resina, se encuentran muy separadas unas de otras, lo que a la hora de su observación se traduce en una imagen desenfocada al cargarse la muestra debido a la baja conductividad de las zonas de estudio. Estos defectos impiden un análisis microestructural de detalle y nos obliga a llevar a cabo una observación a baja magnificación.

En la figura 29 se exponen a modo de ejemplo, dos imágenes tomadas a 15000 y 25000 aumentos sobre un polvo metálico preparado metalográficamente mediante un procedimiento convencional. Con marcas rojas se indican los errores de captura de imagen inducidos por un desplazamiento del haz causado por una baja conductividad de la muestra. Asimismo se puede apreciar que, en general, estos errores aumentan con la magnificación de observación.




*3.4 Figura 29: Fenómeno de "drift" (desplazamiento intermitente del haz) durante la toma de imagen de un polvo metálico sometido a un procedimiento de preparación estándar.*

Para solucionar estos problemas, se han planteado dos métodos. El primero se basa en una modificación del método de preparación de muestras para microscopía electrónica de transmisión (TEM) de R.D Field y H.L. Fraser (*R.D. Field & H. L Fraser, Metall. Trans.A, 1978, 9, 131-134)*. Mediante una electrodeposición de níquel y un posterior electropulido, se pretende conseguir una sección transversal de las partículas metálicas sobre un substrato metálico. Esta técnica fue

desarrollada para el análisis mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM) y es necesario estudiar su adaptación al análisis por microscopía electrónica de barrido (FEG-SEM).

La propuesta inicial consta de las siguientes cinco etapas:

- Etapa 1: El polvo metálico se embute mecánicamente sobre un sustrato también metálico y suficientemente blando como para que se deforme alrededor de las partículas de polvo y estas queden anexionadas a él. Todo ello sin deformar las propias partículas. En el caso del artículo mencionado, se utilizaba una plancha de estaño como sustrato blando.
- Etapa 2: Tras obtener una lámina de material blando con las partículas incrustadas en él, se procede a una electrodeposición de níquel hasta crear una capa homogénea y de un espesor suficiente.
- Etapa 3: Se voltea a la muestra y se retira manual o mecánicamente la capa del sustrato blando. Las partículas permanecen adheridas a la capa de níquel.
- Etapa 4: Se repite la etapa 2 en la nueva cara, creando así una especie de “sándwich” que contiene las partículas en su interior.
- Etapa 5: Por último se realiza un electropulido del níquel hasta alcanzar la zona donde se encuentran las partículas. Estas son igualmente afectadas por el electropulido obteniéndose una placa metálica cuya superficie contiene una sección de las partículas de polvo objeto de análisis.

La figura 30 muestra un esquema del proceso propuesto.

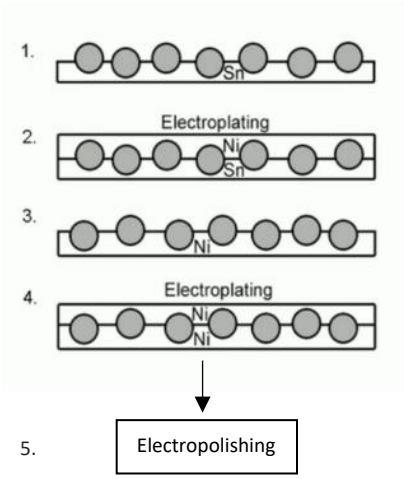
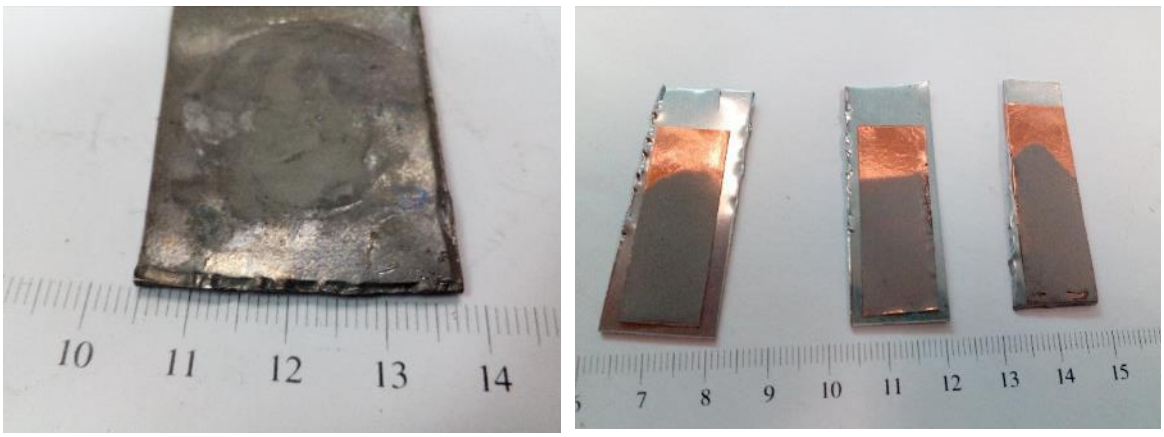



*Figura 30: Esquema del proceso descrito por Field y Fraser.*

Nos planteamos utilizar un proceso similar pero adaptado a la actividad de nuestro centro. En primer lugar, ha de tratarse de un proceso ágil debido a la cantidad de muestras que se analizan habitualmente. Por otro lado, al contrario que en un análisis TEM, no se considera un requisito el espesor de la muestra; no estamos limitados al uso de probetas ultrafinas.

Para la primera etapa, se han probado dos opciones diferentes. Una embutición mecánica sobre una placa de estaño como la que se recomendaba en el artículo de referencia y una adhesión de las partículas a una cinta de cobre de doble cara sobre una placa zinc. Estas placas de zinc aportan la rigidez necesaria para la etapa de electrodeposición. En la figura 31 se muestra ambas preparaciones.



(a) (b)

*Figura 31: Placa de estaño con las partículas incrustadas (a). Tiras de cobre de doble cara recubierta de partículas y adheridas a la placa-soporte de zinc (b).*

Llegados a este punto, el paso siguiente ha consistido en concretar los parámetros necesarios para la electrodeposición de níquel. Tras un estudio bibliográfico y la elección del electrolito, se han realizado una serie de cálculos a partir de la ley de Faraday que han dado como resultado los parámetros siguientes:

Electrolito:

- 300g/l $NiSO_4$
- 60g/l $NiCl_2$
- 40g/l $H_3BO_3$

*Tabla 11. Condiciones para la electrodeposición.*

| **Corriente (A/cm²)** | **Tiempo (min)** | **Espesor de capa (µm)** |
|---|---|---|
| 0.2 | 25 | 100 |

Una vez obtenidos los parámetros de la electrodeposición, se ha procedido al cálculo de los tiempos de electropulido para la etapa 5. Como electrolito se ha optado por una disolución al 10% de Ácido sulfúrico en metanol. Para medir la pérdida de espesor se ha optado por utilizar una muestra de níquel puro de 2.6 $cm^2$. Sobre ella, se ha realizado medidas del espesor para distintos tiempos manteniendo constante la tensión en 40V.



*Figura 32: Muestra de níquel puro antes del electropulido.*

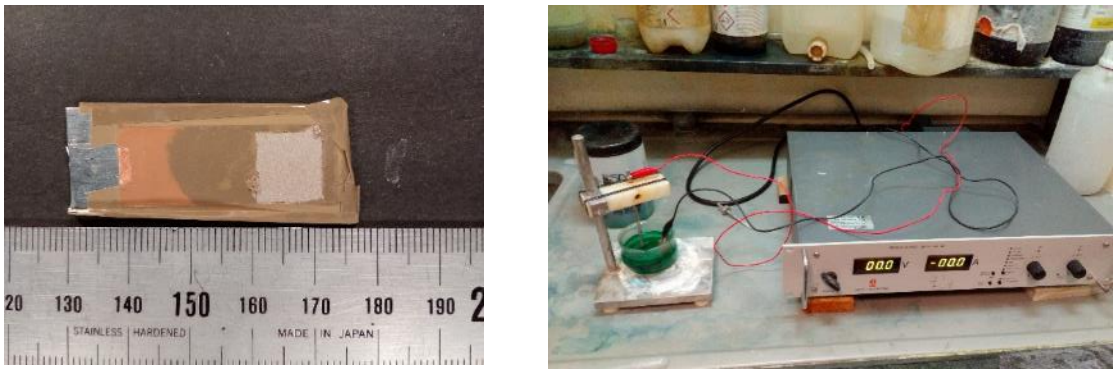
Resultados de la pérdida de espesor medido:

*Tabla 12. Medidas del espesor de la muestra de níquel.*

| Tiempo | Voltaje | Espesor reducido (mm) | |
|---|---|---|---|
| **5'** | 40 | (4.23>4.19=) **0.04** |  |
| **5'** | 40 | (4.19>4.15=) **0.04** | |
| **2'30"** | 40 | (4.15>4.13=)**0.02** |  |

Se trata de una medida que servirá como referencia para calcular los tiempos aproximados de duración del electropulido sobre la probeta con el polvo. Por tanto, se han realizado una serie de simplificaciones importantes. El electropulido afecta a ambas caras y no se ha tenido en cuenta la pérdida del espesor lateral. Considerando lo anterior y aplicando la corrección para una sección de 1 $cm^2$, se ha calculado una pérdida de espesor de aproximadamente 41 $\frac{\mu m}{\min cm^2}$ .

La siguiente etapa, ahora que ya tenemos los parámetros definidos, es la electrodeposición de níquel. Se han hecho pruebas sobre los dos tipos de probeta preparados en la etapa 1.




(a) (b)

*Figura 33: Placa de cobre con una ventana de 1cm2 (a). Momento de la electrodeposición de níquel (b).*

Se han presentado diversas dificultades durante el proceso de electrodeposición. En primer lugar, la adhesión de la capa de níquel sobre las partículas no ha sido homogénea. Esto se debe a que el proceso genera cierto residuo que se acumula en ocasiones entre la capa de níquel y la capa de polvo y en otras formando una serie de bolas sobre la superficie.

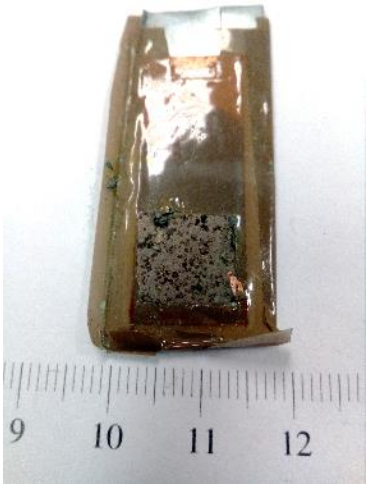



*Figura 34: Muestra con defectos tras la electrodeposición de níquel.*

Llegados a este punto, y considerando que además de las dificultades observadas, el tiempo de preparación es considerablemente más largo de lo previsto inicialmente, se ha optado por estudiar un segundo método de preparación.

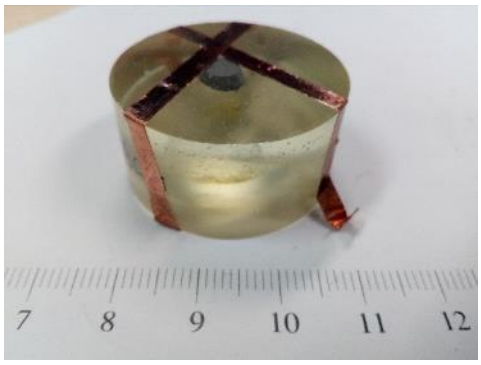
El segundo método consiste en una preparación basada en el método estándar pero que intente suplir las carencias descritas al principio de la tarea. Para ello, se ha desarrollado un nuevo método de preparación que consta de dos etapas.

La primera etapa consiste en depositar una muestra del polvo metálico en un tubo Eppendorf de microcentrifugadora. Una vez introducido el polvo metálico, se llena el resto del tubo con resina epoxy transparente y se deja curar en un deposito conectado a una bomba de vacío que extrae las burbujas internas que pudiesen aparecer y aumenta la capacidad de mojado de las partículas por la resina. Una vez curada la muestra, se retira el tubo plástico y se despunta.




*Figura 35: Muestra tras la primera etapa con la forma dejada por el tubo tipo Eppendorf.*

La siguiente etapa consiste en embutir la muestra que obtuvimos en el paso anterior, también en una resina epoxy. Una vez curada, se desbasta con papeles de lija de carburo de silicio para finalmente pulirla con diamante y alúmina hasta conseguir una superficie especular libre de imperfecciones.



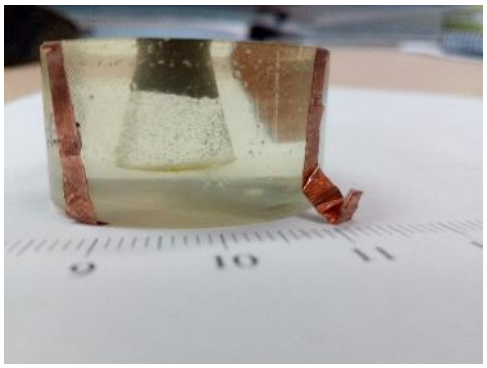



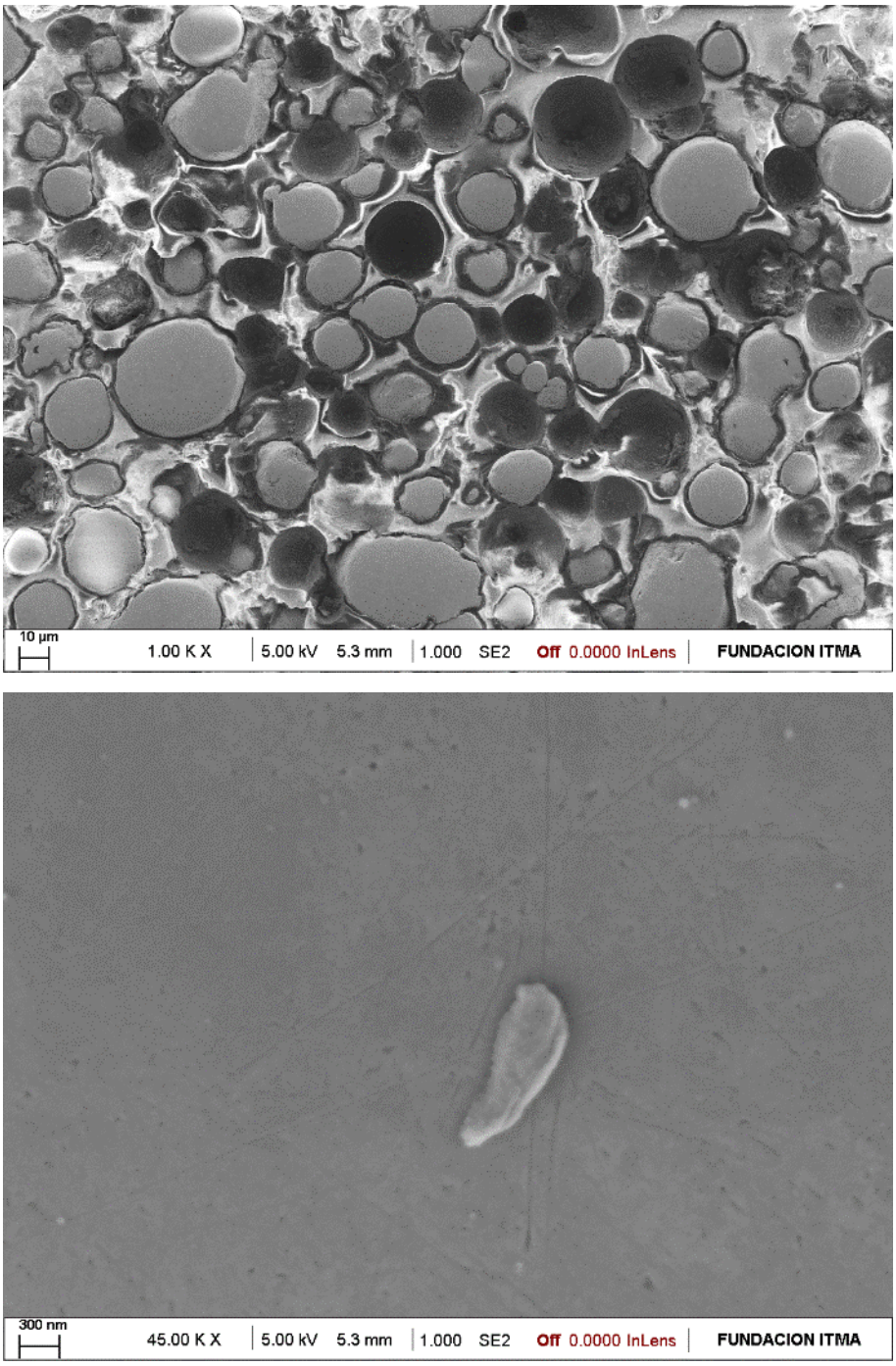
*Figura 36: Muestra preparada utilizando el nuevo método.*

En la figura 36 se observa la muestra final preparada. Las tiras de cobre adheridas se emplean para establecer una conexión eléctrica entre cualquier muestra embutida y el portamuestras empleado en el microscopio electrónico de barrido.

Este método presenta varias ventajas respecto a la preparación estándar y a la primera propuesta.

- Las partículas se encuentran muy cercanas entre ellas, con algún punto de contacto en la mayoría de ocasiones. Esto permite que la muestra no se cargue eléctricamente. Era uno de los objetivos principales de esta tarea y permite un análisis en detalle de las subestructuras presentes en el polvo. Se consiguen magnificaciones de hasta x50000 aumentos sin errores en la observación asociados a la deriva de la imagen, en contraposición a los errores que presentaban las imágenes a partir de los x15000 aumentos con la preparación estándar.
- El mismo efecto de alta densidad de partículas ayuda a evitar que se desprendan durante la preparación; si bien no lo consigue en el total de las partículas, los resultados mejoran muy notablemente.
- Desaparecen completamente las zonas de cráteres que se producen en la preparación estándar cuando sobre un grupo de partículas no penetra la resina y se desprenden en conjunto dejando un gran hueco en la superficie de la muestra que induce problemas de suciedad, arrastres, etc., durante las etapas de preparación subsiguientes.
- El tiempo de preparación y los costes asociados (no requiere reactivos químicos más allá de los habituales para la preparación estándar) se reducen respecto a la primera propuesta.

La figura 37 presenta dos imágenes que corresponden al segundo método y que muestran la densidad de partículas que permanecen en la muestra tras su preparación y la posibilidad de realizar un análisis de las partículas por encima de los 50000 aumentos sin encontrarnos con los problemas que presentaba la preparación estándar.




*3.5 Figura 37: Imágenes de electrónico obtenidas sobre polvo metálico preparado con el segundo procedimiento propuesto.*

### 3.5.1 Protocolo de caracterización de polvo metálico para fabricación aditiva

La parte correspondiente al trabajo a realizar en 2018 durante esta tarea engloba la caracterización completa del polvo comercial 316L También incluye el análisis químico, microestructural y morfológico mediante microscopía electrónica de barrido, medida de sus propiedades físicas

(densidades, fluidez y tamaño de partícula), así como la caracterización microestructural de las dos calidades diseñadas (AFPA y CROMAN), que complementan la caracterización básica realizada en la tarea 2.1 y 2.2. Los resultados se muestran en el formato de informe individual para cada una de las calidades.

A continuación se describen los métodos de caracterización utilizados:

La caracterización incluye un estudio de la **fluidez del polvo** (*Flowability*). Este se realiza de acuerdo al estándar ASTM B213 y utilizando para su medida el aparato de Hall. Este equipo consiste en un embudo con un orificio calibrado a través del cual se deja fluir el polvo metálico. Puesto que la cantidad medida es conocida (50 g), se obtiene un valor del tiempo necesario para que dicha cantidad de polvo fluya a través del orificio del embudo. Esta propiedad tiene gran influencia en los sistemas de fabricación por cama de polvo. Nos indica cómo se comportará el polvo durante el proceso de formación de cada una de las diferentes capas de polvo que aplica el *recoater*. La homogeneidad de esta capa está relacionada, entre otros factores, con el valor de fluidez obtenido en el ensayo y tiene una relación directa con el nivel de defectología que presentará la pieza final.

Otro de los factores que afectan directamente a la formación de capas de polvo homogéneas durante el proceso de fabricación aditiva es el valor de las diferentes densidades medidas en el polvo. En primer lugar, se registra la **densidad aparente** (*Apparent density*)**.** Esta se mide siguiendo las instrucciones del estándar ASTM B212. Para realizar la medida se utiliza un cilindro hueco calibrado que incluye el aparato de Hall utilizado para la medida de la fluidez. Tras dejar fluir el polvo a través del embudo en el ensayo de fluidez, este se recoge en el cilindro calibrado situado bajo el embudo. El polvo es entonces enrasado al extremo del cilindro hueco y mediante una balanza de precisión se obtiene el valor de la masa del polvo. Obtenido este dato y puesto que el cilindro tiene un volumen calibrado, se calcula la densidad aparente que presenta el polvo metálico.

La **densidad compactada** (*Tap density*) se calcula siguiendo el estándar ASTM B527. Para esta medida se utiliza un equipo que produce una serie de percusiones, de la frecuencia e intensidad que determina la norma y que compactan el polvo que previamente se ha pesado e introducido en un tubo calibrado. Registrando el volumen ocupado por el polvo tras el proceso de compactación se puede obtener el valor de la densidad compactada.

La última de las densidades registradas nos ayuda a comprender la cantidad real de material que se utiliza en un volumen de fabricación concreto. Se trata de la **densidad real** (*skeletal density*), esta se mide en base al estándar ASTM B923, utilizando el picnómetro de Helio cuyo radio atómico es tan pequeño que puede penetrar en los huecos que quedan entre las partículas de polvo. Utilizando esta técnica podemos calcular cual es la cantidad real de metal que albergaremos en un volumen conocido. Tiene una gran relación con el grado de contracción de las capas solidificadas respecto a la cota del resto de la cama de polvo.

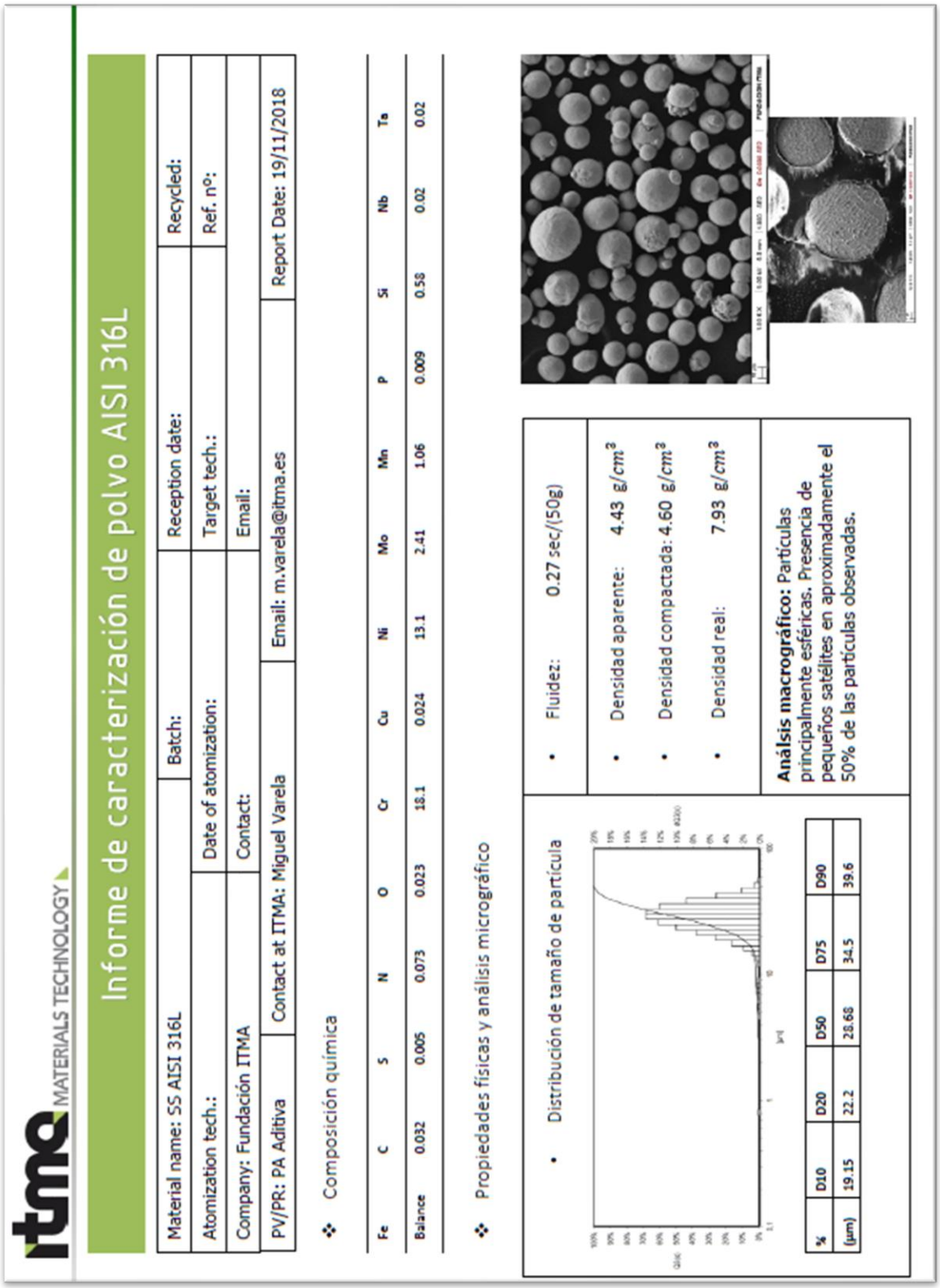
La **distribución de tamaño de partículas** es también un aspecto clave en los procesos de fabricación aditiva. La literatura cuenta con diversos estudios sobre el tipo de distribución y tamaños adecuados para cada material y tecnología. En los procesos de fusión laser localizada (LB-PBF) hay un consenso en que los tamaños óptimos se encuentran en el rango 15-65 µm, con distintas distribuciones dentro de estos valores. Para la medida continua del tamaño de partícula se sigue el estándar ASTM B822. El equipo utilizado ha sido un difractor láser. El funcionamiento es el siguiente: Se introduce

el polvo en el equipo, este cae a través de una tobera interfiriendo en un sensor laser que registra el tamaño de cada partícula (su diámetro equivalente), para posteriormente generar un gráfico de distribución de tamaño de partícula a partir del cual pueden extraerse los valores $D_{10}$, $D_{50}$, $D_{90}$.

El análisis microestructural del polvo se realiza partiendo de la técnica de preparación desarrollada en la tarea 3.1. Esta técnica nos permite la visualización de la microestructura presente en el polvo mediante microscopía óptica y mediante microscopía electrónica de barrido (FEG-SEM), pudiéndose llegar a magnificaciones mucho mayores que las alcanzadas con los métodos tradicionales de preparación.

A continuación se muestran los resultados de las caracterizaciones realizadas.

### 3.5.1.1 AISI 316L



Informe de caracterización de polvo AISI 316L

| | | | |
|---|---|---|---|
| Material name: SS AISI 316L | Batch: | Reception date: | Recycled: |
| Atomization tech.: | Date of atomization: | Target tech.: | Ref. nº: |
| Company: Fundación ITMA | Contact: | Email: | |
| PV/PR: PA Aditiva | Contact at ITMA: Miguel Varela | Email: m.varela@itma.es | Report Date: 19/11/2018 |

❖ Composición química

| Fe | C | S | N | O | Cr | Cu | Ni | Mo | Mn | P | Si | Nb | Ta |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Balance | 0.032 | 0.005 | 0.073 | 0.023 | 18.1 | 0.024 | 13.1 | 2.41 | 1.06 | 0.009 | 0.58 | 0.02 | 0.02 |

❖ Propiedades físicas y análisis micrográfico

- Distribución de tamaño de partícula

| % | D10 | D20 | D50 | D75 | D90 |
|---|---|---|---|---|---|
| (µm) | 19.15 | 22.2 | 28.68 | 34.5 | 39.6 |

- Fluidez: 0.27 sec/(50g)
- Densidad aparente: 4.43 $g/cm^3$
- Densidad compactada: 4.60 $g/cm^3$
- Densidad real: 7.93 $g/cm^3$

**Análisis macrográfico:** Partículas principalmente esféricas. Presencia de pequeños satélites en aproximadamente el 50% de las partículas observadas.

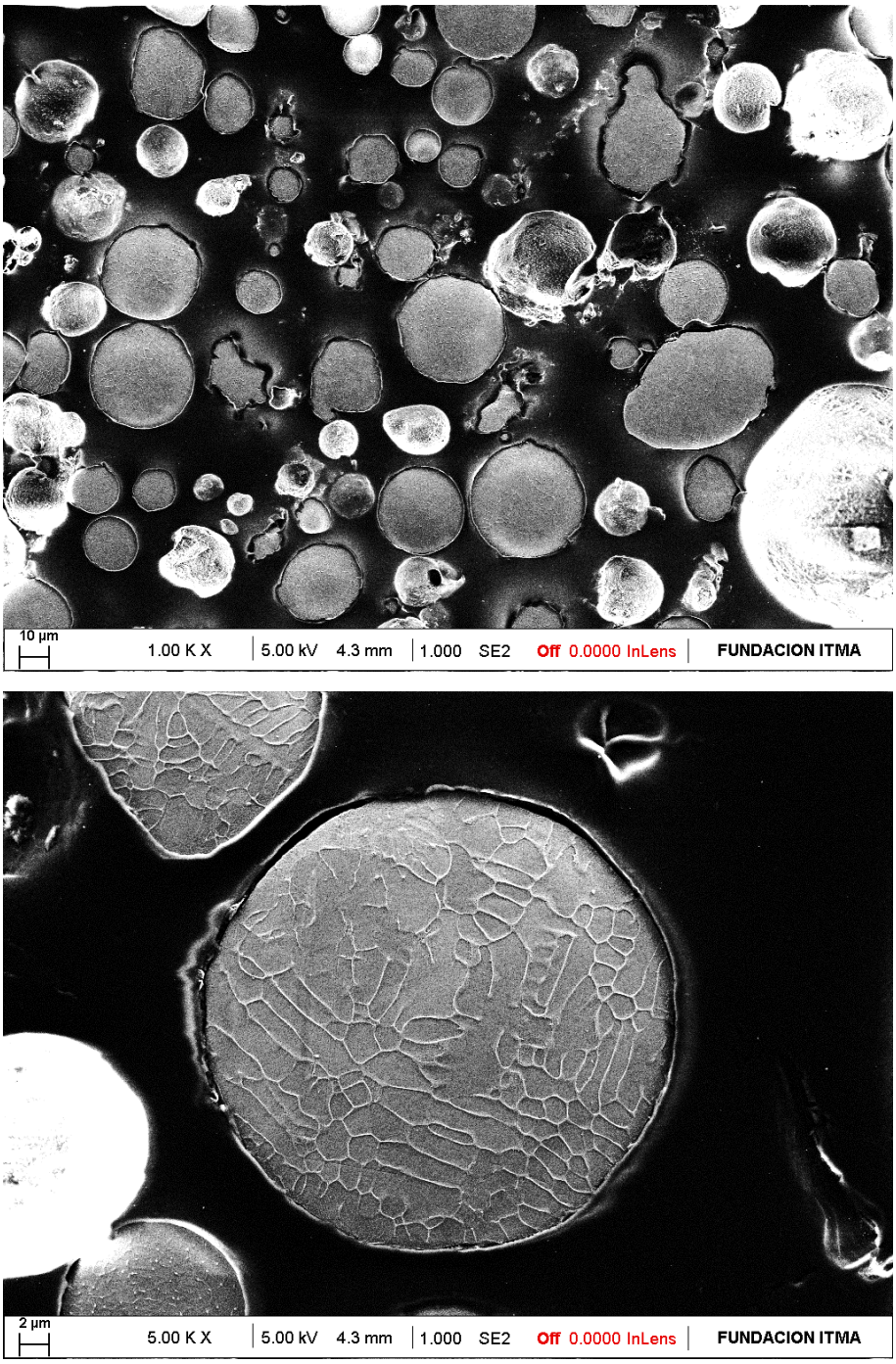



*Figura 38: Polvo AISI 316L. Imágenes obtenidas mediante FEG-SEM.*

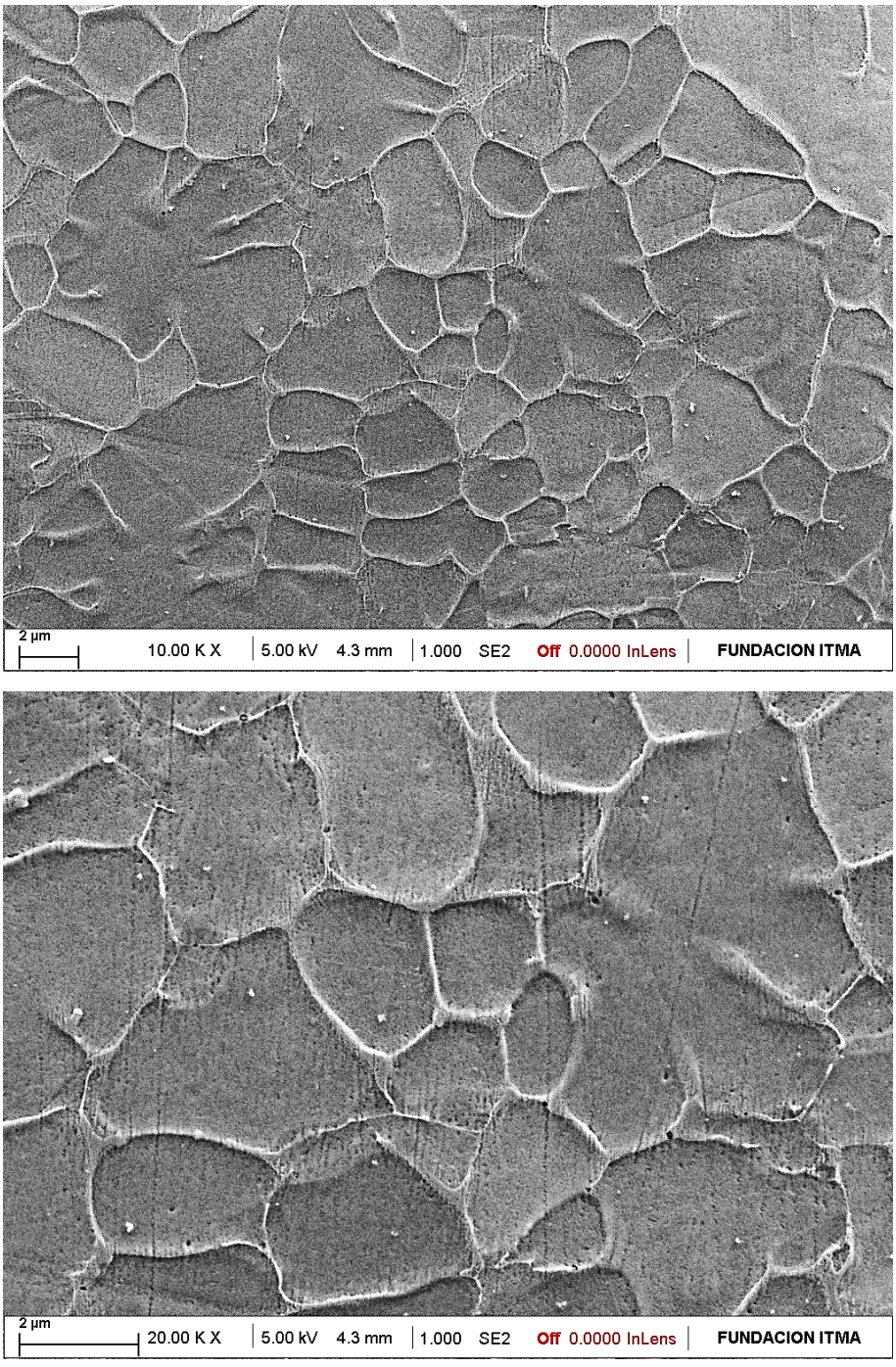



*Figura 39: Polvo AISI 316L. Imágenes obtenidas mediante FEG-SEM.*

La preparación metalográfica realizada, de acuerdo al procedimiento desarrollado, permite observar con nitidez las morfología resultante de la solidificación y enfriamiento en estado sólido del polvo de acero inoxidable austenítico AISI 316L. La microestructura está compuesta por dendritas primarias y secundarias de austenita. Las zonas interdendríticas (bordes más claros), corresponden al último líquido en solidificar y son zonas ricas en elementos de aleación (Cr, Ni, Mn…). No se observa porosidad interna generada durante el proceso de atomización.

MATERIALS TECHNOLOGY

# Powder Characterization Summary Report AFPA

| | | | |
|---|---|---|---|
| Material name: AFPA | Batch: | Reception date: | Recycled: |
| Atomization tech.: | Date of atomization: | Target tech.: | Ref. nº: |
| Company: Fundación ITMA | Contact: | Email: | |
| PV/PR: PA Aditiva | Contact at ITMA: Miguel Varela | Email: m.varela@itma.es | Report Date: 26/11/2018 |

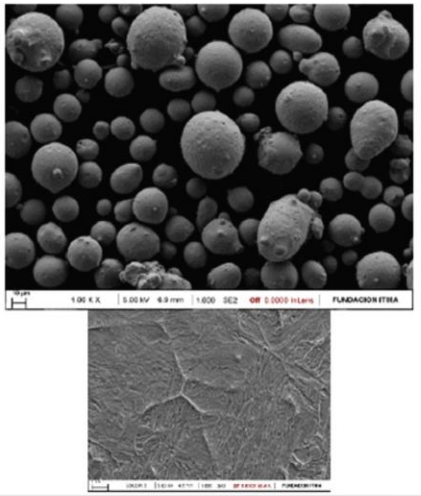
❖ Chemical composition

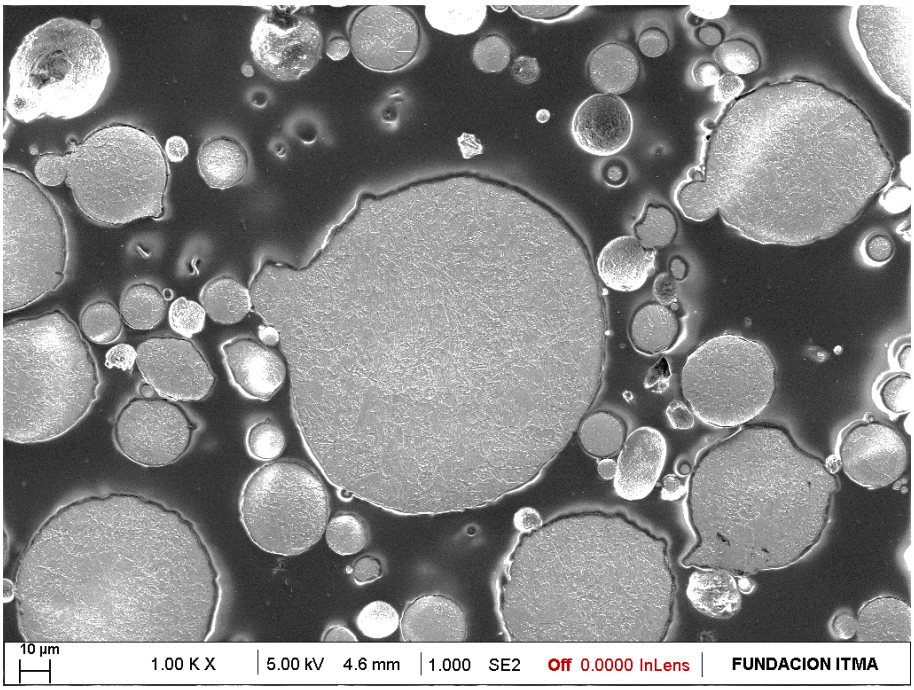
| *Fe* | *C* | *S* | *N* | *O* | *Mn* | *P* | *Si* | *Ni* | *Cr* | *Mo* | *V* | *W* | *Ti* | *Co* | *Cu* | *Nb* | *Al* | *B* | *Ta* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Balance | 0.12 | 0.004 | 0.008 | 0.008 | 0.45 | 0.005 | 0.026 | 0.009 | 9.39 | 0.008 | 0.2 | 1.18 | 0.004 | 0.006 | <0.01 | <0.005 | <0.01 | <0.002 | 0.14 |

❖ Physical properties & Micrographic analysis

• Particle Size Distribution

| % | D10 | D50 | D90 |
|---|---|---|---|
| (µm) | 13,2 | 37,9 | 88,6 |





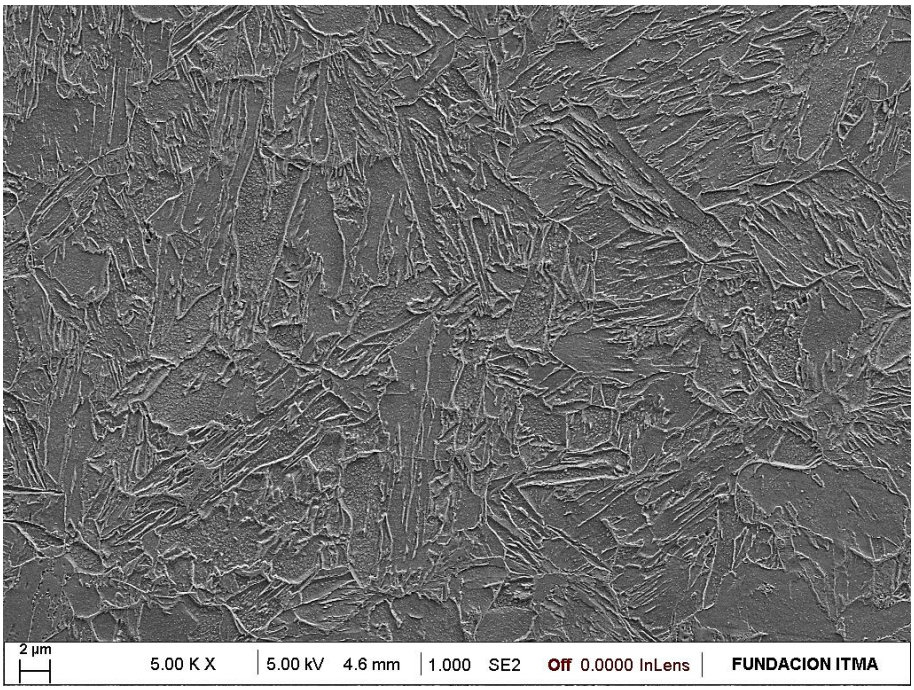




*Figura 40: Polvo AFPA. Imágenes obtenidas mediante FEG-SEM*

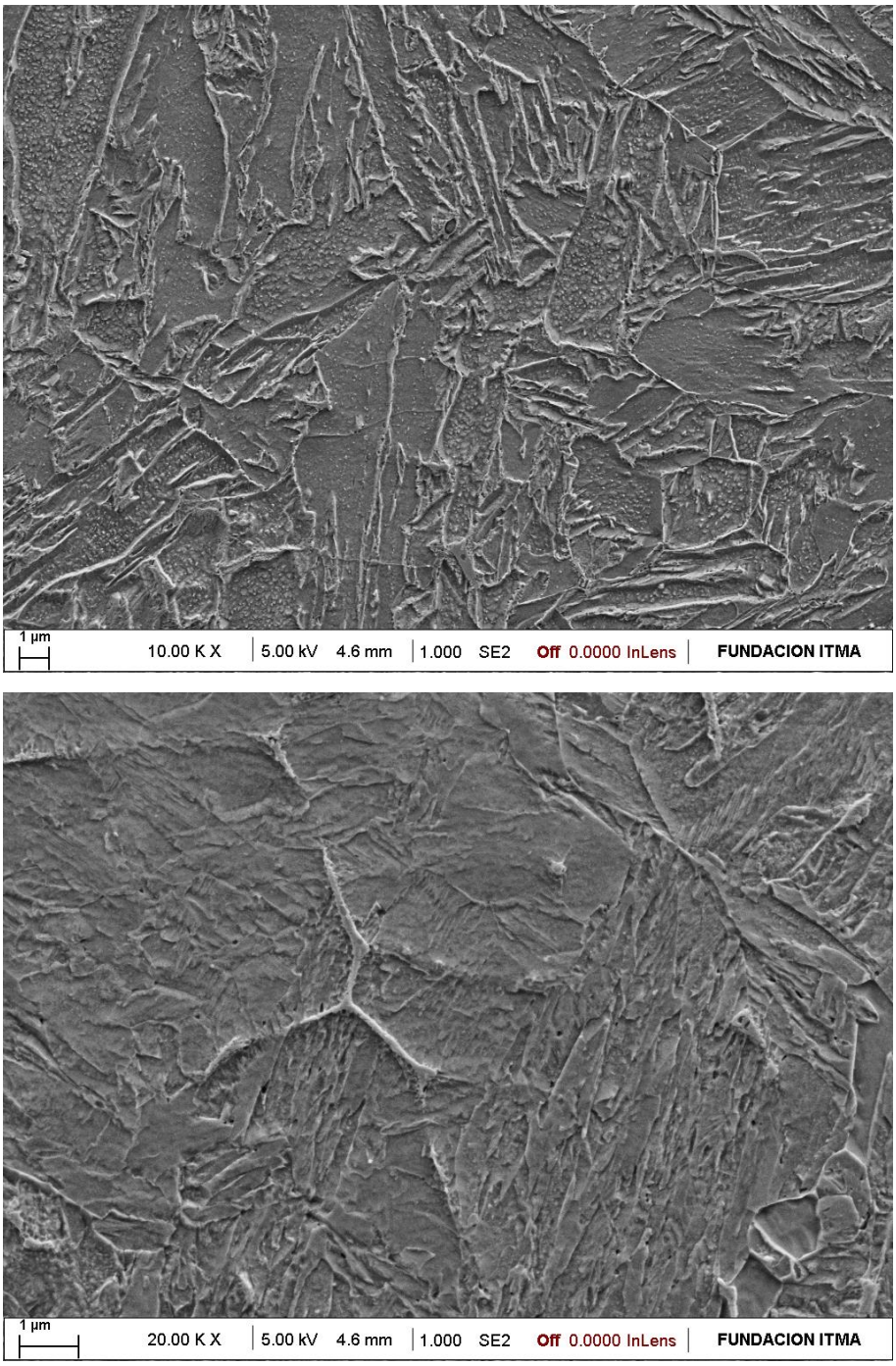



*Figura 41: Polvo AFPA. Imágenes obtenidas mediante FEG-SEM*

En el caso de la aleación AFPA, se trata de un acero ferrito-martensítico que debido a las altas velocidades de enfriamiento generadas durante la solidificación en el proceso de atomización, presenta una microestructura principalmente martensítica. Se observan lajas de martensita a lo largo de toda la microestructura. En las últimas zonas en solidificar se ha producido una segregación de los principales elementos de aleación. El análisis realizado mediante el detector INCA de espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) acoplado al microscopio electrónico de barrido permite confirmar esta observación.

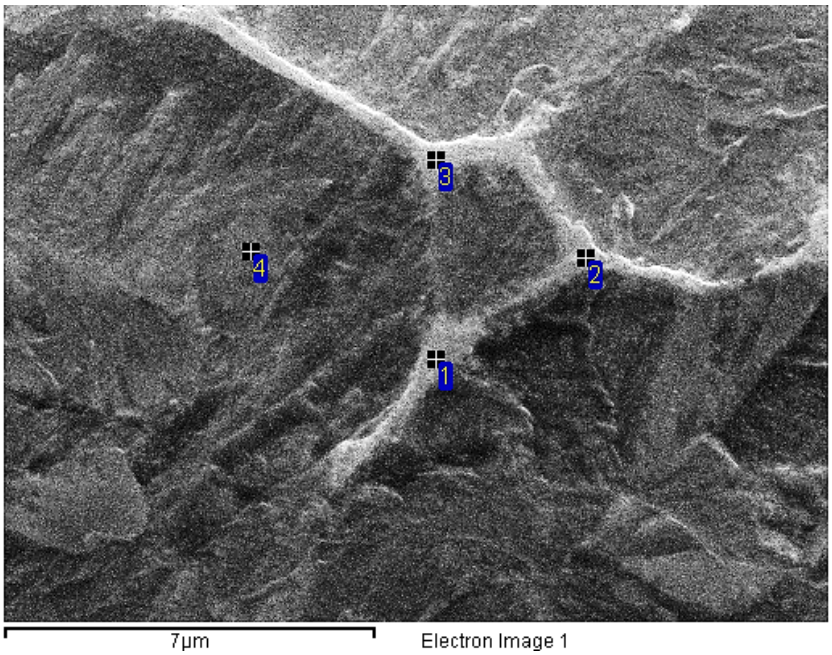



*Figura 42: AFPA. Zonas seleccionadas para el análisis por EDS.*

*Tabla 13. Análisis semicuantitativo (% en peso) realizado mediante EDS sobre las zonas marcadas.*

| Medida | V | Cr | Mn | Fe | Ta | W | Total |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0.39 | 11.09 | 0.52 | 81.83 | 3.95 | 2.23 | 100.00 |
| 2 | 0.24 | 11.05 | 0.43 | 84.74 | 1.20 | 2.34 | 100.00 |
| 3 | 0.36 | 11.79 | 0.70 | 82.16 | 2.70 | 2.30 | 100.00 |
| 4 | 0.22 | 9.73 | 0.30 | 88.06 | 0.13 | 1.56 | 100.00 |

### 3.5.1.3 CROMAN-ODS



MATERIALS TECHNOLOGY

# Informe de caracterización de polvo CROMAN-ODS

| | | | |
|---|---|---|---|
| Material name: SS AISI 316L | Batch: | Reception date: | Recycled: |
| Atomization tech.: | Date of atomization: | Target tech.: | Ref. nº: |
| Company: Fundación ITMA | Contact: | Email: | |
| PV/PR: PA Aditiva | Contact at ITMA: Miguel Varela | Email: m.varela@itma.es | Report Date: 19/11/2018 |

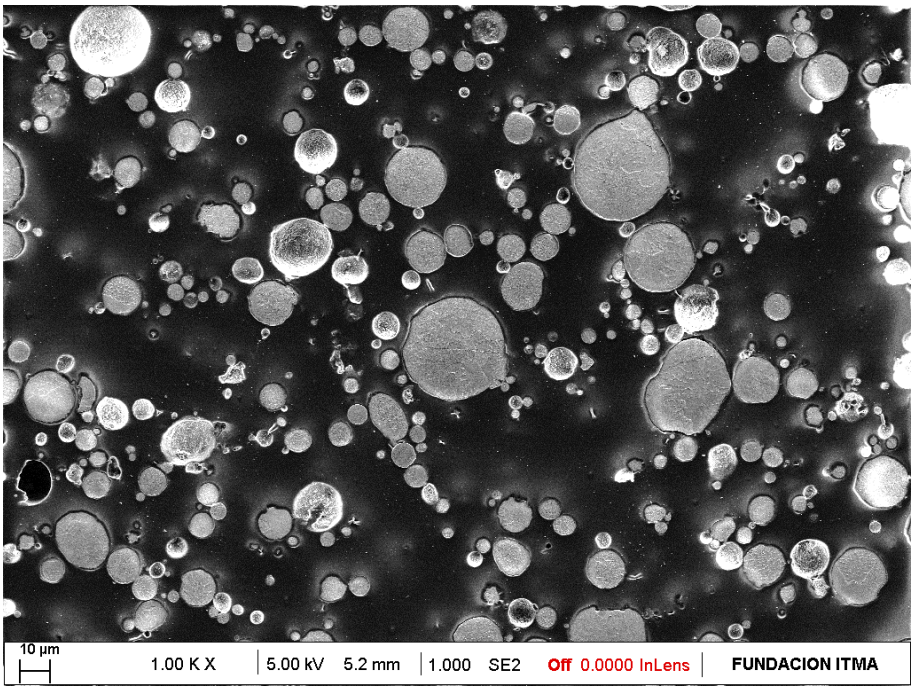
❖ Composición química

| Fe | C | S | N | O | Cr | Cu | Ni | Mo | Mn | P | Si | Nb | Ta |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Balance | 0.051 | 0.005 | 0.061 | 0.022 | 12.2 | 0.012 | 0.011 | <0.004 | 0.44 | 0.002 | 0.012 | <0.005 | <0.01 |

❖ Propiedades físicas y análisis micrográfico

- Distribución de tamaño de partícula

| % | D10 | D50 | D90 |
|---|---|---|---|
| (µm) | 27.9 | 55.6 | 142.8 |



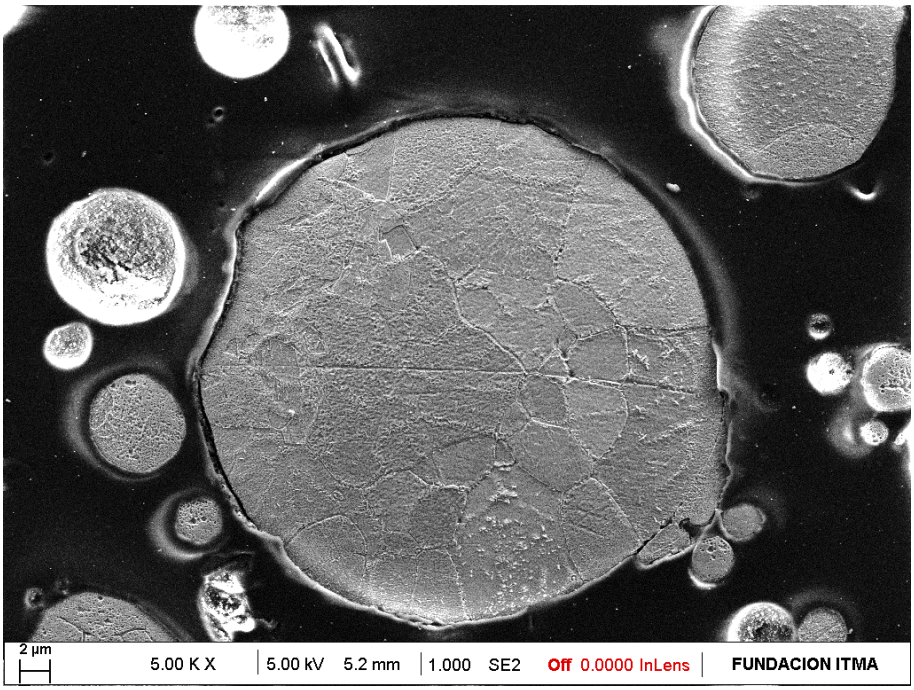




*Figura 43: Polvo CROMAN. Imágenes obtenidas mediante FEG-SEM*

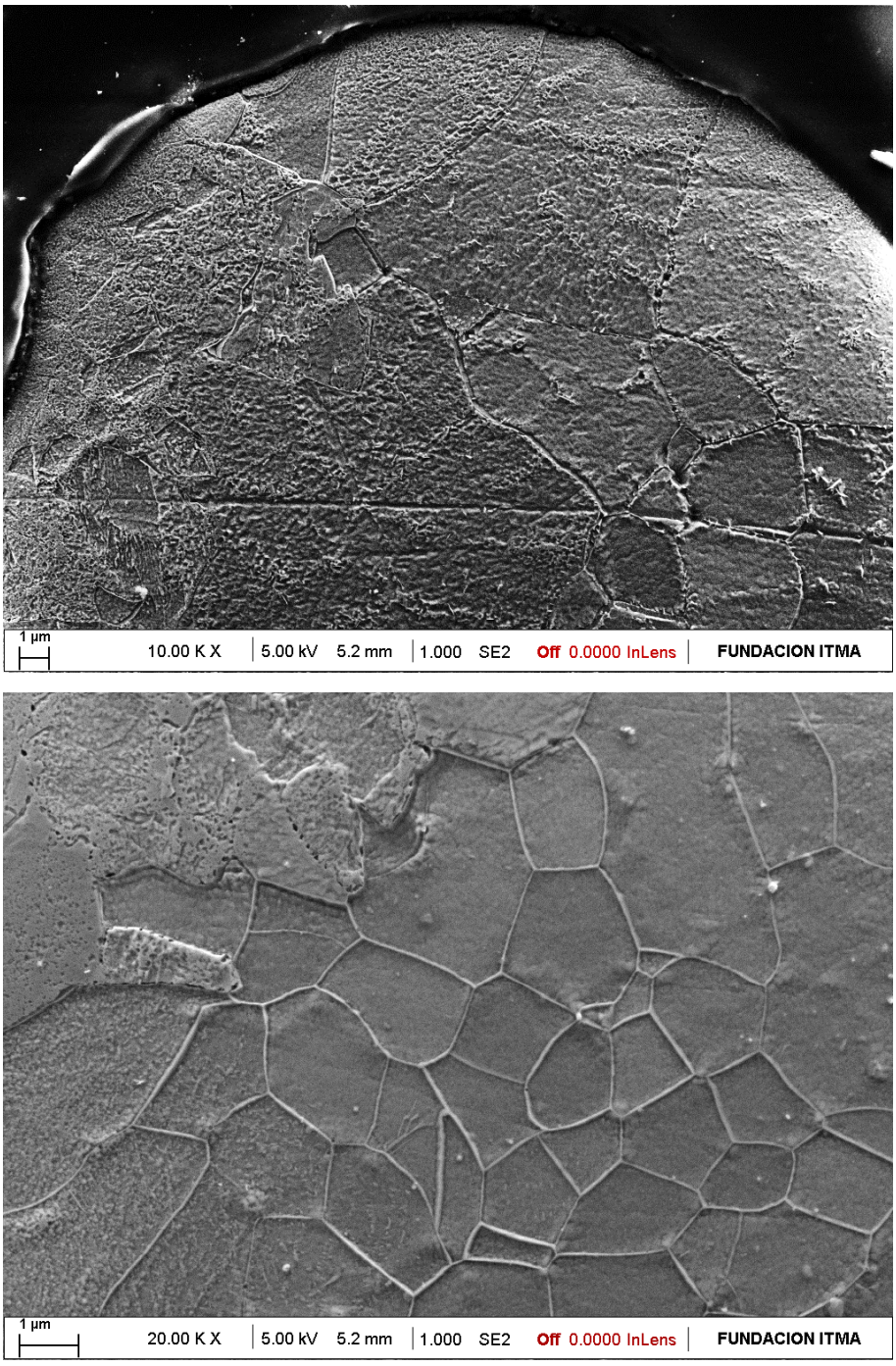
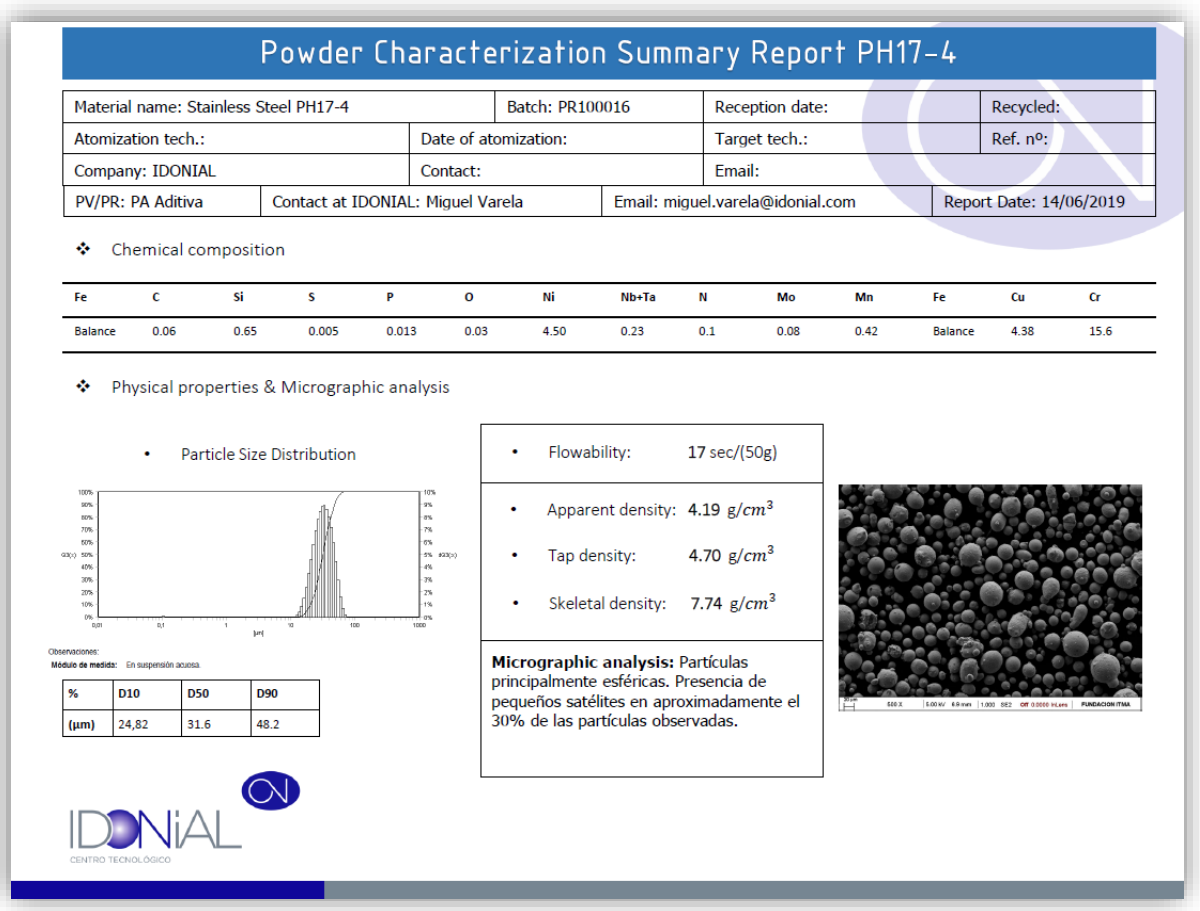



*Figura 44: Polvo CROMAN. Imágenes obtenidas mediante FEG-SEM*

La aleación CROMAN-ODS se presenta como una alternativa al AFPA reduciendo significativamente la cantidad de elementos aleantes. Se trata de un acero principalmente ferrítico. En el estudio de su microestructura mediante FEG-SEM se puede observar la presencia de un grano ferrítico mayoritariamente equiaxial y sin presencia notable de porosidad interna.

### 3.5.1.4 PH17-4 (calidad comercial)

A continuación, en la figura 45, se muestra los resultados de la caracterización química, física y morfológica del polvo. En la figura 46 se incluyen unas micrografías de electrónico representativas del polvo metálico. En este caso la microestructura no se revela con claridad, si bien se aprecian granos con diferentes morfologías que, atendiendo a la composición química del polvo y a las elevadas velocidades de solidificación y enfriamiento en estado sólido que este sufre durante su atomización, deberían estar formados por martensita y, posiblemente por austenita retenida. No se aprecia la presencia de microconstituyentes secundarios. Se observa sobre alguna de las partículas porosidad atrapada (nada relevante) además de satélites que distorsionan la esfericidad del mismo.



Powder Characterization Summary Report PH17-4

| | | | |
|---|---|---|---|
| Material name: Stainless Steel PH17-4 | Batch: PR100016 | Reception date: | Recycled: |
| Atomization tech.: | Date of atomization: | Target tech.: | Ref. nº: |
| Company: IDONIAL | Contact: | Email: | |
| PV/PR: PA Aditiva | Contact at IDONIAL: Miguel Varela | Email: miguel.varela@idonial.com | Report Date: 14/06/2019 |

❖ Chemical composition

| Fe | C | Si | S | P | O | Ni | Nb+Ta | N | Mo | Mn | Fe | Cu | Cr |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Balance | 0.06 | 0.65 | 0.005 | 0.013 | 0.03 | 4.50 | 0.23 | 0.1 | 0.08 | 0.42 | Balance | 4.38 | 15.6 |

❖ Physical properties & Micrographic analysis

- Particle Size Distribution

Observaciones:
Módulo de medida: En suspensión acuosa

| % | D10 | D50 | D90 |
|---|---|---|---|
| (µm) | 24,82 | 31.6 | 48.2 |

- Flowability: 17 sec/(50g)
- Apparent density: 4.19 $g/cm^3$
- Tap density: 4.70 $g/cm^3$
- Skeletal density: 7.74 $g/cm^3$

**Micrographic analysis:** Partículas principalmente esféricas. Presencia de pequeños satélites en aproximadamente el 30% de las partículas observadas.

*Figura 45. Polvo metálico PH17-4. Propiedades químicas, físicas y morfológicas.*

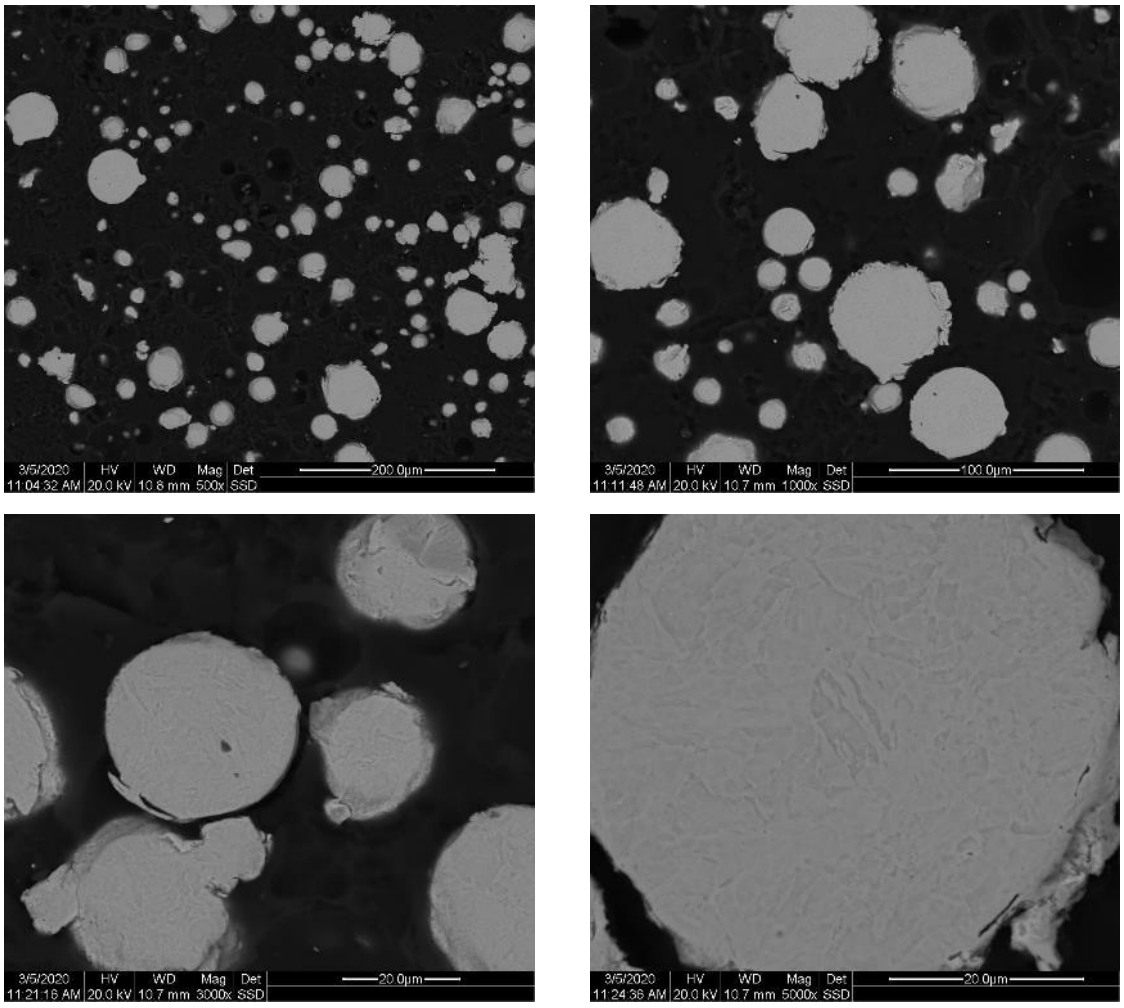
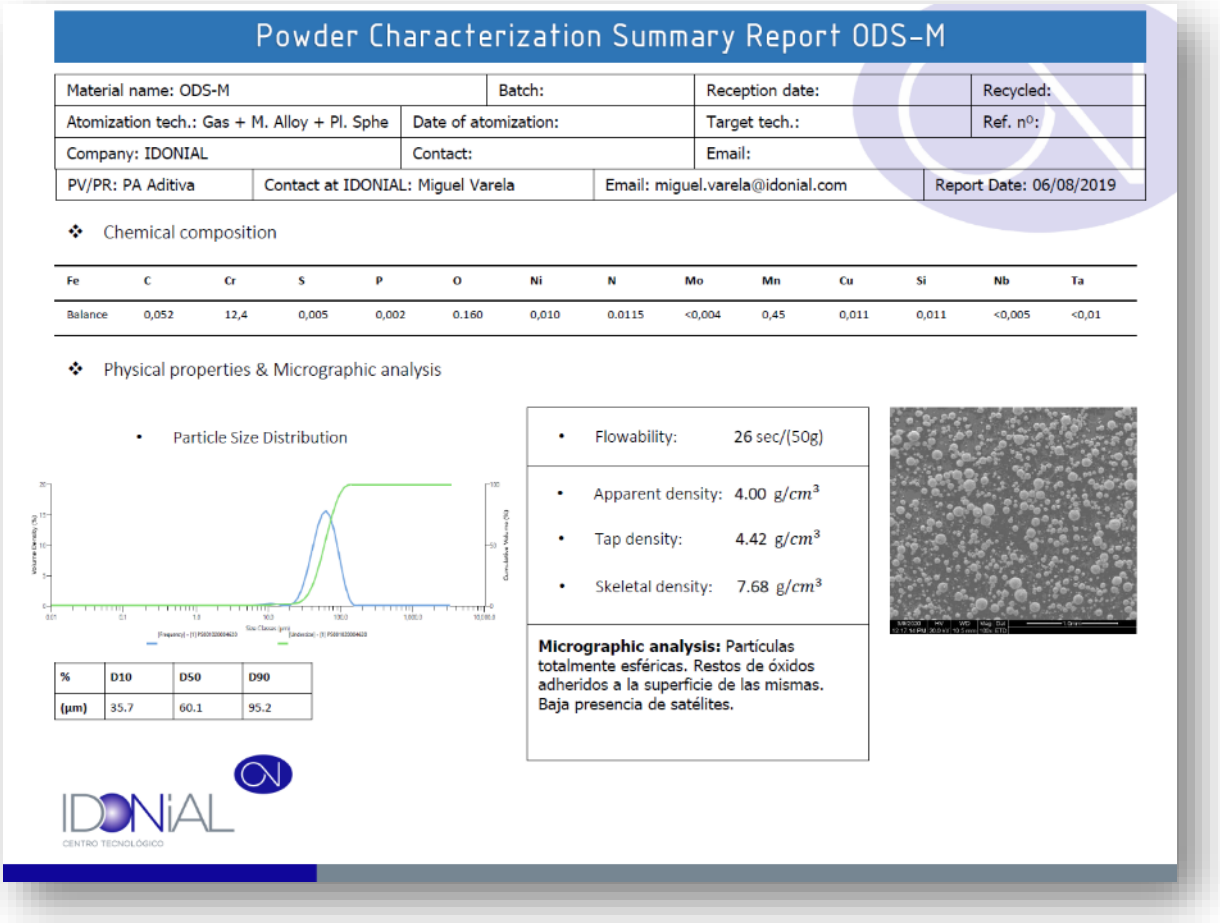



*Figura 46. Polvo metálico PH17-4. Secciones de corte de diferentes partículas preparadas metalográficamente mediante el proceso desarrollo en 2018. Micrografías tomadas mediante microscopia electrónica a diferentes aumentos.*

### 3.5.1.5 CROMAN-ODS-AME

En la figura 47 se resumen las propiedades químicas, físicas y morfológicas del polvo metálico CROMAN-ODS-AME. Nótese que la fluidez de este polvo experimental es peor que la del polvo comercial 316L (figura 45). Esto es consecuencia de la oxidación superficial que se ha producido sobre la superficie del polvo durante su esferoidización por plasma. En la figura 48 se muestran algunas micrografías de electrónico representativas de su microestructura. Como era de esperar, está formada por ferrita y no se aprecian otros constituyentes. No se aprecian óxidos atrapados en el seno de las partículas (sólo son superficiales).



Powder Characterization Summary Report ODS-M

| | | | |
|---|---|---|---|
| Material name: ODS-M | Batch: | Reception date: | Recycled: |
| Atomization tech.: Gas + M. Alloy + Pl. Sphe | Date of atomization: | Target tech.: | Ref. nº: |
| Company: IDONIAL | Contact: | Email: | |
| PV/PR: PA Aditiva | Contact at IDONIAL: Miguel Varela | Email: miguel.varela@idonial.com | Report Date: 06/08/2019 |

❖ Chemical composition

| Fe | C | Cr | S | P | O | Ni | N | Mo | Mn | Cu | Si | Nb | Ta |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Balance | 0,052 | 12,4 | 0,005 | 0,002 | 0.160 | 0,010 | 0.0115 | <0,004 | 0,45 | 0,011 | 0,011 | <0,005 | <0,01 |

❖ Physical properties & Micrographic analysis

- Particle Size Distribution

| % | D10 | D50 | D90 |
|---|---|---|---|
| (µm) | 35.7 | 60.1 | 95.2 |

- Flowability: 26 sec/(50g)
- Apparent density: 4.00 $g/cm^3$
- Tap density: 4.42 $g/cm^3$
- Skeletal density: 7.68 $g/cm^3$

**Micrographic analysis:** Partículas totalmente esféricas. Restos de óxidos adheridos a la superficie de las mismas. Baja presencia de satélites.

*Figura 47. Polvo metálico CROMAN-ODS-AME. Propiedades químicas, físicas y morfológicas.*

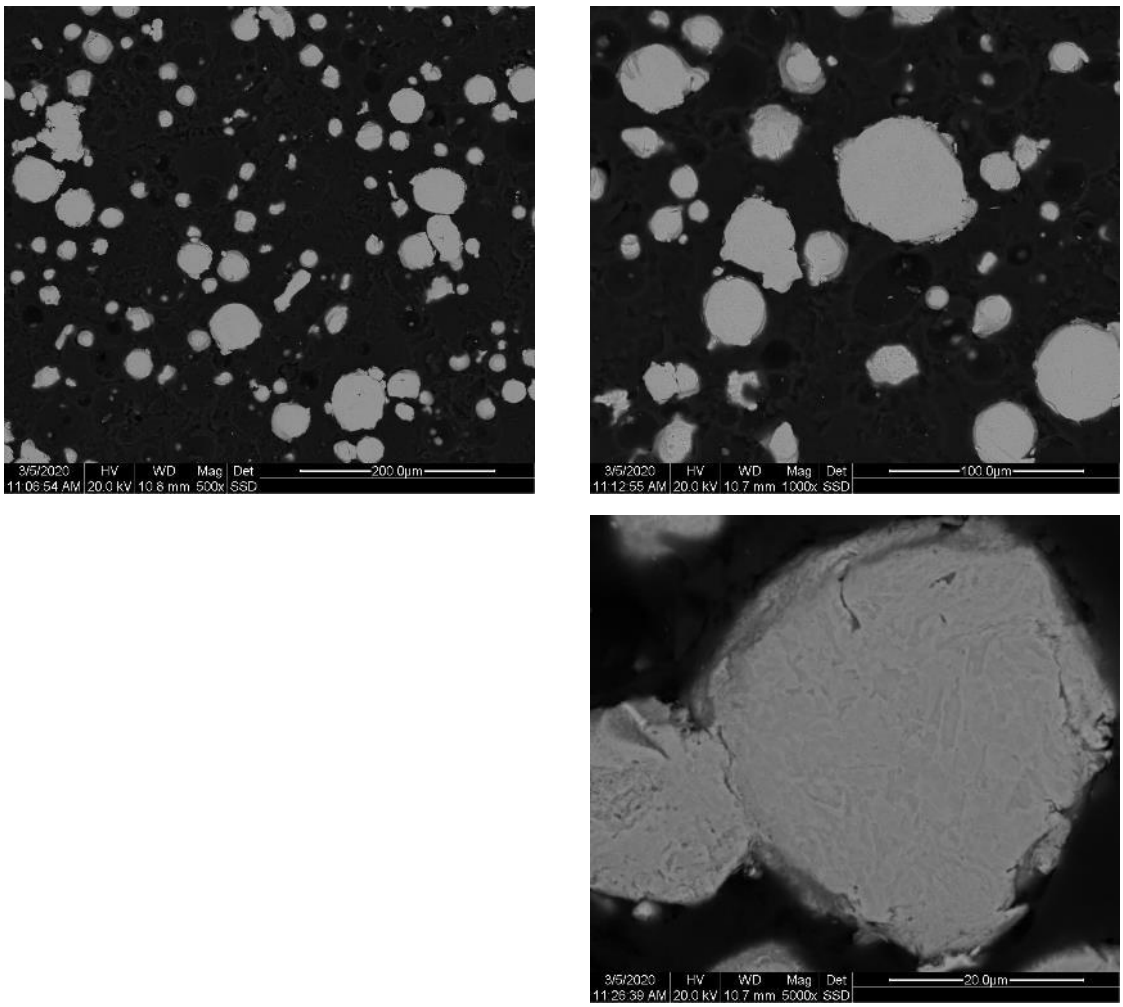



*Figura 48. Polvo metálico CROMAN-ODS-AME. Secciones de corte de diferentes partículas preparadas metalográficamente mediante el proceso desarrollo en 2018. Micrografías tomadas mediante microscopia electrónica a diferentes aumentos.*

### 3.5.1.6 CROMAN-ODS-MZ

Ya se ha mencionado que la fluidez del polvo es una propiedad crucial a la hora de asegurar un proceso de fabricación homogéneo y evitar defectos sobre el material final impreso.

Tal y como se ha indicado anteriormente, en el caso de esta calidad no es necesario llevar a cabo el análisis químico, morfológico y microestructural; pues se trata de una mezcla del polvo CROMAN con las nanopartículas de itria. Nos hemos centrado en la caracterización de la fluidez. En la siguiente tabla se muestra la propiedad de esta mezcla, en comparación con la del polvo de partida y con la del polvo aleado mecánicamente y posteriormente esferoidizado.

*Tabla 14. Polvo metálico CROMAN. Variación en el valor de la fluidez medido mediante el aparato de Hall, en función del proceso de nanoestructuración.*

| | Fluidez (s) - 50 g de polvo |
|---|---|
| CROMAN | 22 |
| CROMAN-ODS-AME | 26 |
| CROMAN-ODS-MZ | 31 |

Nótese que el polvo de partida es el que mejor fluidez tiene, como es lógico. La fluidez empeora como consecuencia de la oxidación superficial que se ha producido durante la esferoidización en el polvo CROMAN-ODS-AME. La peor fluidez la tiene la mezcla (polvo CROMAN-ODS-MZ). Se ha analizado con mayor detalle la morfología de este polvo mediante el procedimiento de caracterización desarrollado en la tarea 3.1. A continuación, en la figura 49, se puede apreciar la deformación sufrida por las partículas que en muchos casos han pasado de una morfología inicial esférica a una con forma de *flake*. Estas partículas deformadas son la causa de mayor peso en el descenso de la fluidez (aumento en el tiempo necesario para que el polvo fluya a través del aparato de Hall).

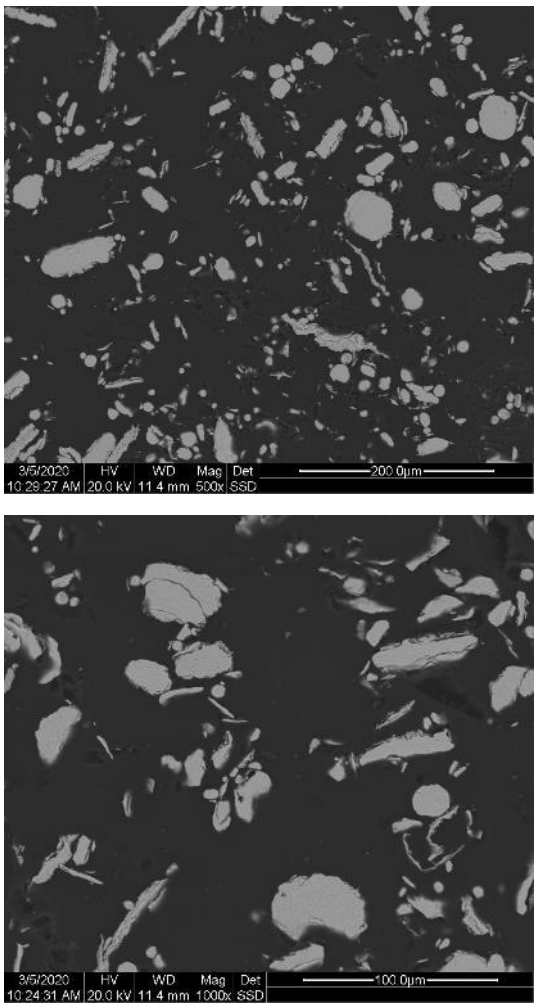



*Figura 49. CROMAN-ODS-MZ. Micrografías tomadas sobre sección metalográfica. Alteración de la morfología esferoidal durante el proceso de mezcla.*

### 3.5.2 Procedimiento de análisis del polvo durante su vida útil

El objetivo de la tarea T.3.3 (Procedimiento de análisis del polvo durante su vida útil) consistía en analizar la evolución de las propiedades del polvo metálico utilizado en fabricación aditiva. Una de las ventajas y características principales de estas tecnologías es la posibilidad de reciclar y reusar gran parte del polvo que no ha sido utilizado durante el proceso de fabricación, esto es, que no ha sido fundido para formar parte de la pieza o de los soportes necesarios para la misma.

Si bien el protocolo de caracterización desarrollado lo aplicamos primero para el polvo nuevo o "fresco", es fundamental comprobar cómo evoluciona la fabricabilidad del polvo a lo largo de su vida (en función del número de veces que se reutilice). Esto nos permitirá conocer cuáles son los cambios que se producen a lo largo del tiempo y observar cómo afectan al material impreso. De esta forma, es posible conocer, en función del proceso de reutilización que se aplique, cuál es el límite de reciclabilidad de una calidad en concreto (en caso de que exista uno) a partir del cual las propiedades se ven afectas de forma inadmisible. También nos permitirá observar cuales son las propiedades del polvo que más se ven afectadas y analizar las causas de estas alteraciones. De este modo podremos mejorar los procedimientos utilizadas durante el manejo, almacenaje y reciclado general del polvo.

En esta tarea se analizan las dos calidades industriales seleccionadas, el acero inoxidable austenítico ASIS 316L y el acero inoxidable endurecible por precipitación PH17-4. En esta se contó con un colaborador externo que nos provee el polvo metálico fresco y reciclado, tras los usos que se describen, proveniente de su línea de fabricación

#### 3.5.2.1 AISI 316L

Se han recogido muestras de polvo fresco y cada dos usos adicionales hasta completar un total de 6 muestras. Las muestras han sido recogidas de la zona de aspiración del polvo tras la fabricación y previa al procesado para el reciclaje del mismo, al ser la zona más accesible de los equipos. La siguiente tabla muestra el número de usos que ha sufrido cada una de las muestras recogidas.

*Tabla 15. Muestras de polvo AISI 316L y usos acumulados en cada una de ella.*

| Muestras 316L | I | II | III | IV | V | VI |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Usos** | Polvo nuevo | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 |

Sobre cada una de las muestras se han medido las características que mayor riesgo corren de sufrir alteraciones durante el reciclado. Estas son su contenido en gases, la morfología de las partículas, la fluidez del polvo. También se ha realizado una caracterización básica del material impreso. Esta caracterización básica ha consistido en un ensayo de tracción y un ensayo de medida de la densidad por el método de Arquímedes.

A continuación se presenta la evolución del **contenido de gases** (oxígeno y nitrógeno) sobre las muestras tomadas.

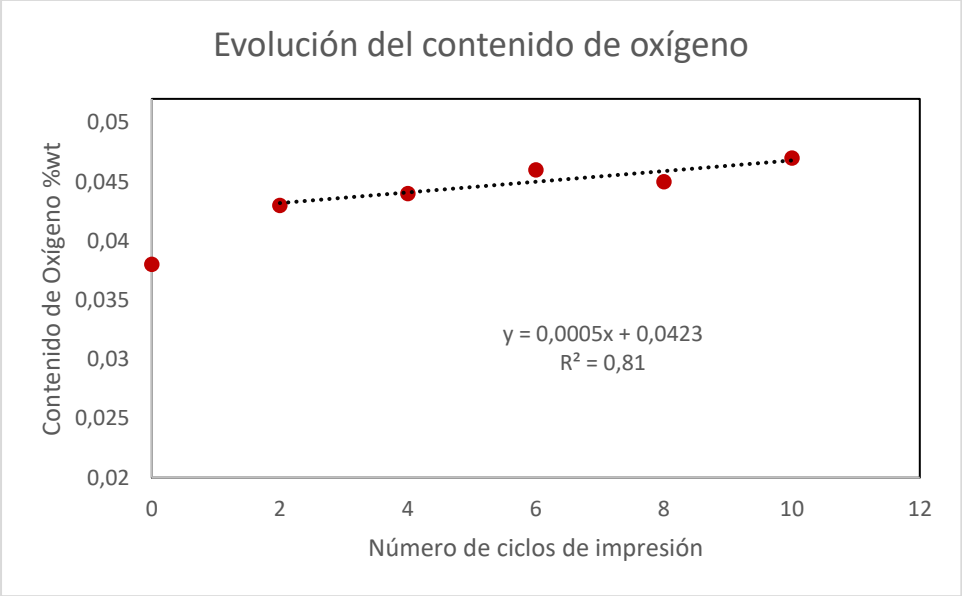



*Figura 50: AISI 316L. Evolución del contenido de Oxígeno en función del número de usos.*

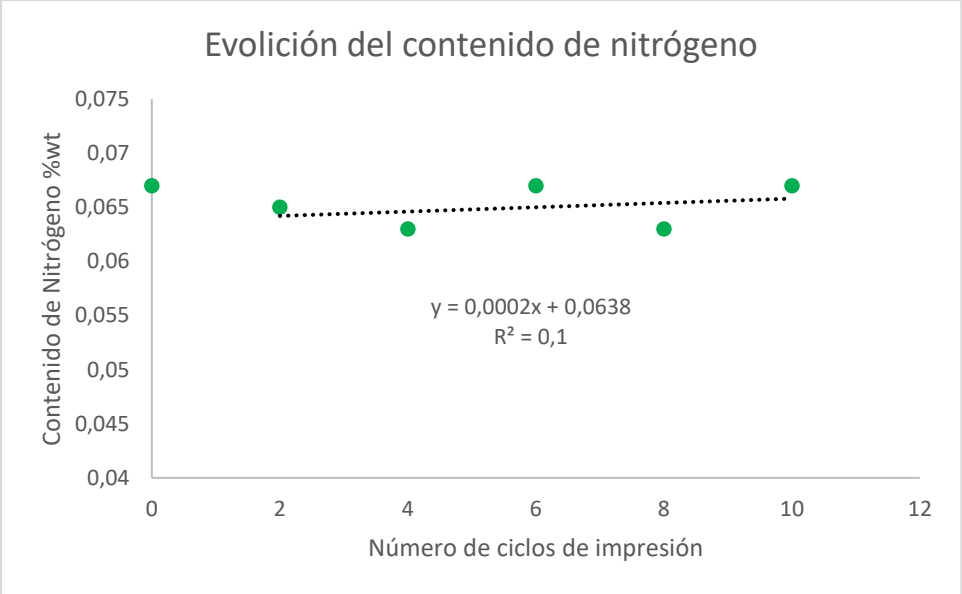
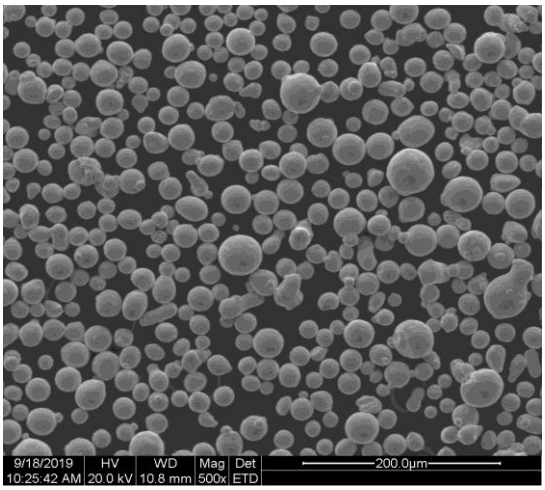



*Figura 51: Evolución del contenido de Nitrógeno en la calidad comercial AISI 316L.*

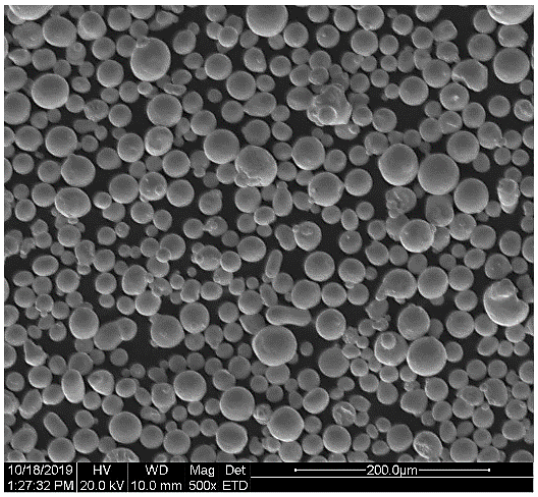
Los resultados muestran un ligero aumento del contenido en oxígeno en el material. El salto más notable se produce entre el polvo nuevo y tras dos usos. Esta situación podría deberse a la zona de recogida de la muestra, puesto que sólo era accesible la recolección de la misma tras el proceso de fabricación y sin el tamizado y tratamiento correspondiente para su reutilización. Esto podría permitir que las partículas de 'spatter' (partículas individuales o aglomeraciones de las mismas proyectadas en estado incandescente fuera de la zona de fusión, cuya superficie puede presentar una mayor oxidación) hayan provocado este salto en la medida. A partir de este segundo ciclo partimos de una condición similar en cuanto al estado en el que se han ido recogiendo las muestras y el incremento de oxígeno tiende a crecer de manera más leve. La línea de tendencia descarta el primer valor para representar todos en igualdad de condiciones.

En cuanto al contenido en nitrógeno, no se observa una variación importante del mismo a lo largo de los 10 ciclos estudiados para este material.

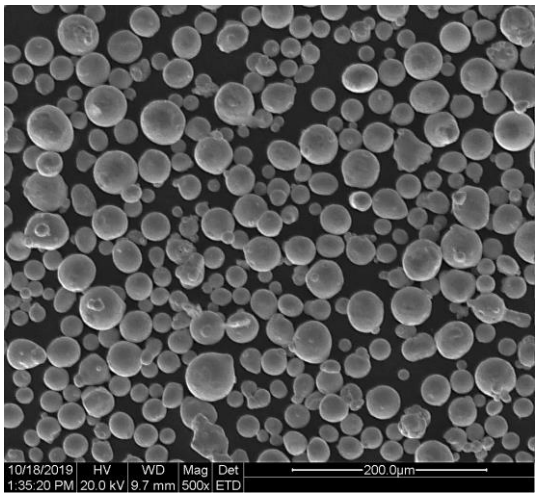
Con el objetivo de observar las diferencias en granulometría y **morfología de las partículas**, las muestras han sido analizadas en un microscopio electrónico de barrido de alta resolución (FEG-SEM). Se ha realizado un estudio a diferentes aumentos en busca de posibles alteraciones sobre el polvo de la calidad estudiada. A continuación se puede observar una micrografía a 500 aumentos de cada muestra.



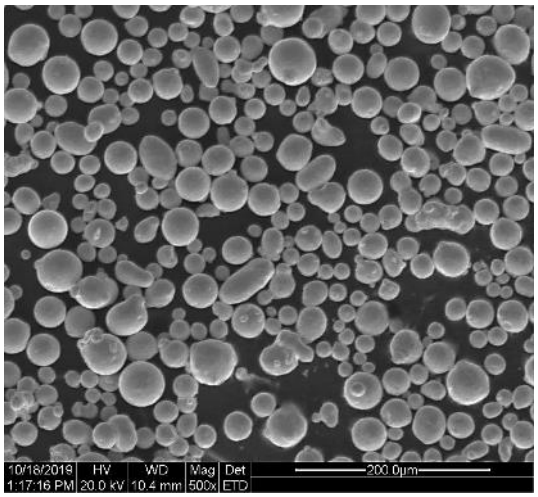

I



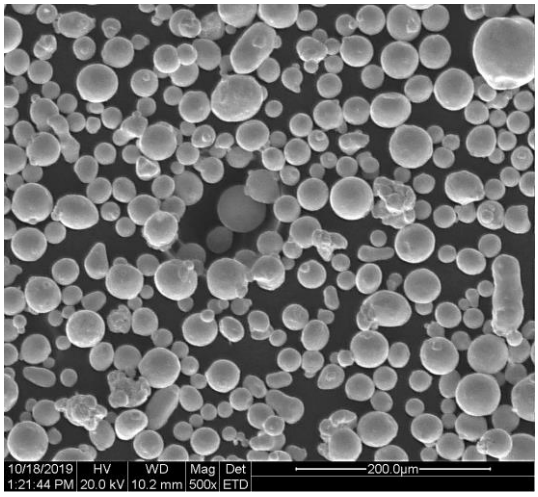

II



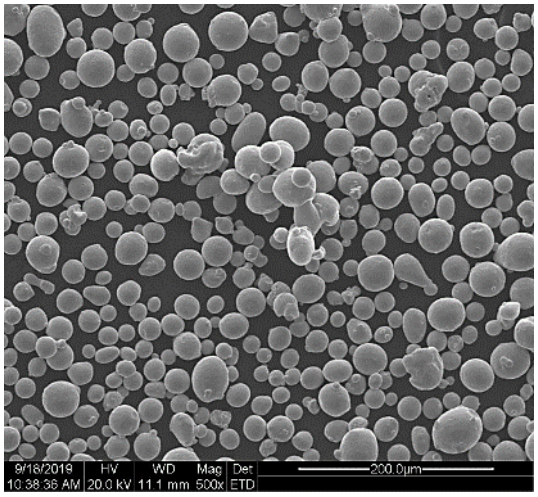

III




IV




V




VI

*Figura 52: Micrografías realizadas mediante microscopía electrónica de las muestras de polvo reutilizado. Magnificación x500.*

El cambio morfológico más apreciable tras el estudio realizado es el aumento en la presencia de partículas aglomeradas provenientes del efecto conocido como *spattering*. En el caso de las aglomeraciones más grandes, estas se retirarán durante el tamizado previo a su reutilización. Sin embargo, las aglomeraciones de menor tamaño o las partículas de *spattering* cuyo tamaño no supere el del tamiz, permanecerán en el polvo reciclado. Este tipo de partículas se han generado durante el proceso de fusión al ser expulsadas de la zona cercana al caldo mediante diferentes fenómenos que ocurren a pequeña escala y debido a los grandes gradientes térmicos que se producen en la zona. A consecuencia del proceso de expulsión de partículas individuales o aglomeradas, es común que durante el vuelo se produzca cierta oxidación de las mismas. Esto es debido a la alta superficie específica que presentan y a que al atravesar la atmósfera inerte de la cámara, las posibilidades de encontrarse con residuos de oxígeno en la misma se incrementan respecto al estado inmóvil de la zona fundida. La presencia de este tipo de partículas en el polvo reciclado, cuyo contenido de óxidos es mucho mayor al del resto de polvo, afectará a la presencia de defectos en la pieza final y por ende a sus propiedades finales.

Otro de los aspectos a tener en cuenta en el análisis de la reciclabilidad de un polvo para fabricación aditiva es la evolución de su **fluidez**. Se trata, como ya se ha indicado, de una propiedad de gran importancia para la formación de capas homogéneas durante el proceso de fabricación. El dispositivo que sitúa el polvo metálico para formar estas capas es conocido como *recoater*. Este deposita capas de un espesor de entre 20 y 60 µm que posteriormente son fundidas por el haz láser. Si la capa no se deposita de manera homogénea se producirán defectos en el material impreso. Una acumulación de partículas aglomeradas, la generación de satélites sobre las mismas o la pérdida de esfericidad pueden reducir la fluidez. El gráfico siguiente muestra la evolución de la fluidez tras diez usos.

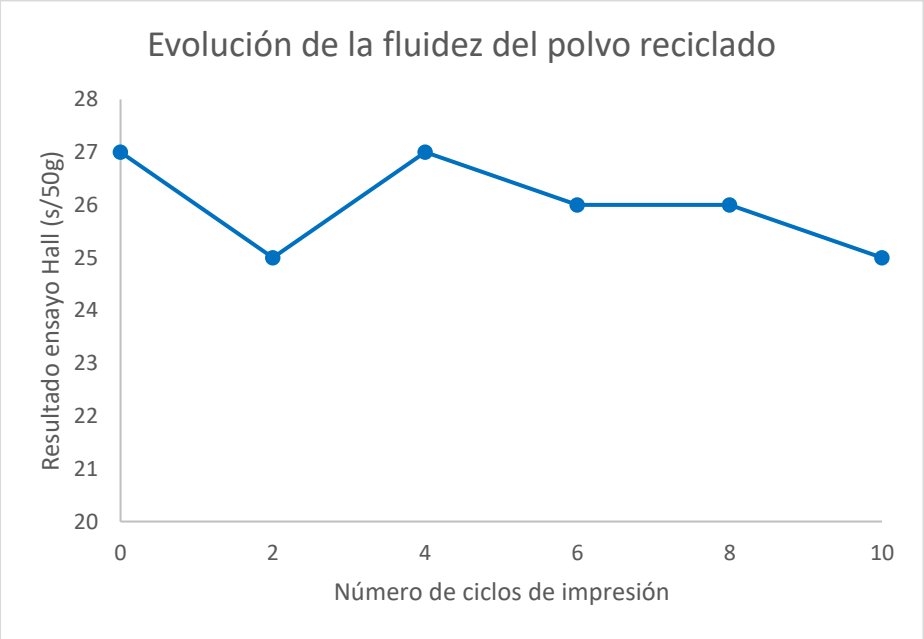



*Figura 53: Evolución de la fluidez en la calidad comercial AISI 316L en función del número de usos.*

El nivel de degradación del polvo es difícilmente detectable a través de inspecciones visuales sin el correspondiente control con este tipo de ensayos donde se revela una tendencia a lo largo del tiempo (la fluidez de la muestra tras dos usos parece anómala en el contexto de los demás valores). En este caso, si bien la fluidez disminuye paulatinamente a medida que aumenta el número de usos (especialmente a partir del sexto ciclo), se puede decir que se mantiene en niveles aceptables, lo que nos permite confiar en que se mantendrá la calidad de las capas formadas a lo largo de los 10 ciclos de reciclaje.

Las últimas propiedades que hemos tenido en cuenta a la hora de caracterizar la evolución del polvo durante los ciclos estudiados han sido la resistencia a la tracción y la densidad (obtenida mediante el método de Arquímedes) del material impreso correspondiente.

En el caso de la **resistencia a la tracción**, tanto las condiciones de ensayo como las dimensiones correspondientes a las probetas se han seleccionado de acuerdo a la norma UNE EN ISO 6892-1 "*Ensayo de tracción. Método de ensayo a temperatura ambiente*". Las probetas, dos por cada ciclo estudiado, se han ensayado en condición "As-built" en el estado en el que salen de la impresión. Los resultados se muestran a continuación.

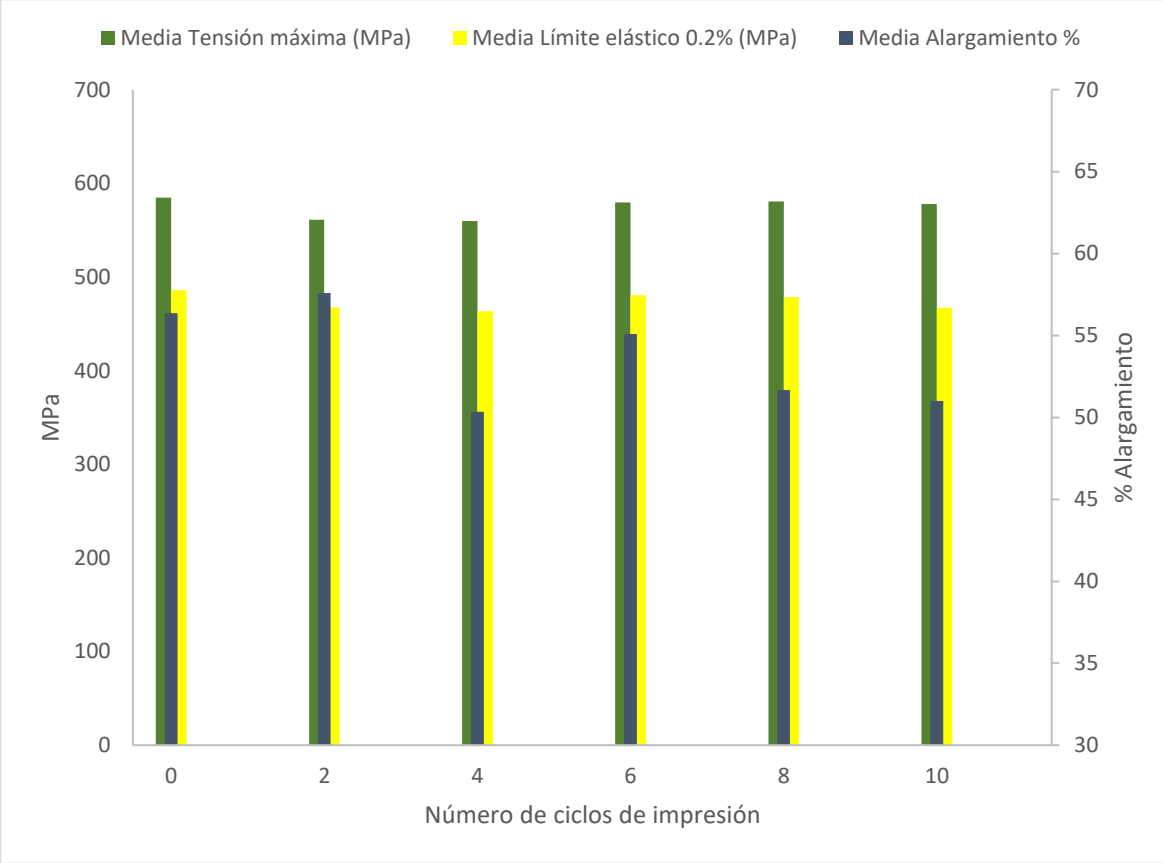



*Figura 54: Evolución de la carga de rotura y el límite elástico en la calidad comercial AISI 316L en función del número de ciclos de uso.*

A la vista de los resultados del ensayo de tracción puede concluirse que tanto la carga de rotura como el límite elástico del material no se ven comprometidos por el reciclaje del polvo durante los diez ciclos estudiados. En el caso del alargamiento se puede apreciar una pequeña tendencia a la reducción del mismo con el número de usos, sin embargo se mantiene dentro de los rangos aceptables para el material.

Se han extraído muestras de las cabezas de las probetas de tracción las cuales se han utilizado para un ensayo de medida de la **densidad por el método de Arquímedes**. Estos ensayos se han llevado a cabo de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 3369 *"Materiales metálicos sinterizados impermeables y metales duros. Determinación de la densidad"*. Se trata de un ensayo en el que se mide la densidad de la muestra. La media se realiza por comparación entre su masa medida en el aire y sumergida en agua destilada a una temperatura controlada. En los casos en los que exista porosidad interna, el valor obtenido será inferior a la densidad teórica del material. Esto se debe a que la densidad de estas zonas tendrá en cuenta el gas atrapado en el interior de los poros, cuyo valor es muy inferior a la del material sólido. El dato obtenido se compara con el valor teórico de densidad del material y permite calcular la defectología interna presenta la misma. Por convenio, el valor obtenido se expresa en tanto por ciento (%) del valor teórico de la densidad. Lo que es lo mismo, un valor del 100% indica una muestra sin porosidad, un valor del 98% indica una muestra con un 2% de porosidad interna.




*Figura 55: Báscula con el utillaje para la mediad de la densidad por el método de Arquímedes.*

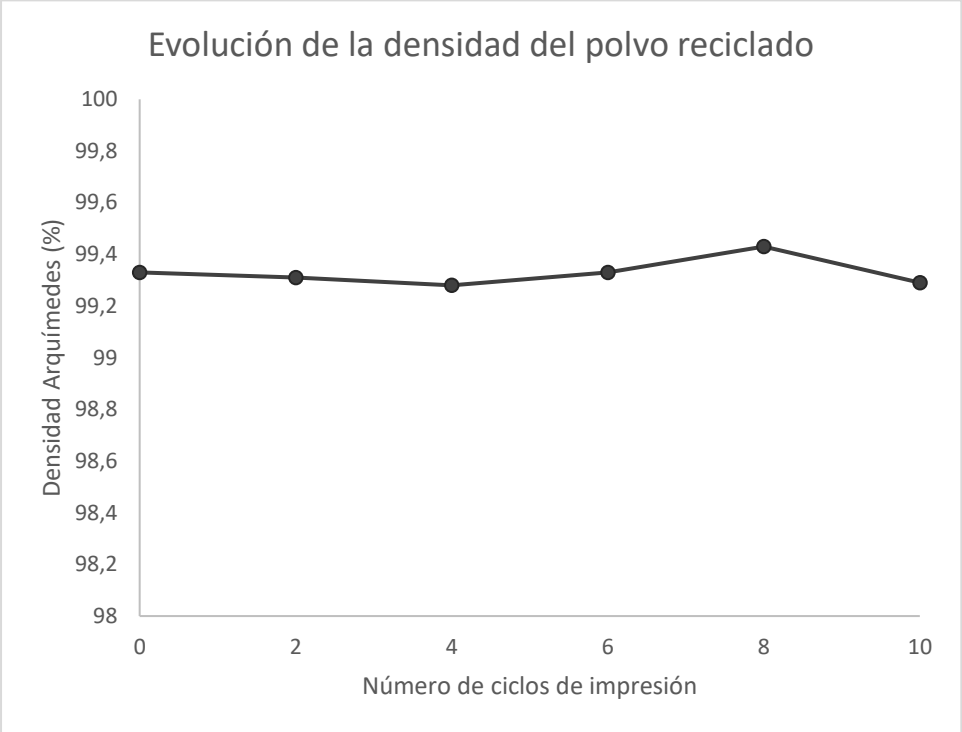



*Figura 56: Evolución de la densidad por Arquímedes en la calidad comercial AISI 316L.*

Los diez ciclos de reciclado estudiados sobre la calidad AISI 316L no afectan de manera apreciable a la densidad de la pieza impresa: esta se encuentra entre el 99.4-99.2%. Estos valores entran dentro del rango de valores aceptados por el fabricante del equipo para la calidad AISI 316L. Por tanto, como conclusión se puede extraer que si bien no se han observado cambios sustanciales que pongan en riesgo la calidad de las impresiones tras los ciclos analizados, el control de sus propiedades mediante los ensayos descritos se hace indispensable para asegurar un control sobre la posible degradación del polvo durante su vida útil.

#### 3.5.2.2 SS PH17-4

De manera similar a la calidad anterior, se han recogido muestras de polvo fresco y tras dos usos hasta completar un total de 6 muestras. La siguiente tabla muestra el número de ciclos de fabricación que ha sufrido cada una de las muestras recogidas.

*Tabla 16. Muestras de polvo PH17-4 y usos acumulados en cada una de ella.*

| **Muestras PH17-4** | **I** | **II** | **III** | **IV** | **V** | **VI** |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Usos** | Polvo nuevo | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 |

De igual modo se han medido sobre cada una de las muestras las características que mayor riesgo corren de sufrir alteraciones durante el reciclado. Estas son; su contenido en gases, la morfología de las partículas y la fluidez del polvo. También se ha realizado una caracterización básica del material impreso. Esta caracterización básica ha consistido en un ensayo de tracción y un ensayo de medida de la densidad por el método de Arquímedes.

A continuación se presenta la evolución del **contenido de gases** (oxígeno y nitrógeno) sobre las muestras tomadas.

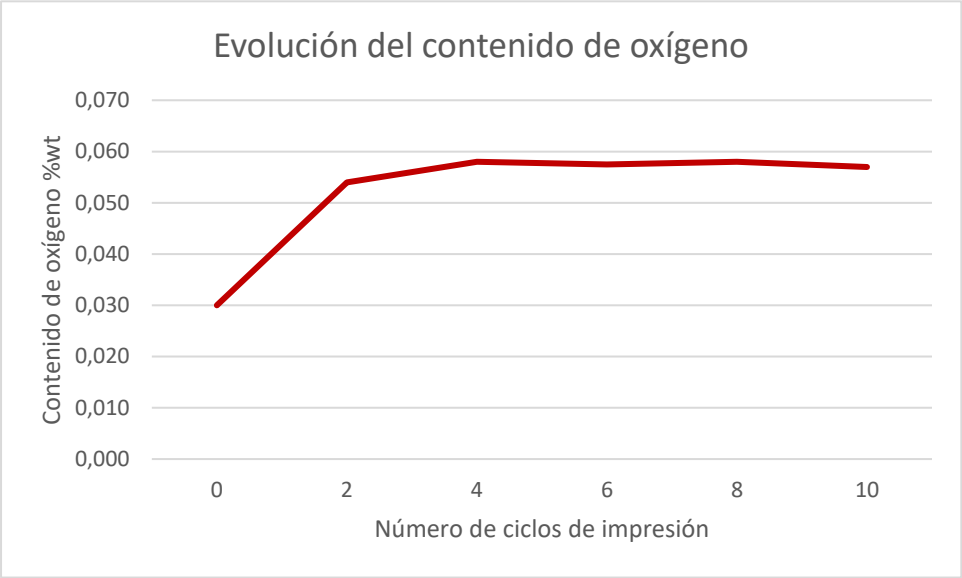



*Figura 57: SS PH17-4. Evolución del contenido de Oxígeno en función del número de usos.*

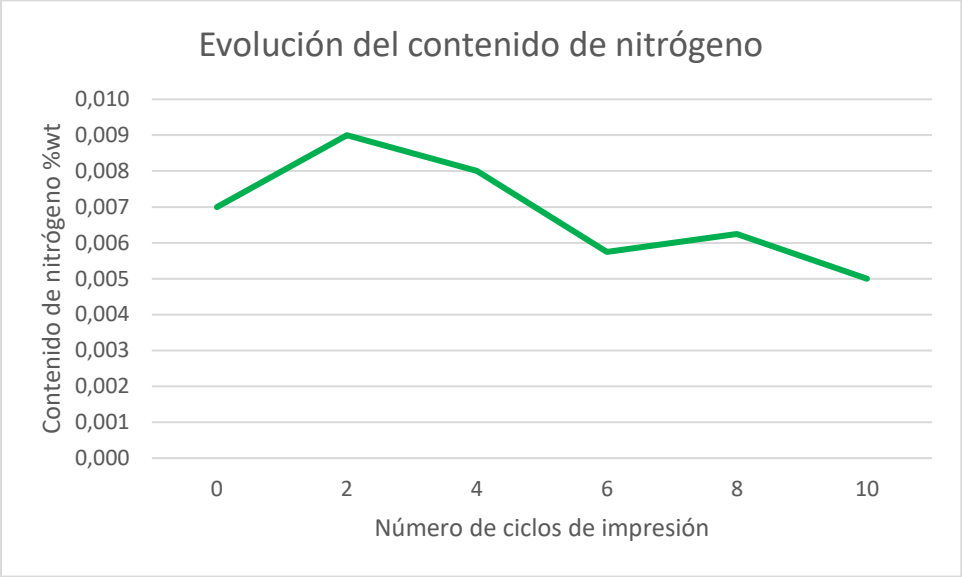
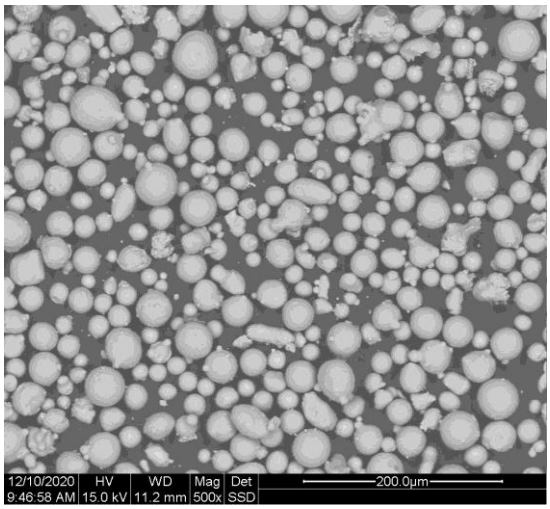



*Figura 58: Evolución del contenido de Nitrógeno en la calidad comercial SS PH17-4.*

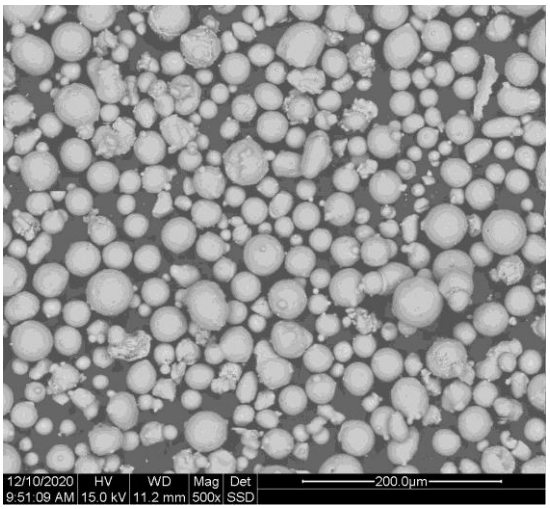
El análisis químico de las muestras indica un ligero aumento del contenido en oxígeno en el material. Este incremento se hace más notable en los primeros ciclos de impresión, es a partir del 4 ciclo cuando tiende a estabilizarse. Este incremento podría deberse a las partículas de 'spatter' (partículas individuales o aglomeraciones de las mismas proyectadas en estado incandescente fuera de la zona de fusión, cuya superficie puede presentar una mayor oxidación) que permanezcan tras el tamizado del polvo y a la oxidación que pueda tener lugar durante su almacenamiento y manejo. Si bien, tras los 4 primeros ciclos el contenido en oxígeno se estabiliza y no parece que los sucesivos reciclados afecten de forma notable a la oxidación del polvo SS PH17-4.

En cuanto al contenido en nitrógeno, no se observa una variación importante del mismo a lo largo de los 10 ciclos estudiados para este material. El contenido se encuentra notablemente por debajo del exigido para un polvo atomizado en atmosfera de argón (0.03%wt) y el efecto los diferentes ciclos de fabricación que tienen lugar también en atmósfera de argón, no producen una alteración notable del elemento analizado.

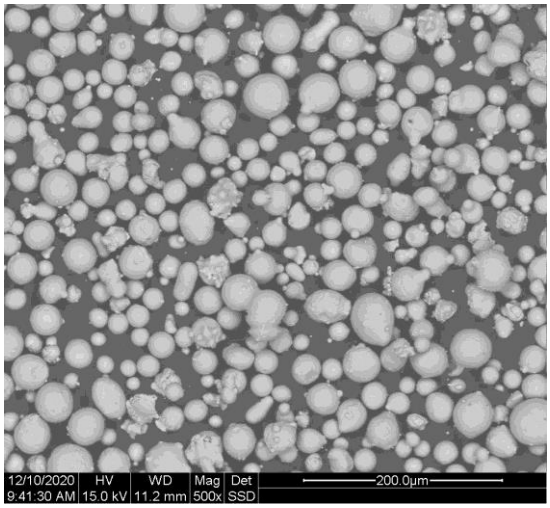
Con el objetivo de observar las diferencias en granulometría y **morfología de las partículas**, las muestras han sido analizadas en un microscopio electrónico de alta resolución (FEG-SEM). Se ha realizado un estudio a diferentes aumentos en busca de posibles alteraciones sobre el polvo de la calidad estudiada. Un ejemplo de cada muestra a 500 aumentos se muestra a continuación.



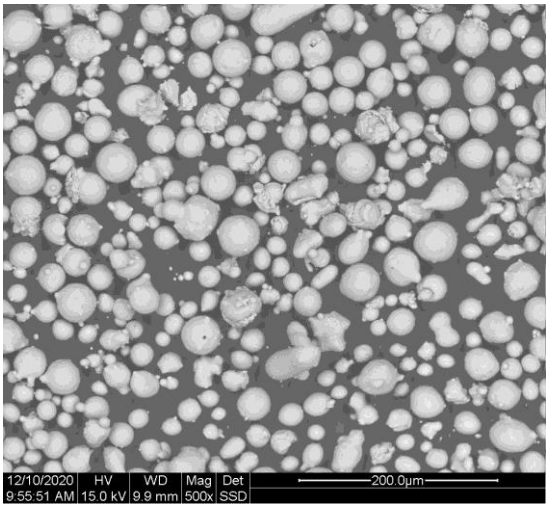

**R0**



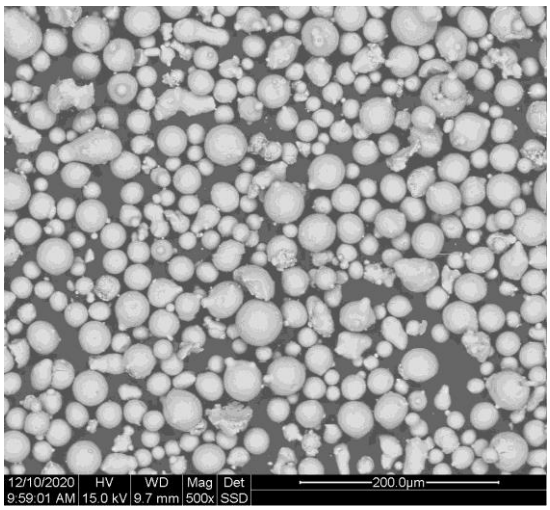

**R2**



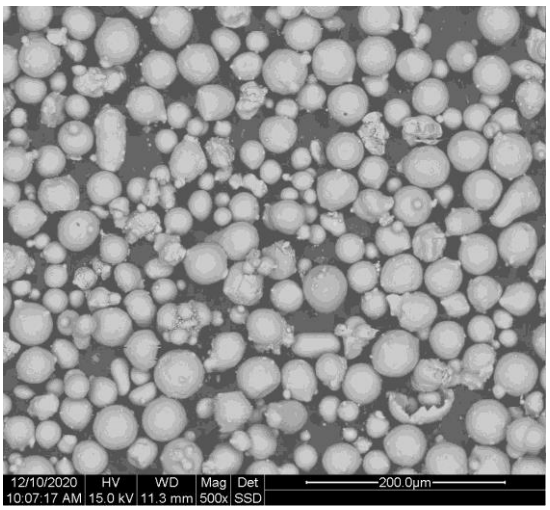

**R4**




**R6**




**R8**




**R10**

*Figura 59: Micrografías realizadas mediante microscopía electrónica de las muestras de polvo reutilizado. Magnificación x500.*

No se observan grandes cambios en el polvo analizado mediante microscopía electrónica tras los diez ciclos de reutilización. El aspecto más destacable, al igual que con la calidad AISI 316L, es un leve aumento en la presencia de partículas aglomeradas provenientes del efecto conocido como *spattering*.

De acuerdo al procedimiento descrito para la primera calidad, se ha analizado igualmente la fluidez del mismo. El gráfico siguiente muestra la evolución de la fluidez tras diez usos.

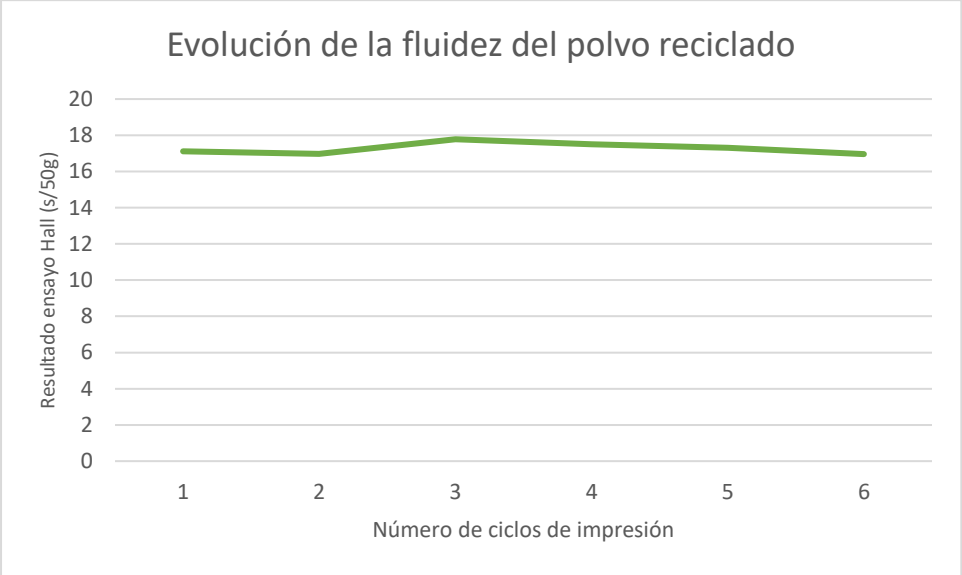



*Figura 60: Evolución de la fluidez en la calidad comercial SS PH17-4 en función del número de usos.*

En el caso del polvo reciclado SS PH17-4, la variación de su fluidez es mínima, lo que confirma la leve afección de este material a los distintos ciclos de reciclado. Al menos hasta las diez iteraciones estudiadas.

Las últimas propiedades que hemos tenido en cuenta a la hora de caracterizar la evolución del polvo durante los ciclos estudiados han sido la resistencia a la tracción y la densidad (obtenida mediante el método de Arquímedes) del material impreso correspondiente.

En el caso de la **resistencia a la tracción**, se ha empleado el protocolo descrito para la calidad AISI 316L aplicando la norma UNE EN ISO 6892-1 "*Ensayo de tracción. Método de ensayo a temperatura ambiente*". Las probetas, dos por cada ciclo estudiado, se han ensayado en condición "As-built", es decir, en el estado en el que salen de la impresión. Los resultados se muestran a continuación.

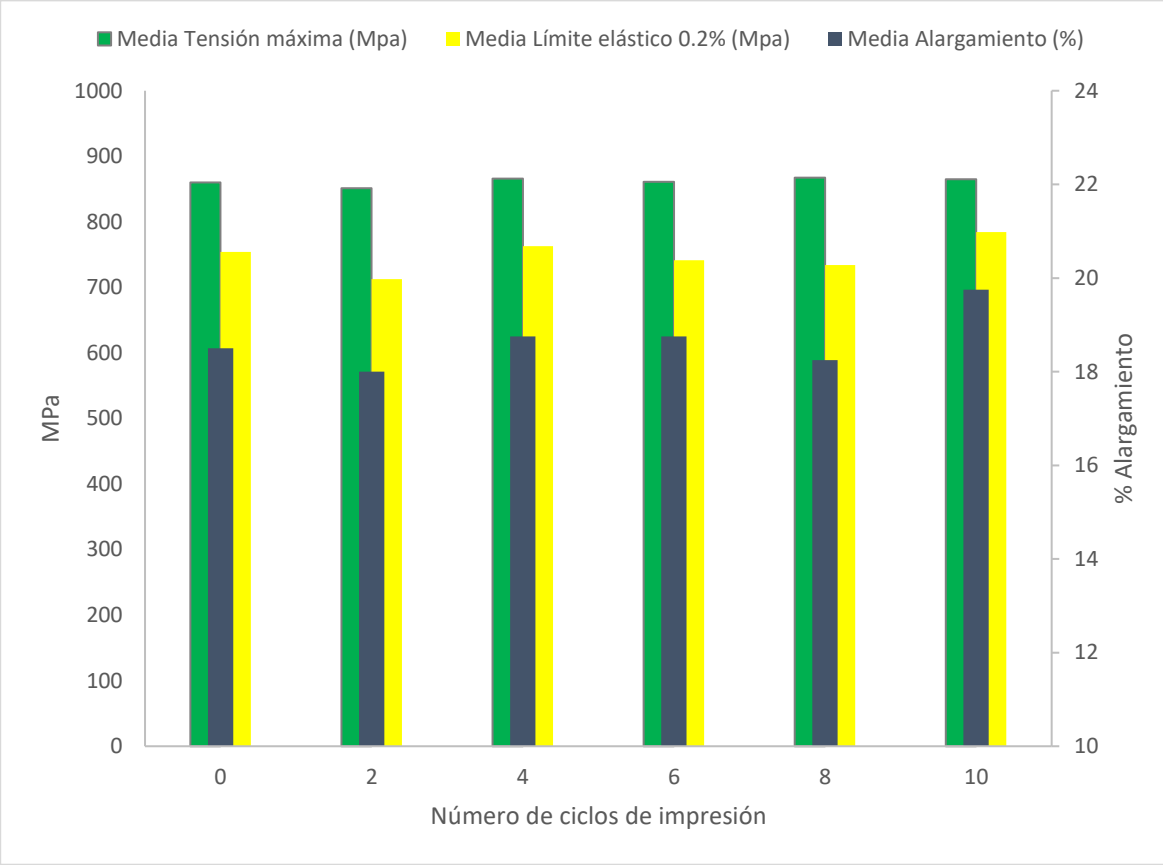



*Figura 61: Evolución de la carga de rotura y el límite elástico en la calidad comercial SS PH17-4 en función del número de ciclos de uso.*

A la vista de los resultados del ensayo de tracción puede concluirse que tanto la carga de rotura como el límite elástico del material no se ven comprometidos por el reciclaje del polvo durante los diez ciclos estudiados. Los datos de referencia aportados por el fabricante corresponden a una carga de rotura de 770 MPa, un límite elástico medio de 720 MPa y un alargamiento medio a rotura del 21% en estado "as-built". Excepto en el caso del alargamiento a rotura que en todo los casos se mantiene algo por debajo del valor medio indicado por el fabricante del equipo, tanto la carga de rotura como el límite elástica superan ligeramente los valores indicados, incluso tras los diez ciclos de impresión estudiados. Puede concluirse a tenor de los resultados que las propiedades mecánicas a tracción no se ven alteradas de manera apreciable durante, al menos, el número de ciclos estudiados.

En cada uno de los ciclos de impresión se ha fabricado un cubo de 1cm3 el cual se han utilizado para un ensayo de medida de la densidad por el método de Arquímedes. Estos ensayos se han llevado a cabo de acuerdo a lo descrito para la calidad AISI 316L.

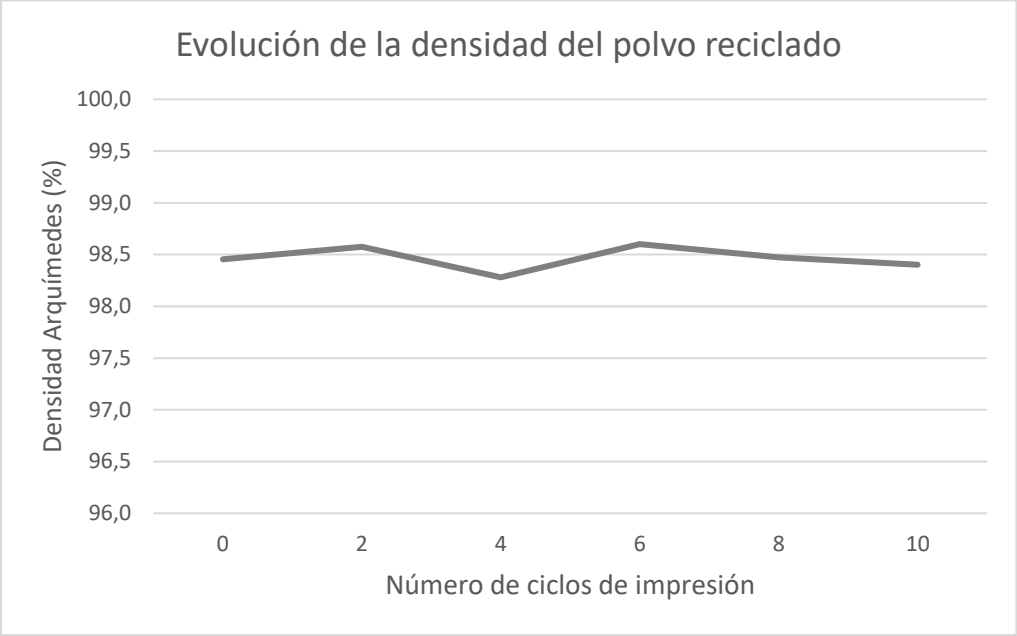



*Figura 62: Evolución de la densidad por Arquímedes en la calidad comercial SS PH17-4*

En consonancia con el resto de propiedades analizadas durante el estudio de la reciclabilidad del polvo, la densidad observada sobre el material impreso durante los diez ciclos de impresión apenas se ha visto afectada. Se ha tomado como valor referencia una densidad teórica de 7.79 g/cm$^3$ basándose en la información aportada por el fabricante del equipo de impresión.

Los resultados se encuentra entre el 98.3-98.6%. Estos valores entran dentro del rango de valores aceptados por el fabricante del equipo para la calidad SS PH17-4. Por tanto, como conclusión se puede extraer que si bien no se han observado cambios sustanciales que pongan en riesgo la calidad de las impresiones tras los ciclos analizados, el control de sus propiedades mediante los ensayos descritos se hace indispensable para asegurar un control sobre la posible degradación del polvo durante su vida útil, especialmente si se pretende superar el límite de reciclabilidad de diez ciclos analizado a lo largo del proyecto.

## 3.6 CARACTERIZACIÓN BÁSICA Y AVANZADA DE LAS PROBETAS IMPRESAS POR FABRICACIÓN ADITIVA (Hito 4)

El hito 4 comprende tres tareas diferentes. La primera, tarea 4.1, consiste en el diseño de los parámetros de impresión de las calidades experimentales. La segunda tarea (T4.2) se centra en la caracterización básica y de propiedades en uso de las dos calidades industriales y de las dos experimentales que mejor se hayan comportado en la tarea anterior. La tercera tarea (T4.3) lleva a cabo un estudio de la evolución de las propiedades de un componente impreso en función de su geometría.

### 3.6.1 Determinación de los parámetros del proceso de impresión de las calidades experimentales.

Durante la tarea 4.1 se ha procedido al estudio de los parámetros de proceso de impresión de las calidades experimentales. Entre éstos, destacamos la potencia del láser, la velocidad del mismo, el diámetro de spot y la distancia entre pasadas (*hatch*). Son sólo algunos de los hasta 150 parámetros modificables en algunos equipos de fusión láser localizada de cama de polvo (LB-PBF). Sin embargo, el ajuste del proceso se suele centrar en los cuatro parámetros que más influencia tienen en la densidad de energía que entrega el láser al polvo metálico. Esta densidad energética afecta directamente a la configuración microestructural resultante, de la que dependen las propiedades del material impreso. Estos cuatro parámetros son la velocidad del láser, la potencia, el tamaño de capa y la distancia entre pasadas (*hatch)*. Las distintas combinaciones de estos parámetros aportan distintas densidades energéticas sobre el polvo metálico a fundir. En nuestro caso, se ha decidido mantener el tamaño de capa y hatch constantes en todos los casos y modificar la relación "potencia/velocidad" en busca de los parámetros óptimos de trabajo. Estos se consideran óptimos cuando sobre la muestra se haya alcanzado una densidad cercana a la teórica; es decir, cuando se haya minimizado la porosidad. Por supuesto también se pueden considerar otros criterios de aceptación como el tiempo de fabricación; sin embargo, nos hemos centrado en la calidad metalúrgica del material impreso.

Existen distintos planteamientos a la hora de afrontar una optimización de parámetros. En este caso se ha optado por plantear distintas estrategias para cada material. El objetivo es el mismo pero nos permite observar las ventajas y desventajas de cada una de ellas.

#### 3.6.1.1 AFPA

En el caso de la calidad experimental de polvo Asturfer® la estrategia de obtención de los parámetros óptimos seguida ha sido:

- Mecanizado de una placa a partir del lingote obtenido en la tarea 2.1 del material AFPA
- Primera selección de parámetros tomando en cuenta los parámetros de proceso recomendados para la impresión de polvos comerciales similares
- Aplicación de *single tracks* (pasadas del láser simples) sobre la placa de AFPA, con dichos parámetros
- Estudio de las zonas de fusión o *melt pools* para cada combinación de parámetros mediante microscopía óptica.
- Segunda selección de varias combinaciones de parámetros e impresión de cubos de 10x10x10mm con los parámetros seleccionados.
- Elección final de los parámetros óptimos a partir del estudio micrográfico y de densidad de los cubos impresos.

En la figura 63 se muestra la placa elaborada sobre la que se han aplicado las *single tracks.*

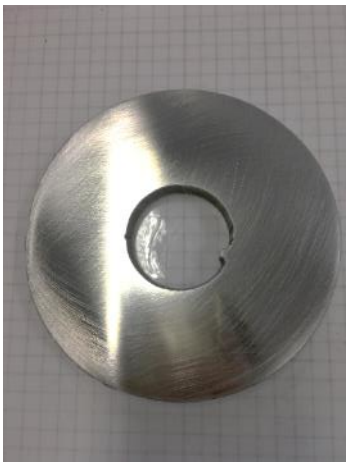
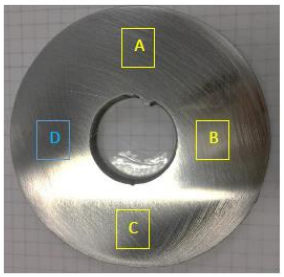


*Figura 63: Placa mecanizada a partir de la calidad experimental AFPA.*

Como se ha indicado anteriormente, se seleccionan diferentes combinaciones de parámetros basándonos en los parámetros que proporciona el fabricante del equipo de impresión para un acero inoxidable martensítico comercial cuyas características son las más parecidas al experimental (véase la tabla 19)

*Tabla 17. Placa de acero AFPA. Primera batería de parámetros de aplicación del láser.*

| Zona | Potencia(W)\Velocidad(mm/s) | 550 mm/s | 650 mm/s | 750 mm/s | 850 mm/s | 950 mm/s |
|---|---|---|---|---|---|---|
| A | 150 W | P1V1 | P1V2 | P1V3 | P1V4 | P1V5 |
| B | 195 W | P2V1 | P2V2 | P2V3 | P2V4 | P2V5 |
| C | 100 W | P3V1 | P3V2 | P3V3 | P3V4 | P3V5 |




*Ampliación

| Zona | Potencia(W)\Velocidad(mm/s) | 100 mm/s | 150 mm/s | 250 mm/s | 350 mm/s | 450 mm/s |
|---|---|---|---|---|---|---|
| D | 195 W | P4V1 | P4V2 | P4V3 | P4V4 | P4V5 |

Se ha dividido la placa en zonas con una letra que identifica cada una de ella, A, B y C. Tras el análisis inicial se ha realizado una ampliación a una zona D en una segunda etapa para obtener un rango mayor de parámetros caracterizados. Se realizan un total de 20 pasadas con una relación P/V diferente en cada caso.

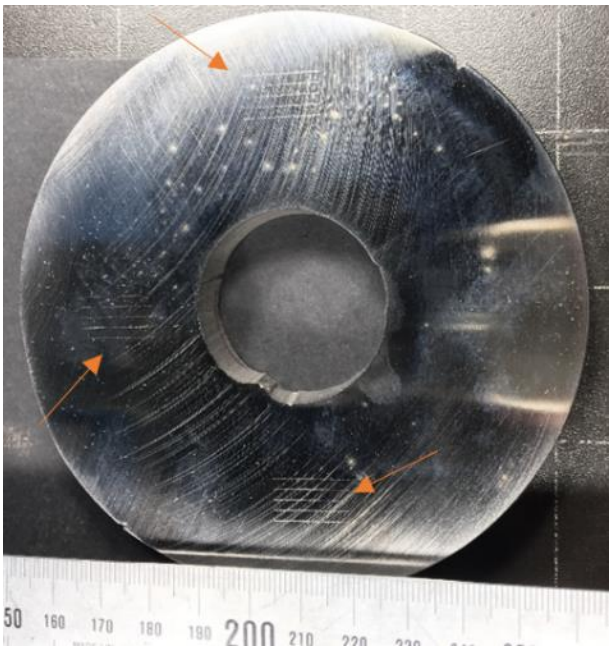
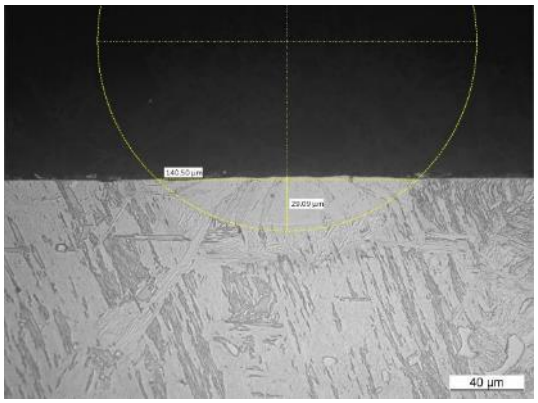


*Figura 64: Placa de acero AFPA sobre la que se han aplicado pasadas del láser con diferentes combinaciones de potencia y velocidad.*

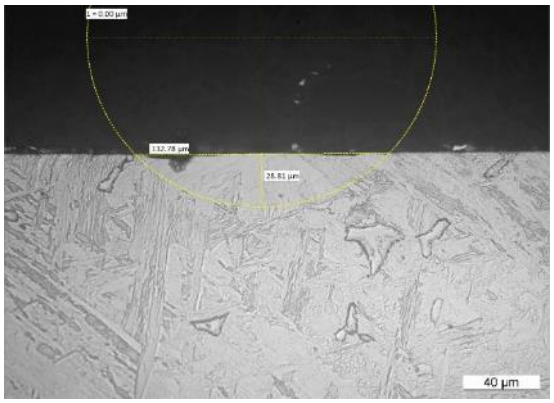
Posteriormente la placa se corta y se prepara una sección transversal de cada single track con el objetivo de observar y medir la zona fundida. La muestra se ataca electrolíticamente con un reactivo capaz de revelar la microestructura del material (ácido Oxálico es este caso). Se miden entonces la profundidad y anchura de cada una de las zonas fundidas. En las figuras 65, 66, 67 y 68 se muestran las micrografías de las zonas A, B, C y D respectivamente.

Así pues, se ha analizado la geometría de cada una de las 20 zonas fundidas. Sobre el material impreso, y con el objetivo de reducir la presencia de defectos, buscamos obtener una relación "anchura/penetración" lo más cercana a "2/1". Esta geometría semicircular es la que presenta un mejor equilibrio a la hora de consolidar una capa con la anterior (penetración), asegurando al mismo tiempo la superposición entre las pasadas (hatch) sin presentar zonas sin fundir o poros entre ellas.

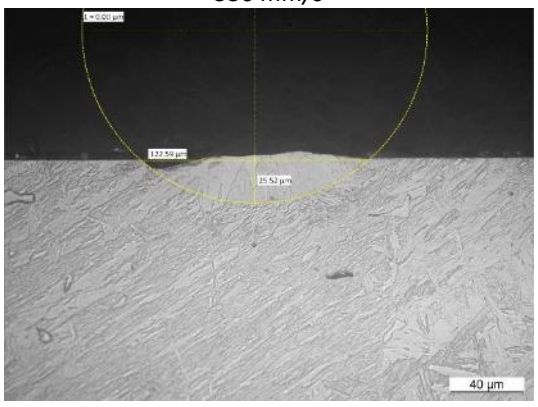
La disipación de la energía que entrega el láser sobre una superficie sólida (como la de la placa) es mucho más rápida que la se disipa en el polvo metálico. En general, cuanto mayor volumen de material sólido esté rodeando un punto caliente mayores vías de evacuación de calor tendremos por conducción y mayor será el enfriamiento en esa dirección. Es por ello que en todos los casos sobre la placa sólida el ancho de la *zona fundida* superará a la penetración en una proporción mayor a la 2:1 No supone un problema ya que esa proporción 2:1 es importante mantenerla en la fabricación real a la hora de fundir el polvo metálico. Puesto que el polvo tiene forma esférica, quedan huecos entre las partículas que funcionan a modo de aislante permitiendo una mayor penetración de la *melt pool* al reducir la capacidad de evacuar calor y acercándonos así a la geometría objetivo.



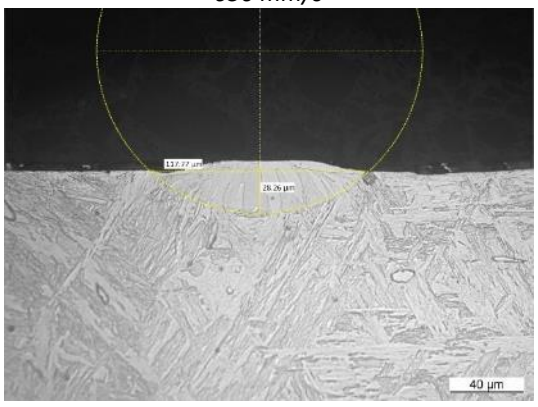

*550 mm/s*



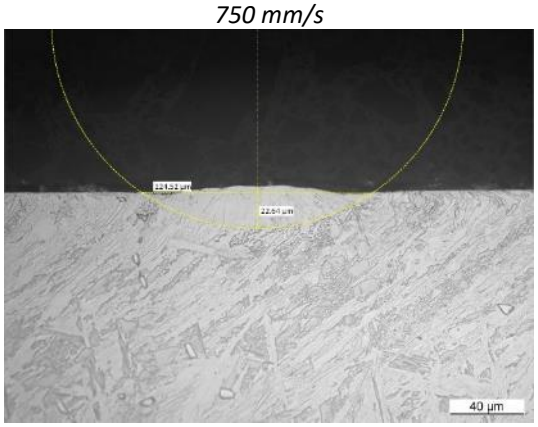

*650 mm/s*




*750 mm/s*

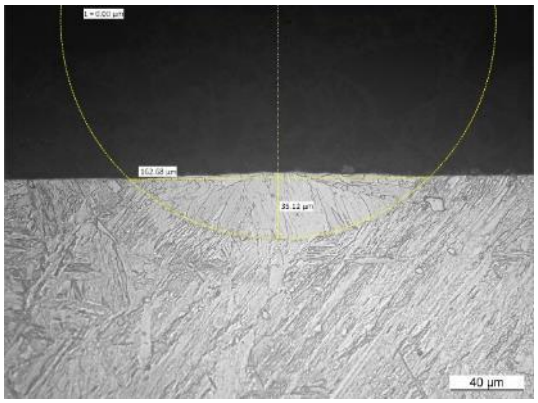



*850 mm/s*

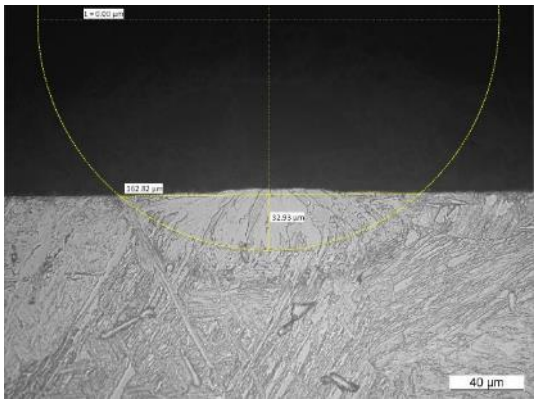



*950 mm/s*

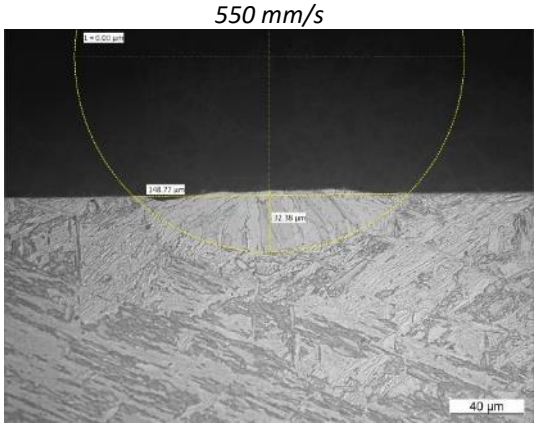
*Figura 65: Placa de acero AFPA. Zona A (150 W)*
*Secciones metalográficas transversales a cada single track.*
*A pie de cada micrografía se indica la velocidad del láser.*



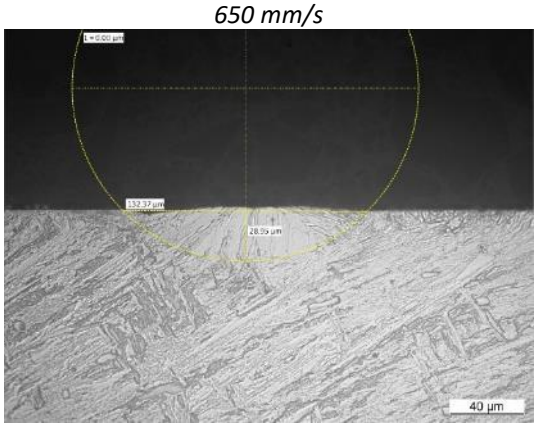

*550 mm/s*



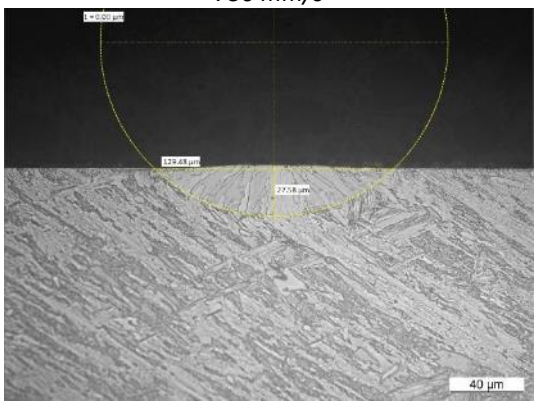

*650 mm/s*




*750 mm/s*

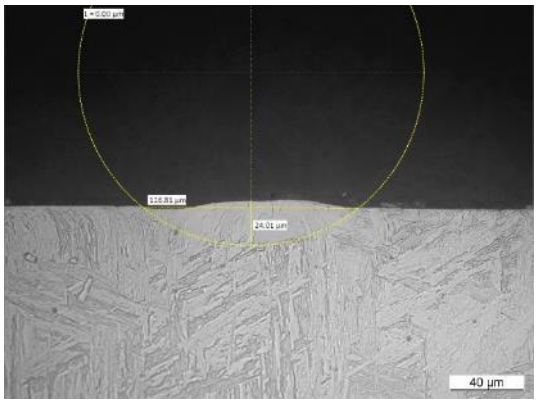



*850 mm/s*

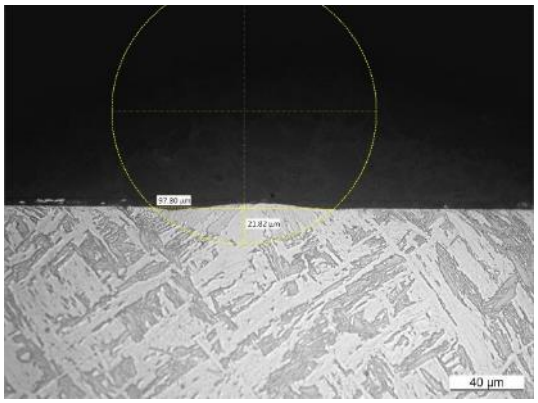



*950 mm/s*

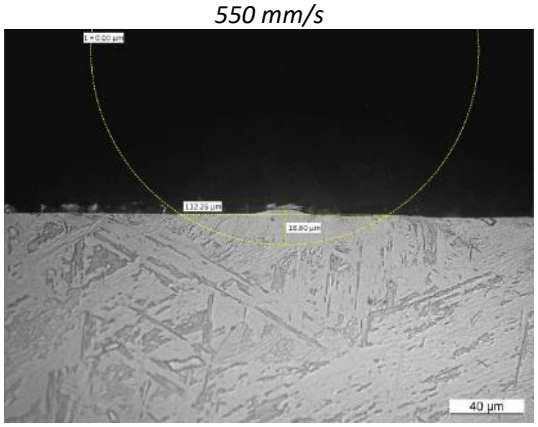
*Figura 66: Placa de acero AFPA. Zona B (195 W)*
*Secciones metalográficas transversales a cada single track.*
*A pie de cada micrografía se indica la velocidad del láser.*



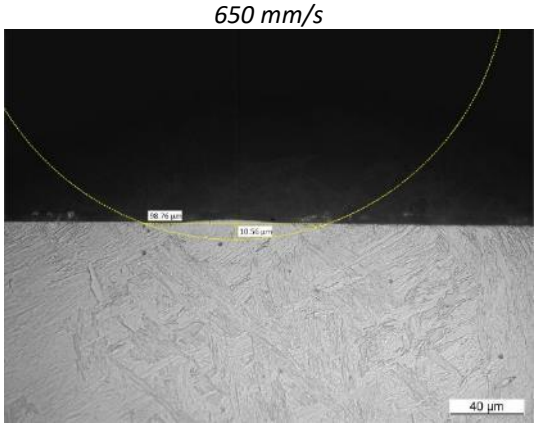

*550 mm/s*



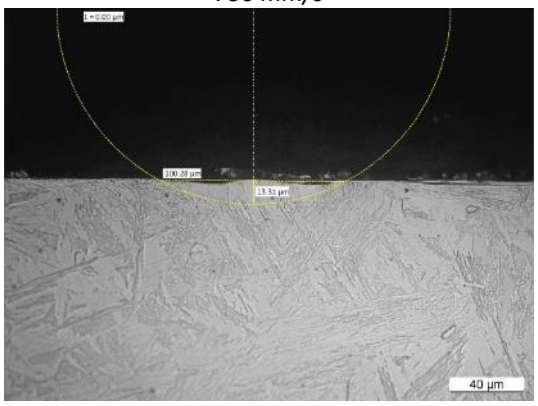

*650 mm/s*




*750 mm/s*

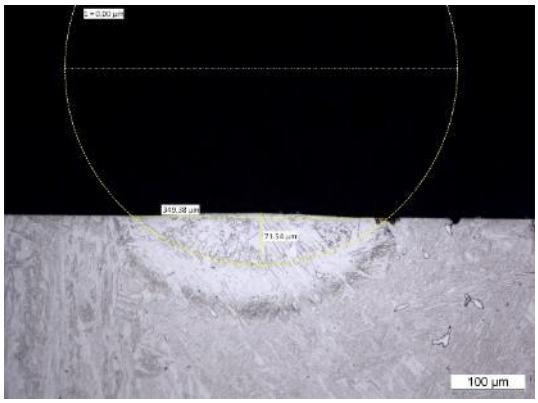



*850 mm/s*

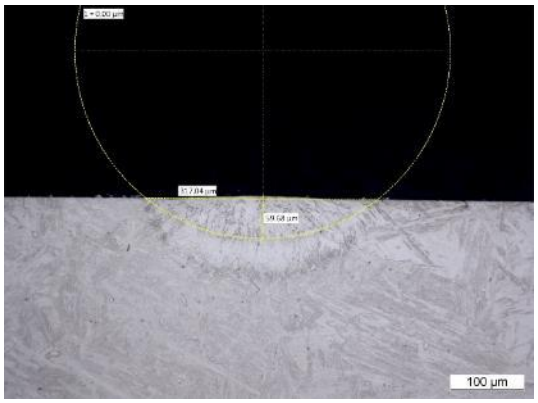



*950 mm/s*

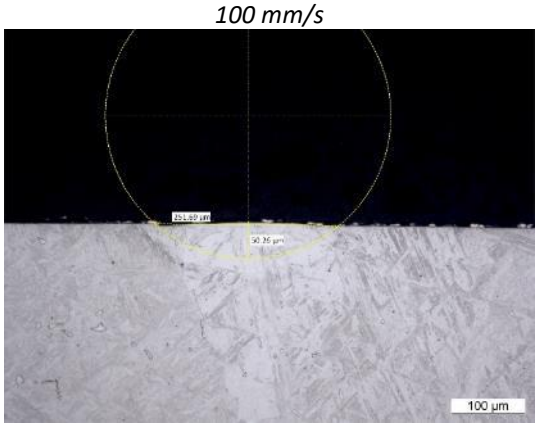
*Figura 67: Placa de acero AFPA. Zona C (100 W)*
*Secciones metalográficas transversales a cada single track.*
*A pie de cada micrografía se indica la velocidad del láser.*



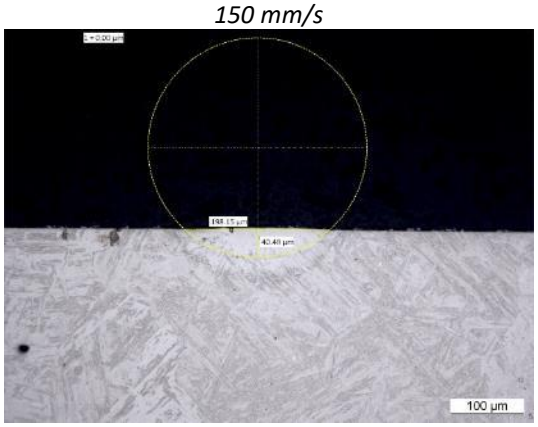

*100 mm/s*



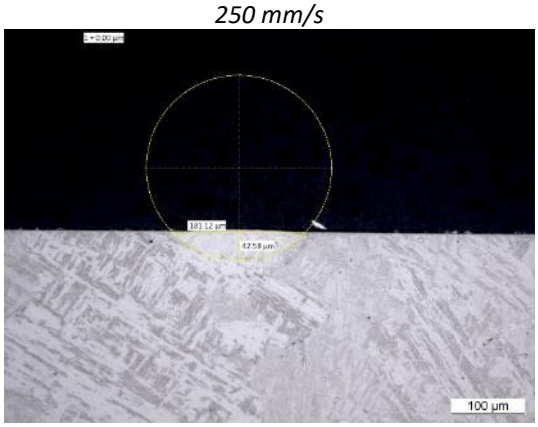

*150 mm/s*




*250 mm/s*




*350 mm/s*




*450 mm/s*

*Figura 68: Placa de acero AFPA. Zona D (195 W)*
*Secciones metalográficas transversales a cada single track.*
*A pie de cada micrografía se indica la velocidad del láser.*

Teniendo en cuenta una proporción lo más cercana al 2/1 en el ancho/penetración medido en las micrografías y priorizando utilizar potencias y velocidades lo más elevadas posibles (esto optimiza el tiempo de fabricación). Se han seleccionado los parámetros marcados con una elipse roja en la figura siguiente que representa el cociente entre ancho/penetración en función de las velocidades y potencias. En la tabla a continuación se han marcado en verde los parámetros concretos seleccionados.

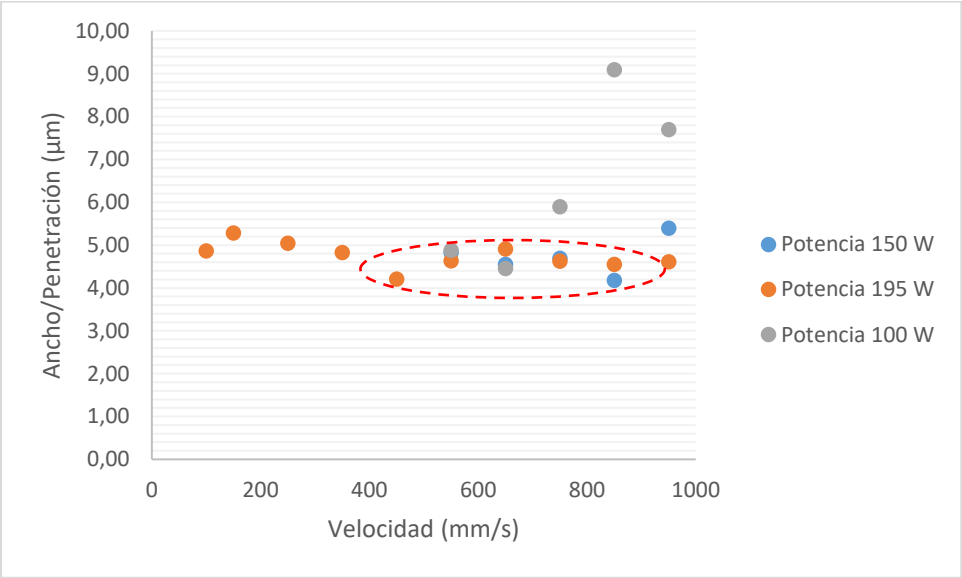



*Figura 69: Cociente entre el ancho y la penetración de la zona fundida. Acero AFPA.*

*Tabla 18. Codificación de las combinaciones de parámetros seleccionadas (verde). AFPA.*

| | **Codificación** | | |
|---|---|---|---|
| | Potencia (W) | | |
| Velocidad (mm/s) | 100 | 150 | 195 |
| 100 | | | D1 |
| 150 | | | D2 |
| 250 | | | D3 |
| 350 | | | D4 |
| 450 | | | D5 |
| 550 | C11 | A1 | B6 |
| 650 | C12 | A2 | B7 |
| 750 | C13 | A3 | B8 |
| 850 | C14 | A4 | B9 |
| 950 | C15 | A5 | B10 |

Una vez seleccionados los parámetros se han impreso cubos de ensayo de dimensiones 10x10x10mm aplicando las combinaciones de parámetro seleccionados, tal y como se muestra en la siguiente figura.

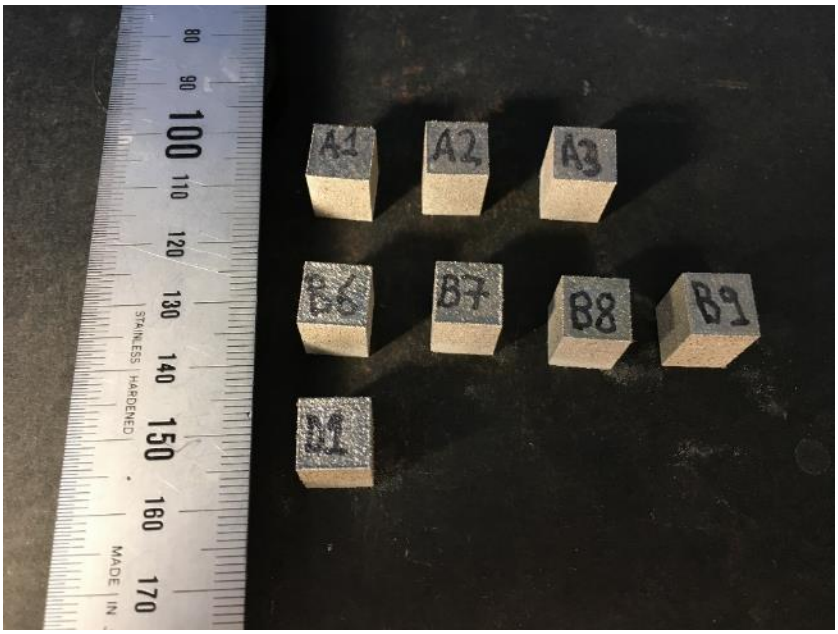



*Figura 70: Cubos impresos con el polvo de acero AFPA, empleando las combinaciones de parámetros seleccionadas.*

La primera evaluación realizada sobre los cubos impresos ha sido medir su porosidad mediante el ensayo de densidad por el método de Arquímedes. La tabla siguiente muestra los resultados obtenidos (100% corresponde a la densidad teórica del material y por tanto, sin porosidad). Para obtener este porcentaje se ha tomado una densidad teórica del material de 7.86 g/cm$^3$.

*Tabla 19. Densidad evaluada mediante el método de Arquímedes. Cubos impresos a partir del polvo de acero AFPA, con lo parámetros de impresión seleccionados.*

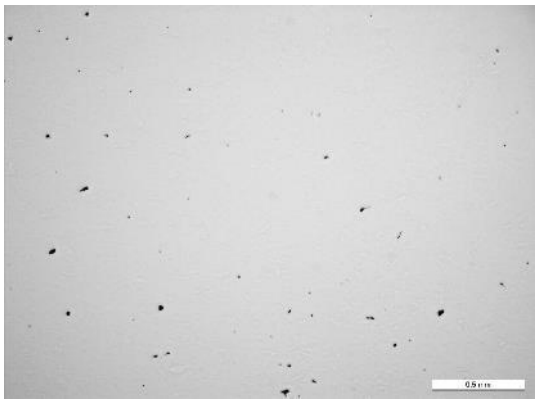
| | **% porosidad Arquímedes** | | |
|---|---|---|---|
| | Potencia (W) | | |
| Velocidad (mm/s) | 100 | 150 | 195 |
| 100 | | | D5 |
| 150 | | | D4 |
| 250 | | | D3 |
| 350 | | | D2 |
| 450 | | | 99.84 |
| 550 | C11 | 99.82 | 99.62 |
| 650 | C12 | 99.41 | 98.94 |
| 750 | C13 | 98.59 | 96.95 |
| 850 | C14 | A4 | 98.91 |
| 950 | C15 | A5 | B10 |

Debido a que el ensayo de densidad por el método de Arquímedes se realiza sobre un solo cubo por cada combinación de parámetros, los resultados pueden carecer de la solidez estadística

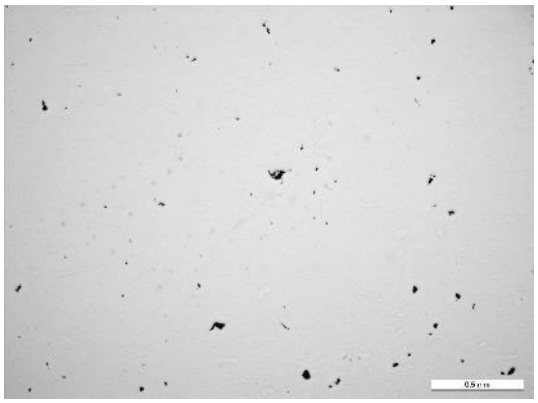
deseada. Para corroborar los resultados se ha optado por cortar, embutir y preparar cada uno de los cubos impresos con el objetivo de medir su porosidad mediante análisis de imagen y confirmar los valores obtenidos mediante el primer método. Se muestran a continuación la tabla de los resultados obtenidos y micrografías de cada uno de los cubos estudiados.

*Tabla 20. Densidad en porcentaje evaluada mediante análisis de imagen. Cubos impresos a partir del polvo de acero AFPA, con los parámetros de impresión seleccionados.*

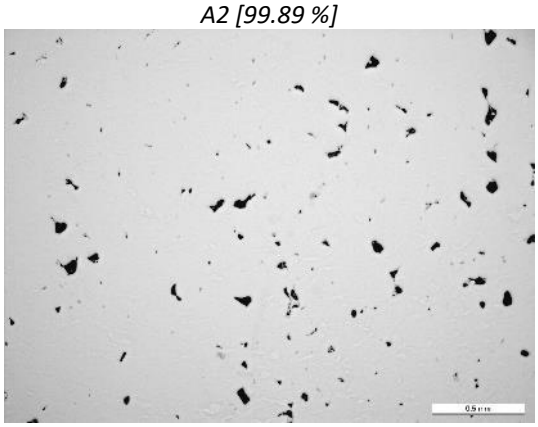
| | **% porosidad análisis de imagen** | | |
|---|---|---|---|
| | Potencia | | |
| Velocidad (mm/s) | 100 | 150 | 195 |
| 100 | | | D5 |
| 150 | | | D4 |
| 250 | | | D3 |
| 350 | | | D2 |
| 450 | | | 99.97 |
| 550 | C11 | 99.89 | 99.97 |
| 650 | C12 | 99.75 | 98.84 |
| 750 | C13 | 98.57 | 95.95 |
| 850 | C14 | A4 | 99.79 |
| 950 | C15 | A5 | B10 |



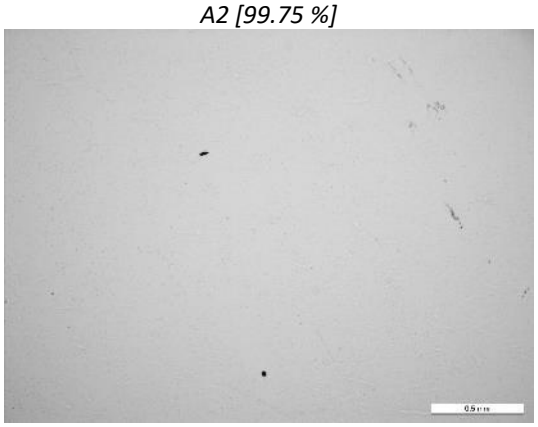
*A2 [99.89 %]*



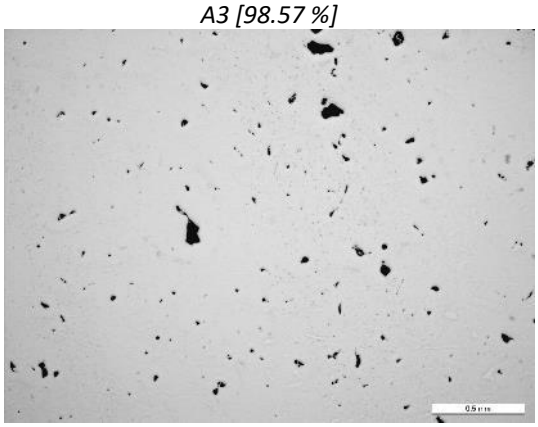
*A2 [99.75 %]*



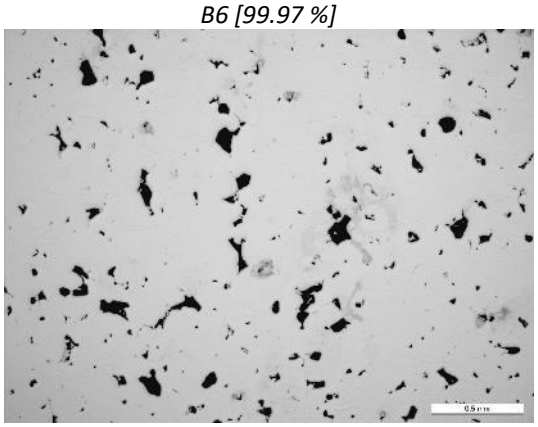
*A3 [98.57 %]*



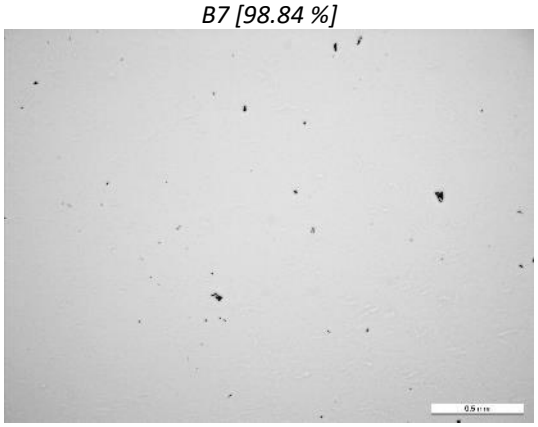
*B6 [99.97 %]*



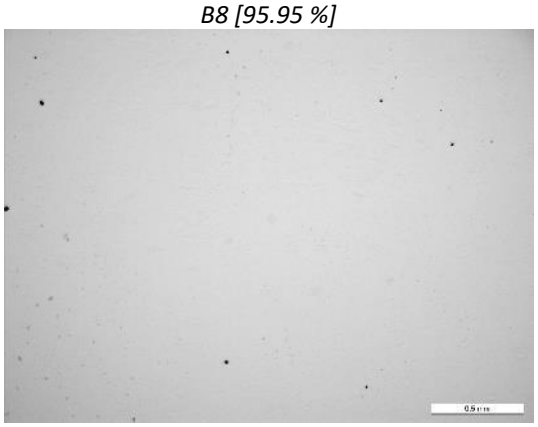
*B7 [98.84 %]*



*B8 [95.95 %]*



*B9 [99.79 %]*



*D1 [99.97 %]*

*Figura 71: Micrografías de los cubos impresos de material AFPA. Estado de pulido. Se muestra a pie de cada micrografía la densidad obtenida mediante análisis de imagen. Se incluye en la figura una micrografía representativa de las numerosas empleadas en cada medición.*

A la vista de los resultados puede deducirse que en ambos análisis (método de Arquímedes y análisis de imagen), se observa una tendencia al aumento de la porosidad, para las potencias indicadas, cuando la velocidad es superior a los 650 mm/s

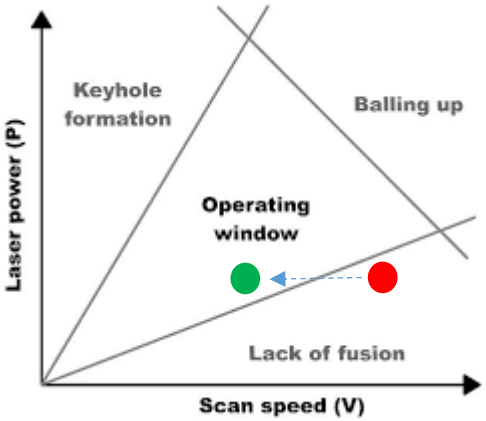



*Figura 72: Representación de la zonas de formación de defectos y triangulo de parámetros óptimos de operación para un material impreso por tecnología LB-PBF.*

Para encontrarnos dentro del marco de parámetros óptimos, en este caso reduciremos la velocidad hasta los 550 mm/s y mantendremos la potencia en 195 W, lo que nos sitúa en el punto verde del gráfico. Esta combinación asegura un buen compromiso entre calidad de impresión y el tiempo de fabricación.

#### 3.6.1.2 CROMAN-ODS-MZ

Se ha empleado una estrategia de selección de los parámetros de impresión para la aleación experimental CROMAN-ODS-MZ diferente a la empleada en el caso del acero AFPA.

Haciendo uso de dicha experiencia se ha afinado el ajuste reduciendo el rango de potencias y velocidades. Un total de 9 cubos han sido impresos. La codificación de cada combinación de parámetros se muestra a continuación.

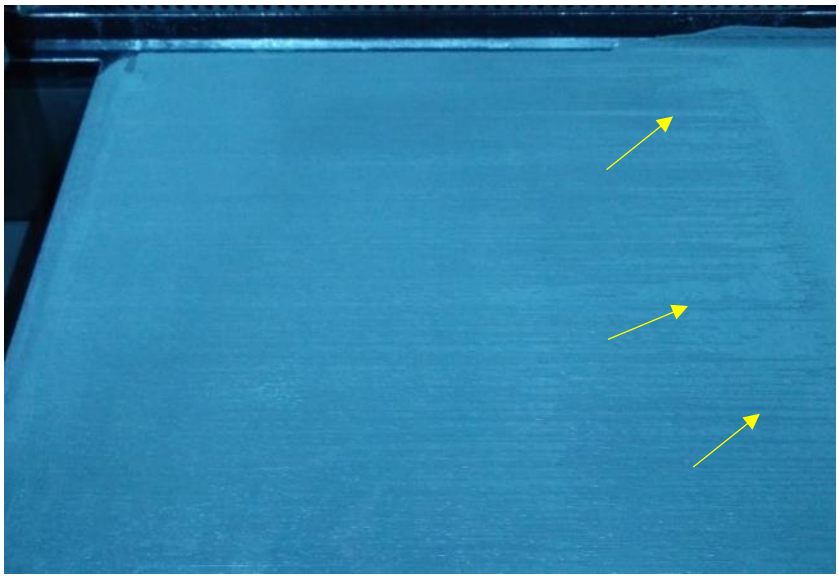
*Tabla 21. Codificación de las combinaciones de parámetros CROMAN-ODS-MZ.*

| | **Codificación** | | |
|---|---|---|---|
| | Potencia (W) | | |
| Velocidad (mm/s) | 180 | 190 | 200 |
| 985 | P1V1 | P2V1 | P3V1 |
| 1085 | P1V2 | P2V2 | P3V2 |
| 1185 | P1V3 | P2V3 | P3V3 |

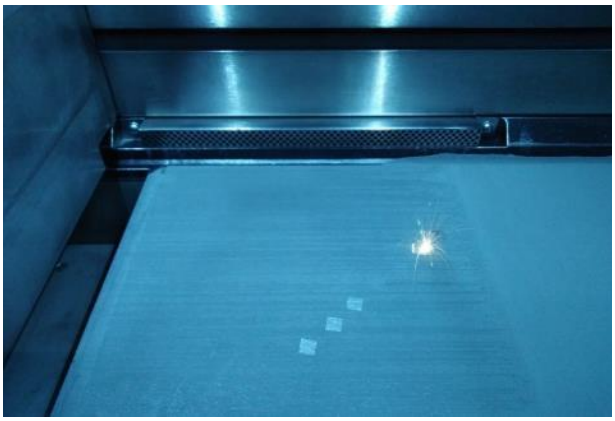
Durante el proceso de impresión de los cubos se ha observado una serie de defectos en la deposición de las capas de polvo sobre la placa de impresión. En la figura 73 se muestra la imagen de una de las primeras capas depositadas y se han señalado con flechas amarillas algunos de los defectos mencionados. Al observarse este problema, se ha optado por modificar el espesor de capa aplicada a un tamaño de 20 µm (en la primera deposición se empleó un espesor de 40 µm). En

consecuencia, los parámetros de velocidad han de ajustarse para mantener constante la densidad energética aplicada. Conviene recordad que dicha densidad energética depende de la potencia aplicada por el láser (P), velocidad del mismo (v), distancia entre pasadas (h) y espesor de capa (t). Estos parámetros se relacionan según la siguiente fórmula.

$$E = \frac{P}{v * h * t} \qquad (Ecuación\ 1)$$



*(a)*






*(b)* *(c)*

*Figura 73: Proceso de impresión de cubos para el ajuste de parámetros en calidad CROMAN-ODS-MZ. (a) Defectos observados durante la deposición del polvo. (b) primeras capas impresas. (c) cubos ya separados de la placa de impresión.*

El procedimiento a seguir ha sido el mismo que con los cubos del material AFPA. Se ha medido su densidad por el método de Arquímedes (UNE-EN ISO 3369) y se ha realizado una medida de la

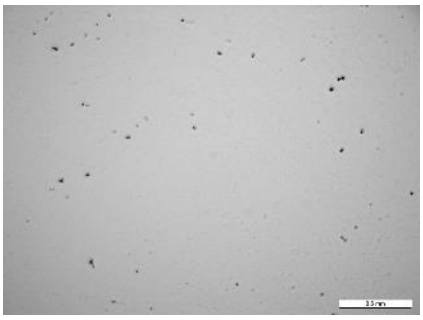
porosidad mediante análisis de imagen. Se muestran las tablas con los valores obtenidos de densidad por el método de Arquímedes y por análisis de imagen, así como una micrografía de cada cubo.

*Tabla 22. Acero CROMAN-ODS-MZ. Densidad de los cubos impresos (% de densidad teórica del acero). Mediciones realizadas mediante el método de Arquímedes.*

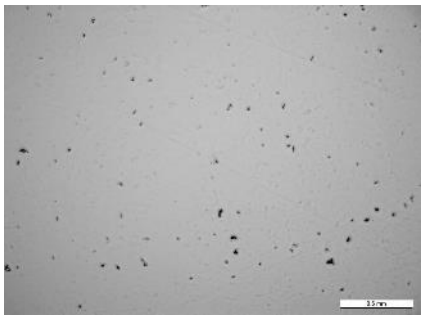
| | **% porosidad Arquímedes** | | |
|---|---|---|---|
| | Potencia (W) | | |
| Velocidad (mm/s) | 180 | 190 | 200 |
| 985 | 99.88 (P1V1) | 99.97 (P2V1) | 99.94 (P3V1) |
| 1085 | 99.65 (P1V2) | 99.71 (P2V2) | 99.67 (P3V2) |
| 1185 | 99.22 (P1V3) | 98.14 (P2V3) | 98.77(P3V3) |

*Tabla 23. Acero CROMAN-ODS-MZ. Densidad de los cubos impresos (% de densidad teórica del acero). Mediciones realizadas mediante análisis de imagen.*

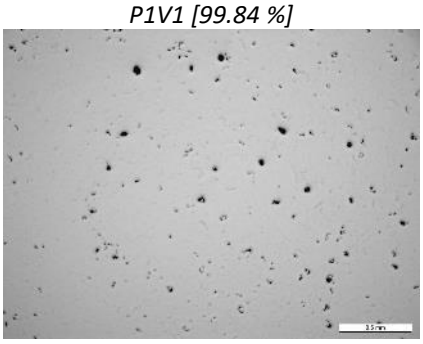
| | **% porosidad análisis de imagen** | | |
|---|---|---|---|
| | Potencia (W) | | |
| Velocidad (mm/s) | 180 | 190 | 200 |
| 985 | 99.84 (P1V1) | 99.99 (P2V1) | 99.97 (P3V1) |
| 1085 | 99.62 (P1V2) | 99.64 (P2V2) | 99.87 (P3V2) |
| 1185 | 99.13 (P1V3) | 98.88 (P2V3) | 99.61 (P3V3) |



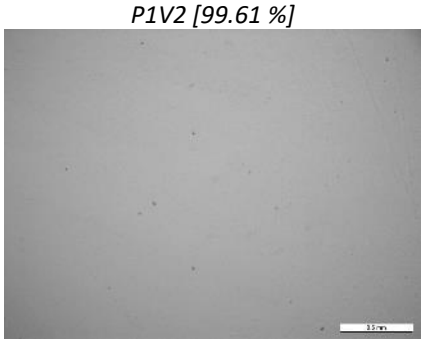
*P1V1 [99.84 %]*



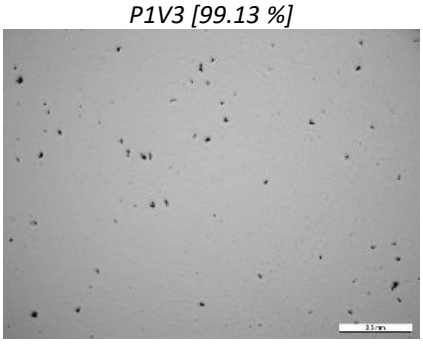
*P1V2 [99.61 %]*



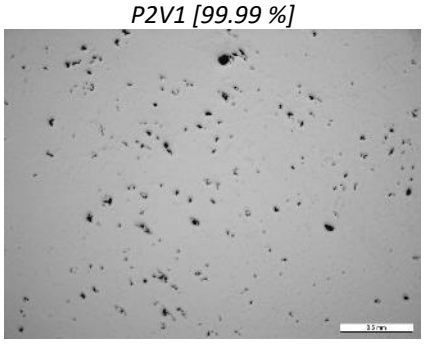
*P1V3 [99.13 %]*



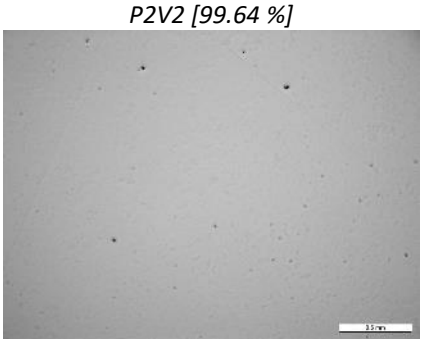
*P2V1 [99.99 %]*



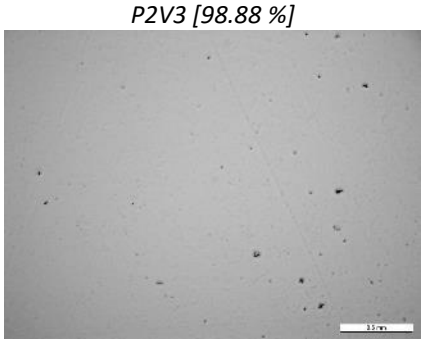
*P2V2 [99.64 %]*



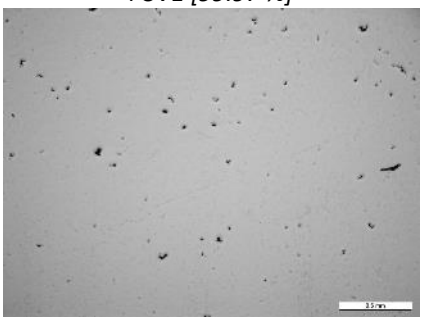
*P2V3 [98.88 %]*



*P3V1 [99.97 %]*



*P3V2 [99.87 %]*



*P3V3 [99.61 %]*

*Figura 74: Micrografías de los cubos impresos de Acero CROMAN-ODS-MZ. Estado de pulido. Se muestra a pie de cada micrografía la densidad obtenida mediante análisis de imagen. Se incluye en la figura una micrografía representativa de las numerosas empleadas en cada medición.*

### 3.6.1.3 CROMAN-ODS-AME

La última de las rutas de incorporación de nanopartículas corresponde con la calidad CROMAN-ODS-M. En esta ruta se apostaba por una aleación mecánica del polvo metálico original (CROMAN-ODS) y las nanopartículas de Itria (Y2O3). Tras el proceso de aleación que ha tenido lugar en el molino de atrición, las partículas resultantes perdían la morfología esférica original y óptima para la aplicación en procesos LB-PBF. Es por esto que se realizaba una última etapa para recuperar la morfología deseada. A la vista de los resultados en la tarea 3.2 se ha observado un porcentaje significativo de óxidos sobre las partículas. Estos óxidos superficiales podrían afectar al proceso de fusión láser y en última instancia a las propiedades mecánicas del material.

La experiencia adquirida en la calidad anterior nos ha marcado el camino a seguir en cuanto a parámetros de proceso. Se han mantenido los mismos parámetros de potencia, velocidad, espesor de capa, etc. Se han impreso un total de 9 cubos que han sido caracterizados de la misma forma, mediante un ensayo de densidad por el método de Arquímedes y tras una preparación metalográfica, mediante análisis de imagen. A continuación se muestran los resultados obtenidos.

*Tabla 24. Codificación de las combinaciones de parámetros CROMAN-ODS-M.*

| | Potencia (W) | | |
|---|---|---|---|
| Velocidad (mm/s) | 180 | 190 | 200 |
| 985 | P1V1 | P2V1 | P3V1 |
| 1085 | P1V2 | P2V2 | P3V2 |
| 1185 | P1V3 | P2V3 | P3V3 |

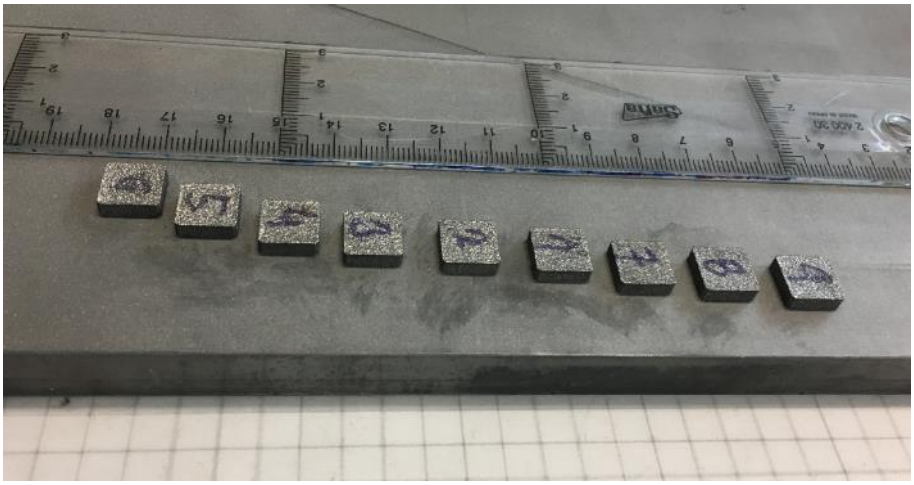


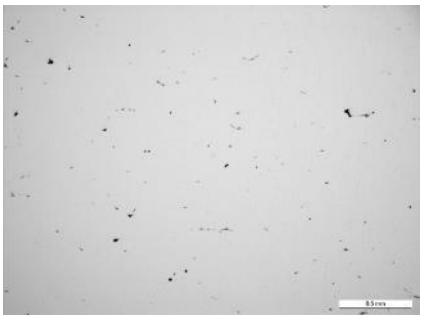
*Figura 75: Cubos calidad CROMAN-ODS-M tras el proceso de impresión.*

*Tabla 25. Valores de densidad por el método de Arquímedes de las combinaciones de parámetros CROMAN-ODS-M.*

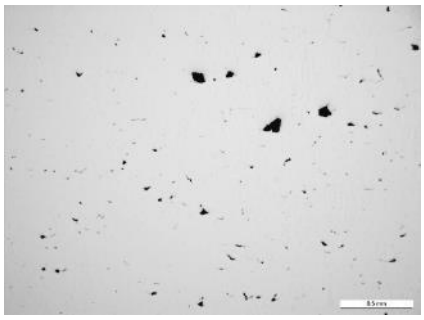
| | **% porosidad Arquímedes** | | |
|---|---|---|---|
| | Potencia (W) | | |
| Velocidad (mm/s) | 180 | 190 | 200 |
| 985 | 99.90 (P1V1) | 99.91 (P2V1) | 99.97 (P3V1) |
| 1085 | 99.29 (P1V2) | 99.66 (P2V2) | 99.63 (P3V2) |
| 1185 | 99.10 (P1V3) | 98.93 (P2V3) | 99.59(P3V3) |

*Tabla 26. Valores de densidad por análisis de imagen de las combinaciones de parámetros CROMAN-ODS-M.*

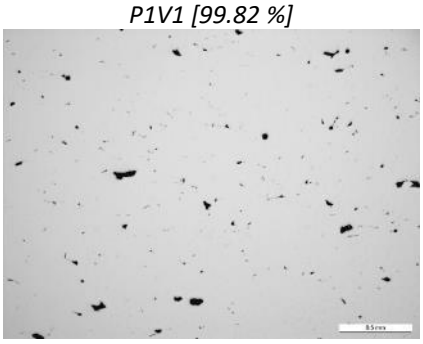
| | **% porosidad análisis de imagen** | | |
|---|---|---|---|
| | Potencia (W) | | |
| Velocidad (mm/s) | 180 | 190 | 200 |
| 985 | 99.82 (P1V1) | 99.84 (P2V1) | 99.95 (P3V1) |
| 1085 | 99.35 (P1V2) | 99.51 (P2V2) | 99.77 (P3V2) |
| 1185 | 99.22 (P1V3) | 90.10 (P2V3) | 99.63(P3V3) |



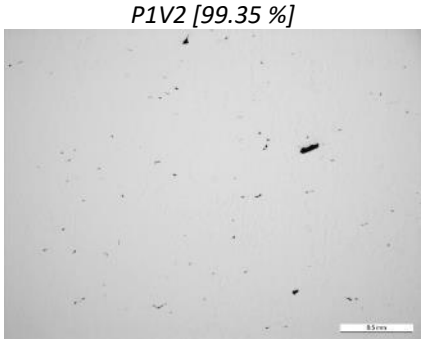
*P1V1 [99.82 %]*



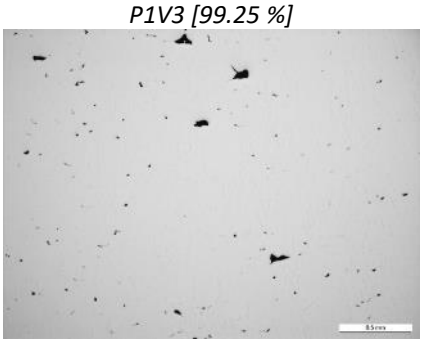
*P1V2 [99.35 %]*



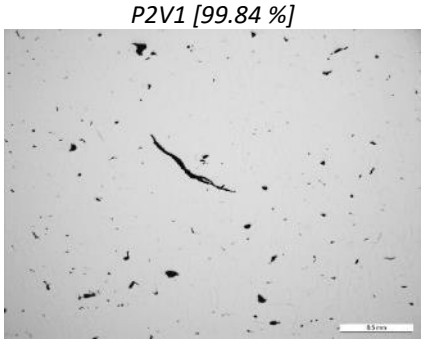
*P1V3 [99.25 %]*



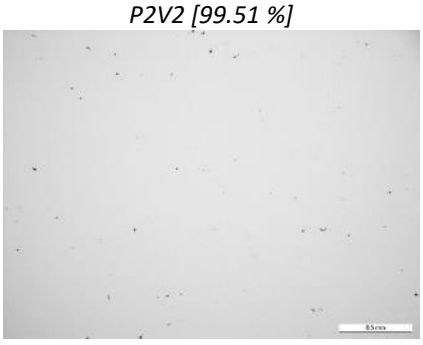
*P2V1 [99.84 %]*



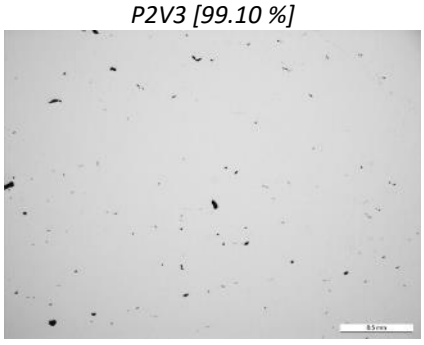
*P2V2 [99.51 %]*



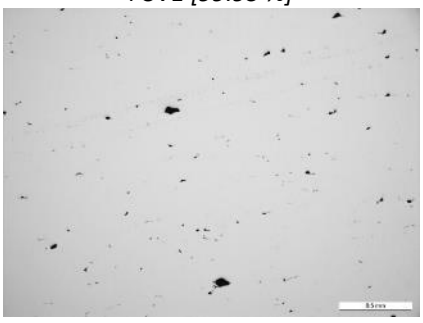
*P2V3 [99.10 %]*



*P3V1 [99.95 %]*



*P3V2 [99.77 %]*



*P3V3 [99.63 %]*

*Figura 76: Micrografías de los cubos impresos de Acero CROMAN-ODS-AME. Estado de pulido. Se muestra a pie de cada micrografía la densidad obtenida mediante análisis de imagen. Se incluye en la figura una micrografía representativa de las numerosas empleadas en cada medición.*

### 3.6.2 Caracterización básica y de las propiedades en uso

Corresponde a la tarea T4.2 del proyecto, para llevar a cabo esta tarea se establece una **caracterización básica** a realizar sobre de las dos calidades industriales: el acero inoxidable austenítico AISI 316L y el inoxidable martensítico PH17-4, así como de las dos calidades experimental más prometedoras, el acero RAFM codificado como AFPA así como la aleación codificado como CROMAN-ODS-Mz.

Esta caracterización considerada como básica, incluye ensayos de dureza, ensayos de tracción y una caracterización microestructural.

Adicionalmente, se incluye a su vez el estudio de las **propiedades en uso** marcadas como críticas en el hito 1. Esta caracterización avanzada y dirigida a las propiedades críticas en uso incluye; la tenacidad que presentaba cada una de estas calidades, y en el caso de las calidades comerciales (SS PH17-4 y AISI 316L) su resistencia al desgaste y comportamiento dinámico frente a esfuerzos de fatiga. De igual modo, se ha trabajado sobre las propiedades en uso de las calidades experimentales (AFPA y CROMAN-ODS-Mz). Teniendo en cuenta que sus posibles aplicaciones requieren soportar altas temperaturas, se han optado por realizar una evaluación de su comportamiento mecánica a las temperaturas esperadas de trabajo mediante un ensayo de tracción a elevada temperatura.

Con el objetivo de realizar los análisis mencionados se han impreso una serie de probetas en cada una de las calidades indicadas. En la figura 77 se muestra un ejemplo de las probetas impresas en el caso de los materiales comerciales.

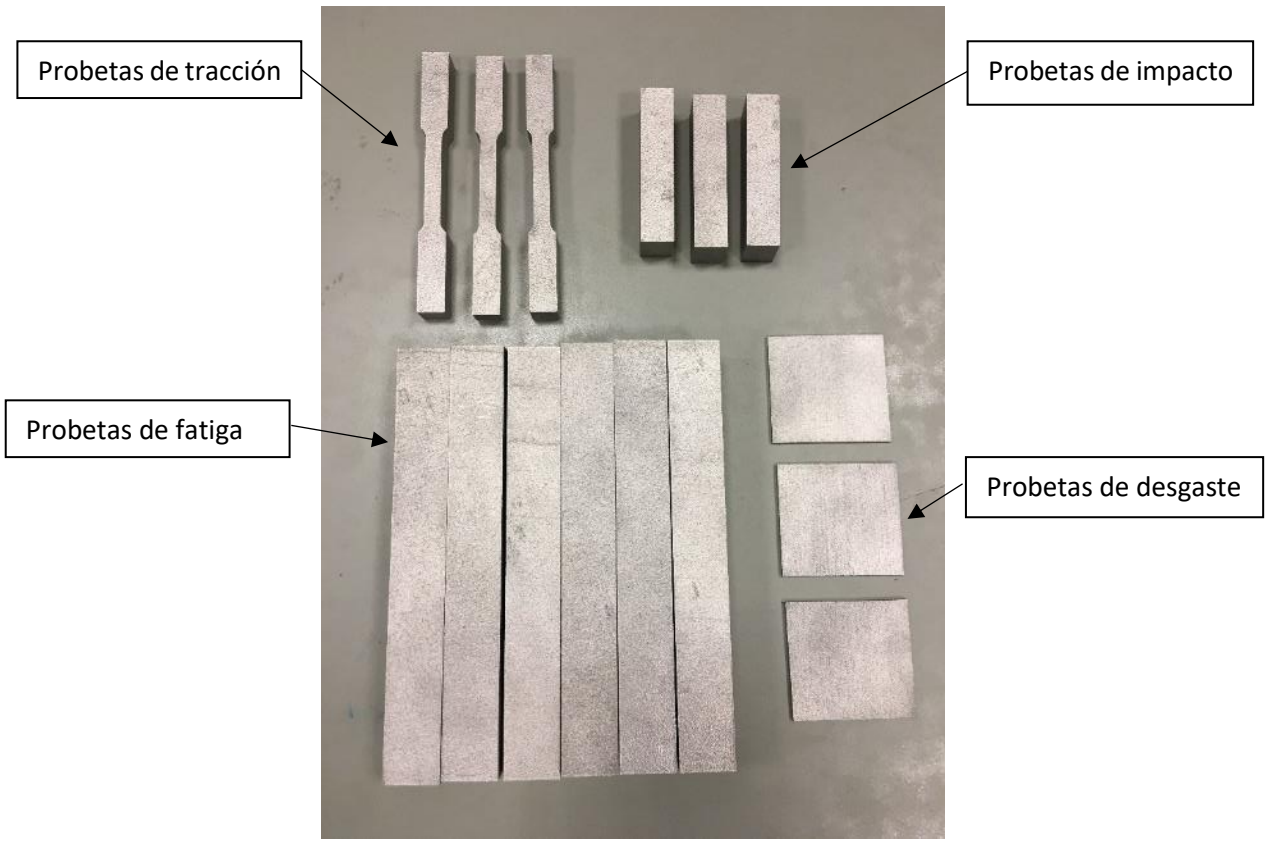



*Figura 77: Pack de probetas impresas para su caracterización básica y propiedades en uso en las calidades industriales. Las probetas para el ensayo de vida a fatiga no son ensayadas en esta anualidad.*



*Figura 78: Imagen correspondiente uno de los ensayos de tracción a alta temperatura para medir las propiedades en uso realizado sobre la calidad CROMAN-ODS-Mz.*

#### 3.6.2.1 PH17-4

Tras la impresión de las probetas y separación de las mismas de la placa de fabricación se ha realizado el tratamiento térmico de referencia para este material. El tratamiento denominado H900 modificado, consta de dos partes. La primera etapa corresponde a una reaustenización y puesta en solución a 1038ºC durante 30 minutos. La segunda parte es un tratamiento de precipitación que induce la formación de diferentes precipitados que incrementan las propiedades mecánicas del material; en especial su resistencia mecánica. Esta segunda etapa se realiza a 482ºC durante 4 horas.

En ambas etapas el enfriamiento posterior se ha realizado al aire. En la figura 79 se observan las muestras tras su extracción del horno en la primera etapa del tratamiento. Puede distinguirse la elevada cantidad de cascarilla formada debido a la oxidación superficial. Todas las muestras han

sido mecanizadas tras el tratamiento evitando así posibles incidencias de esta oxidación sobre los ensayos realizados.



*Figura 79: Probetas tras extraerse del horno a 1035ºC en la primera etapa del tratamiento térmico. PH17-4.*

### a) Propiedades básicas

La **dureza del material** industrial PH17-4 fabricado en un equipo EOS modelo M270 y tras el tratamiento térmico se ha medido de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 6507 "Ensayo de dureza Vickers". Presentado un valor medio de 365 HV10.

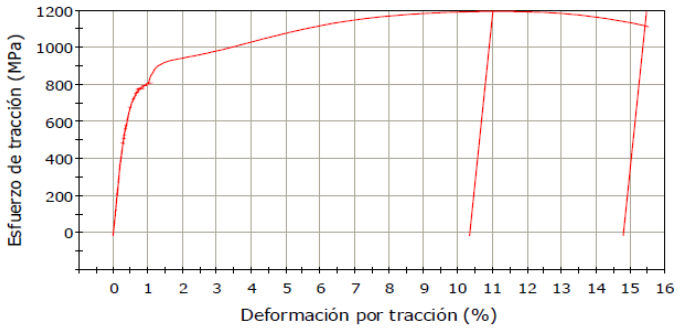
Se ha realizado **un ensayo de tracción** sobre tres probetas cuya geometría se ajusta a lo establecido por la norma UNE-EN ISO 6892 "Ensayo de tracción" Método de ensayo a temperatura ambiente para materiales metálicos. Se ha tratado de probetas proporcionales de longitud inicial (Lo) 20mm y superficie mecanizada. Las probetas han sido impresas, al igual que en el material anterior, en dirección cuya longitud principal es paralela a la base de fabricación.

A continuación se muestran los resultados del ensayo.

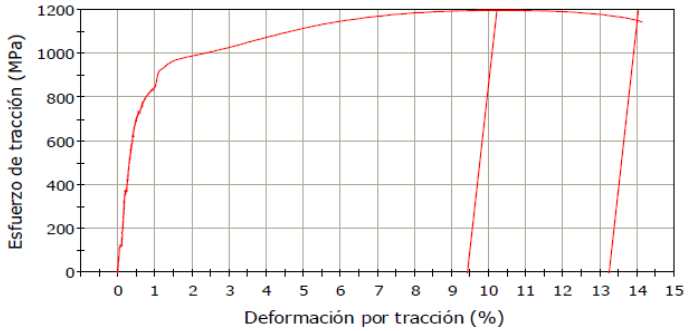
*Tabla 27. Calidad PH17-4. Valores obtenidos tras el ensayo de tracción*

| PH17-4 | Límite elástico (MPa) | Carga de rotura (MPa) | Alargamiento (%) |
|---|---|---|---|
| Probeta 1 | 726 | 1194 | 15 |
| Probeta 2 | 777 | 1196 | 13 |
| Probeta 3 | 793 | 1191 | 17 |

Probeta 1




Probeta 2




Probeta 3

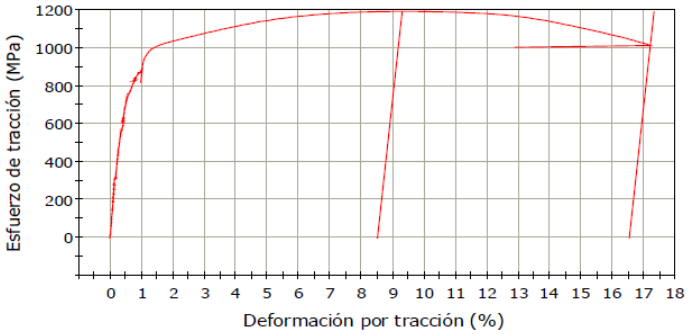
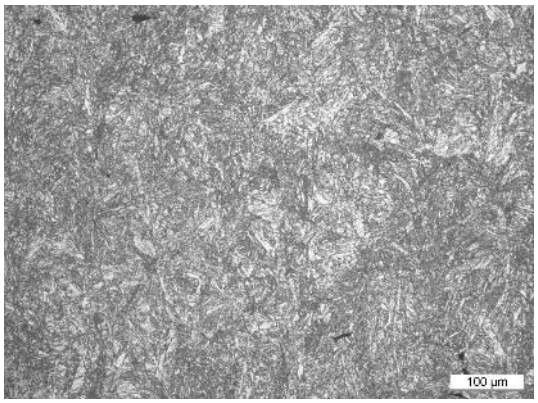


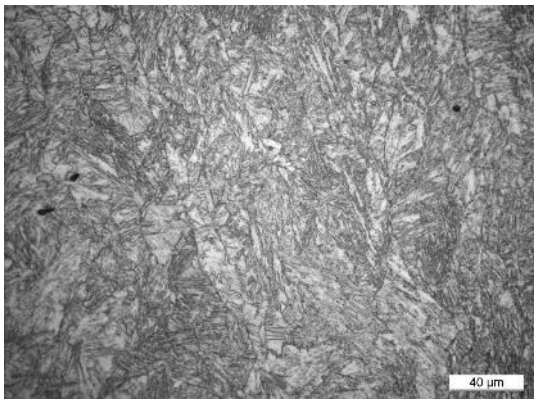

*Figura 80: Curvas del ensayo de tracción. PH17-4.*

Los resultados obtenidos muestran unos valores por debajo de lo indicado por el fabricante del equipo de impresión para el material y tratamiento térmico aplicado. Los valores indicados por el fabricante son; Limite elástico 1200 MPa, carga de rotura 1310 MPa y alargamiento 12.5%. En este caso el fabricante no indica un rango de valores y se entiende son valores típicos.

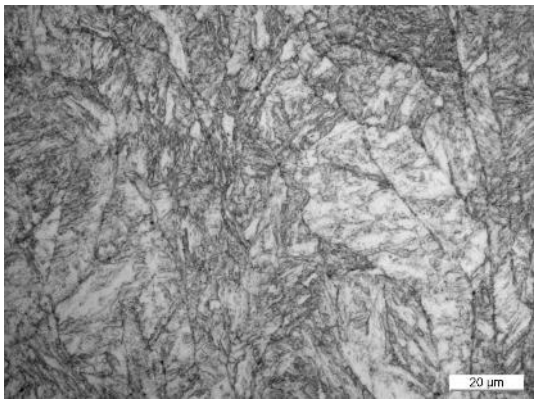
Para el **análisis de la microestructura** se ha seleccionado y cortado una sección paralela a la dirección de fabricación (z). Esta sección se ha embutido y posteriormente se ha pulido hasta obtener una superficie especular. Por último la muestra ha sido atacada para revelar su microestructura. Esta se ha observado posteriormente mediante el microscopio óptico.




*x200 Magnificación original.*




*x500 Magnificación original.*




*x1000 Magnificación original.*

*Figura 81: Micrografías de la muestra PH17-4 a diferentes aumentos. Estado de tratamiento térmico ASTM A564M: Puesta en solución + precipitación (H900).*

En este caso no se observan las pasadas del láser como consecuencia del tratamiento térmico realizado. Pueden distinguirse diferentes constituyentes dentro de la microestructura. El acero PH17-4 tiene, por diseño, una microestructura principalmente martensítica cuando es producido por métodos convencionales. En las micrografías realizadas se aprecia una microestructura martensítica y precipitados cuya naturaleza sólo se puede analizar mediante microscopía electrónica de alta resolución.

### b) Propiedades en uso

Al igual que en el caso de la otra calidad industrial, se ha realizado un ensayo de impacto Charpy a temperatura ambiente y de acuerdo a la norma ISO 148 Materiales metálicos. “Ensayo de flexión por choque con péndulo Charpy”. Se ha escogido el tamaño estándar de probeta de 10x10x55mm con entalla en V de 2mm de profundidad.

El valor medio de tres ensayos es de 11,3 Julios. El resultado se ajusta a los valores obtenidos para probetas fabricadas por moldeo (12 Julios) a temperatura ambiente y en similar estado de tratamiento térmico. Se encuentra por debajo de los 20 Julios que presenta el material laminado y en el mismo estado de tratamiento térmico.

Además de la tenacidad, sobre la calidad PH17-4 se ha procedido al estudio de una de las propiedades críticas descritas en la tarea 1.1, especialmente cuando pensamos en moldes de inyección para plástico reforzado con fibras y fabricados con este material. Esta propiedad es la **resistencia al desgaste**. Este tipo de componentes están sometidos a un desgaste continuo debido al intenso trabajo que realizan y a las exigentes condiciones en las que trabajan. Además las tolerancias que se manejan en el sector son notablemente estrictas y un desgaste prematuro puede obligar a desechar un molde con el elevado coste asociado.

Los ensayos de desgaste se han llevado a cabo en un tribómetro de tipo "pin on disc" modelo MT2/60/NI/HT de la casa comercial Microtest. Este equipo consta de un disco, sobre el cual se colocan las muestras objeto de estudio, que gira con una velocidad de hasta 600 rpm. Sobre dicho disco se coloca un pin, en este caso una bola de alúmina, sobre la cual se ejerce una fuerza normal conocida. El esquema se muestra en la figura 82.

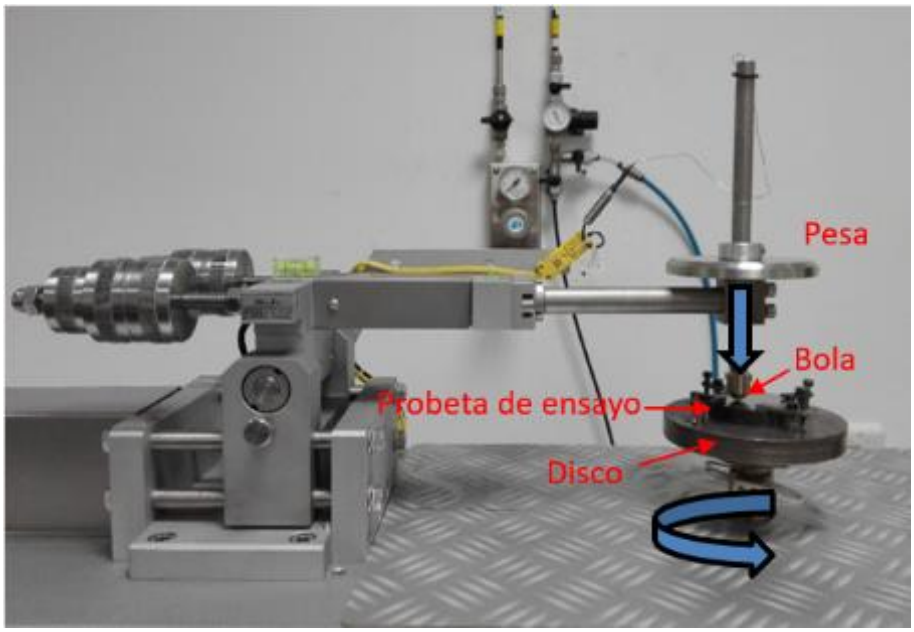



*Figura 82: Configuración de ensayo "pin on disc".*

El equipo permite la determinación del coeficiente de fricción entre los dos materiales objeto de estudio durante el ensayo.

Los ensayos de desgaste se han realizado utilizando una bola de alúmina de 6 mm de diámetro, empleando una fuerza normal de 50 N y una distancia de ensayo de 1000 m. El radio de la trayectoria de desgaste es de 10 mm y la velocidad de giro de la muestra es de 124 rpm.

La superficie de las muestras ensayadas fue desbastada (acabado superficial correspondiente a un desbaste con papel con suspensión de carburo de silicio de tamaño 120). Se han realizado 3 réplicas del ensayo.

Se ha evaluado el comportamiento frente al desgaste de los materiales mediante la determinación de la pérdida de peso al término del ensayo. Las probetas se limpian al inicio y término del ensayo con acetona en un baño de ultrasonidos y se secan en una estufa a 100 ºC. La determinación de la

pérdida de peso se realiza por diferencia de pesada utilizando una balanza analítica de 0,0001 g de precisión.

Una vez determinada la pérdida de peso se ha calculado la tasa de desgaste mediante la Ecuación siguiente:

$$K = \frac{\Delta P}{d \cdot F}$$

*Ecuación 3*

Donde:

K: Tasa de desgaste ($g \cdot m^{-1} \cdot N^{-1}$)

ΔP: Diferencia de peso al término del ensayo (P inicial – P final) (g)

d: distancia de ensayo (m)

F: Fuerza normal aplicada durante el ensayo (N)

En la Tabla 30 se muestra el registro de la pérdida de peso, así como la tasa de desgaste calculada según la Ecuación 3.

*Tabla 28. Registros de la pérdida de peso al término del ensayo y tasa de desgaste calculada.*

| Ensayo | Pinicial (g) | Pfinal (g) | ΔP (g) | K ($g \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|
| PH174-1 | 22,9902 | 22,9065 | 0,0837 | 1,67E$^{-06}$ |
| PH174-2 | 22,0969 | 21,9870 | 0,1099 | 2,20E$^{-06}$ |
| PH174-3 | 22,2518 | 22,1457 | 0,1061 | 2,12E$^{-06}$ |
| **Promedio** | **----** | **----** | **0,0999 ± 0,0141** | **2,00E$^{-06}$ ± 2,83E$^{-07}$** |

Asimismo, se ha intentado determinar el volumen de la huella de desgaste (volumen de material perdido durante el ensayo) siguiendo las indicaciones de la norma ASTM G99. El valor promedio del ancho de la huella se utiliza para la determinación del volumen de la huella de desgate, que se calcula mediante la Ecuación 2.

$$V_L = \frac{\pi (R_T)(W_T)^3}{6(R_B)}$$

*Ecuación 4*

Donde:

$V_L$ = Volumen de la huella de desgaste o de material perdido ($mm^3$)

$R_T$ = Radio de la trayectoria de desgaste = 10 mm

$R_B$ = Radio de la bola = 3 mm

$W_T$ = Ancho de la huella de desgaste (mm)

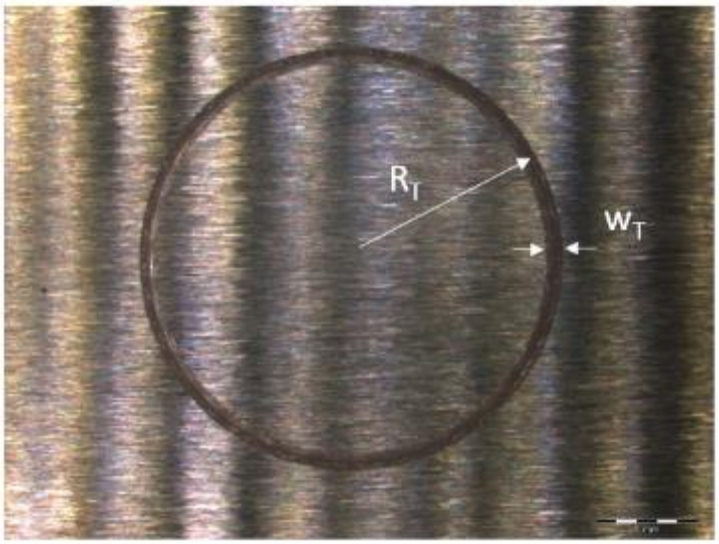



*Figura 83: Huella de desgaste y parámetros utilizados para su caracterización.*

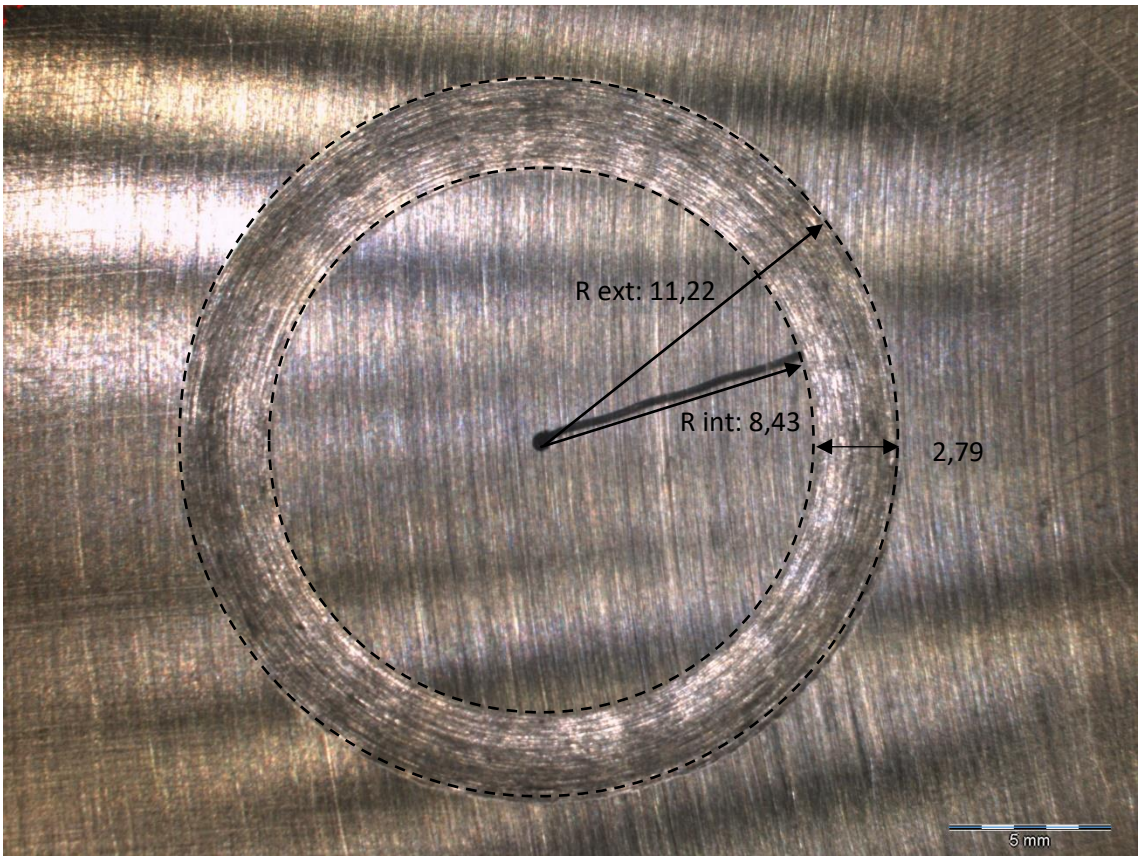
Para la determinación del ancho de la huella de desgaste se han utilizado dos procedimientos. Por un lado, se ha determinado el ancho de la huella adquiriendo una imagen de toda ella con una lupa estereoscópica. Sobre la imagen adquirida y con un software de análisis se han trazado dos circunferencias coincidiendo con el borde exterior y el interior de la huella de desgaste y se ha medido el radio de ambas circunferencias. El ancho de la huella se determina por diferencia entre los radios de las dos circunferencias.

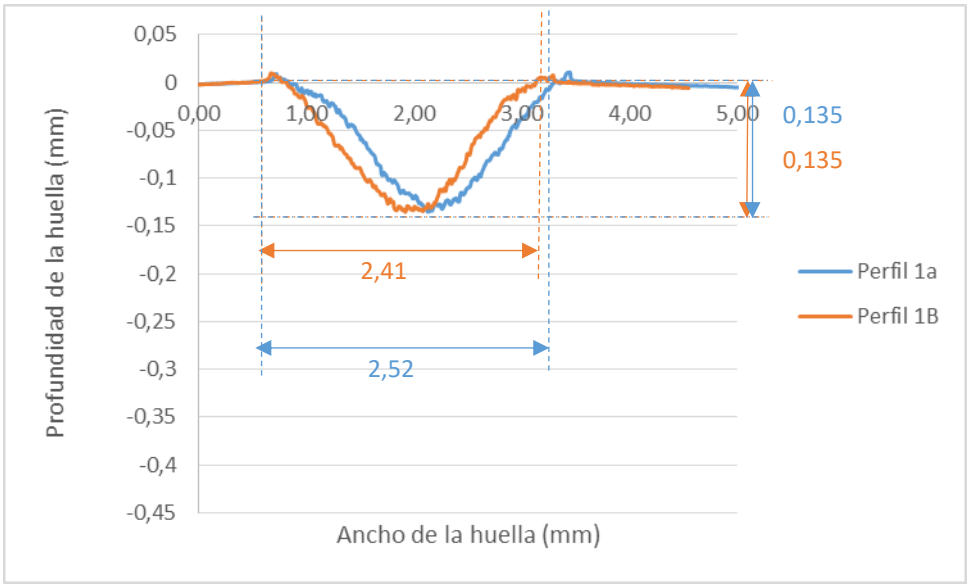
Por otro lado, y para determinar la geometría de la huella de desgaste se ha utilizado un perfilómetro. Se han realizado dos medidas en cada huella de desgaste y se ha determinado el ancho y la profundidad de la huella.

A partir del volumen de la huella de desgaste y teniendo en cuenta la densidad del acero se podría obtener una medida indirecta de la pérdida de peso.

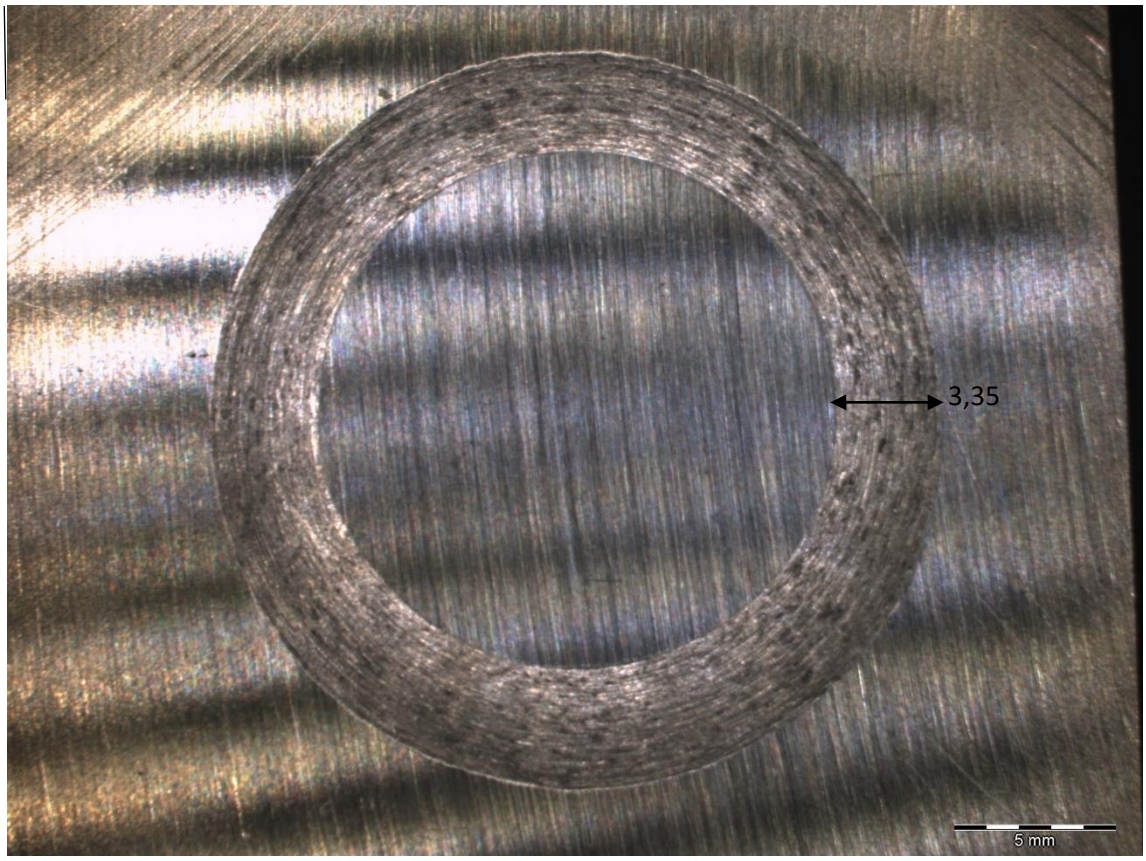
La Figura 84 recoge las imágenes adquiridas con la lupa estereoscópica y también los perfiles adquiridos con el perfilómetro para cada huella de desgaste. Nótese que en los perfiles de la huella de desgaste la escala del eje Y está en micrómetros y la del eje X en milímetros.

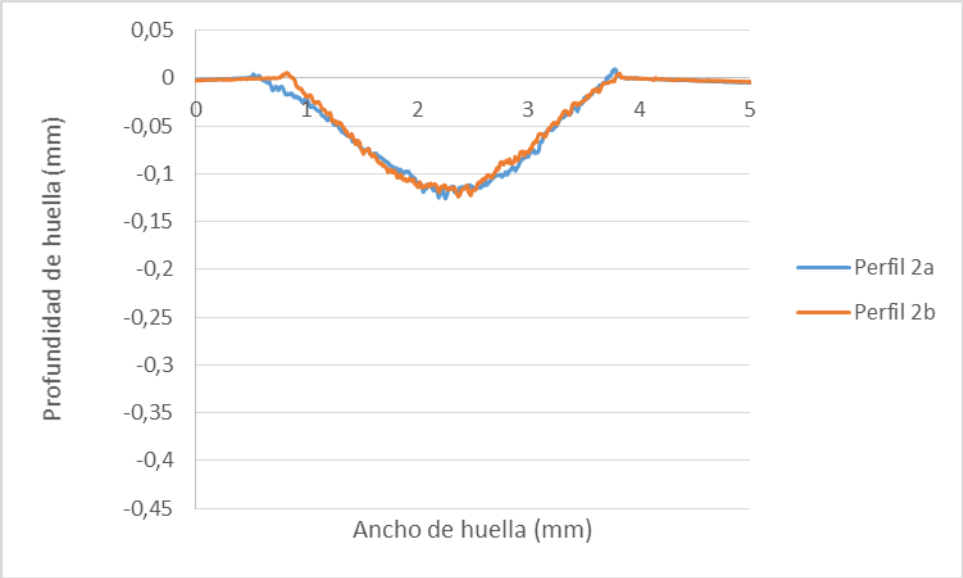
A continuación, en la tabla 31 se recogen los datos del ancho del perfil de la huella de desgaste por ambos procedimientos así como los resultados de pérdida de peso calculados a partir de los mismos.


R ext: 11,22
R int: 8,43
2,79
5 mm

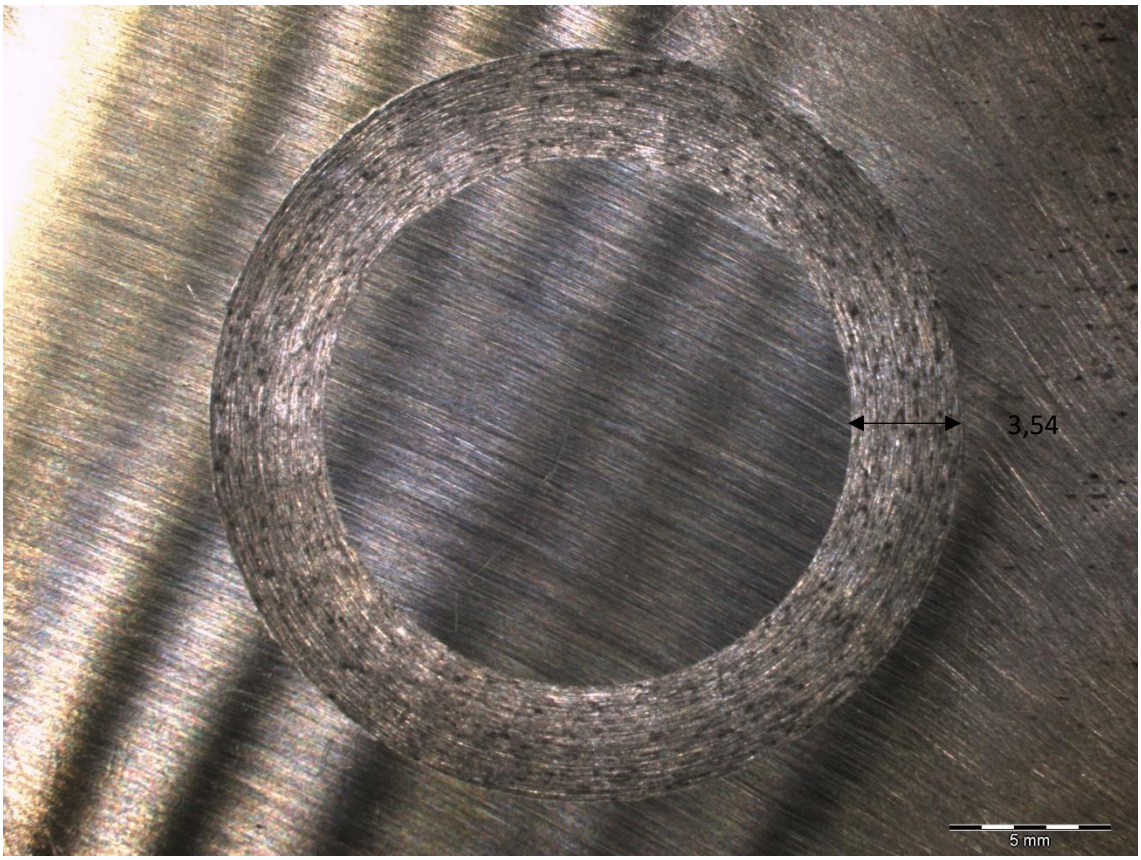

0,05
0
-0,05
-0,1
-0,15
-0,2
-0,25
-0,3
-0,35
-0,4
-0,45
0,00
1,00
2,00
3,00
4,00
5,00
Profundidad de la huella (mm)
Ancho de la huella (mm)
0,135
0,135
2,41
2,52
Perfil 1a
Perfil 1B

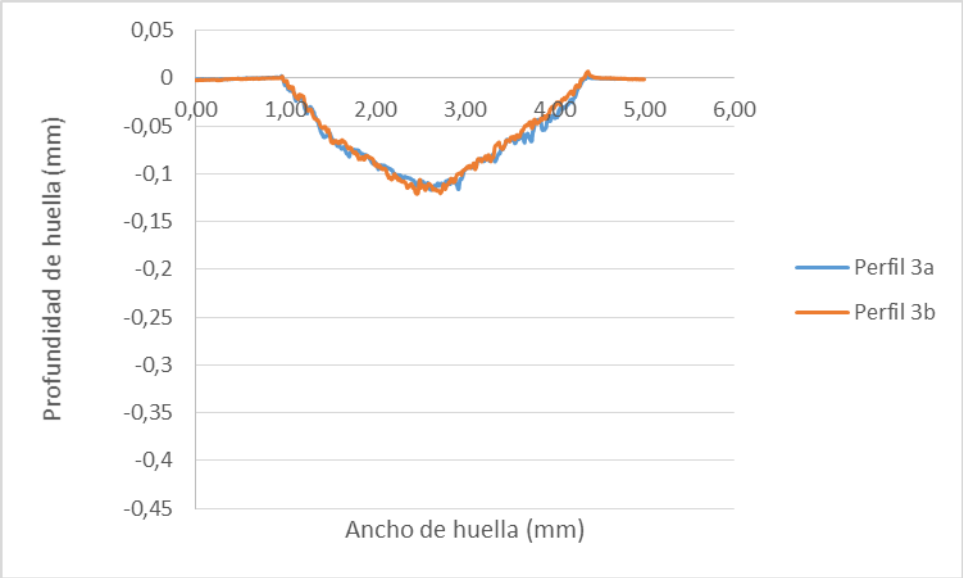
*PH17-4/1*


3,35
5 mm


0,05
0
-0,05
-0,1
-0,15
-0,2
-0,25
-0,3
-0,35
-0,4
-0,45
0
1
2
3
4
5
Profundidad de huella (mm)
Ancho de huella (mm)
Perfil 2a
Perfil 2b

*PH17-4/2*




*PH17-4/3*

Figura 84:. *Imágenes adquiridas con la lupa estereoscópica, magnificación inicial 5,25X (superior). Perfiles de la huella de desgaste (inferior).*

*Tabla 29. Resultados ancho huella de desgaste por ambos métodos para la calidad PH17-4 y cálculos a partir de los mismos*

| | Lupa | | | Perfilómetro | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **Ancho huella (mm)** | **Volumen huella ($mm^3$)** | **Pérdida de peso calculado (g)** | **Ancho huella (mm)** | **Volumen huella ($mm^3$)** | **Profundidad huella (mm)** | **Pérdida de peso calculado (g)** |
| **PH17-4/1** | 2,79 | 19,054 | 0,150 | 2,46 | 26,110 | 0,135 | 0,205 |
| **PH17-4/2** | 3,35 | 32,808 | 0,258 | 3,11 | 52,576 | 0,125 | 0,413 |
| **PH17-4/3** | 3,54 | 38,713 | 0,304 | 3,39 | 67,695 | 0,119 | 0,531 |

Tal y como se resume en la tabla siguiente, la pérdida de peso calculada a partir del ancho de la huella de desgaste por cualquiera de los dos métodos indirectos es muy superior a la determinada por pérdida de peso (aproximadamente el doble).

*Tabla 30: Pérdida en peso (g) medida mediante balanza de precisión y calculada según ASTM G99 tras el ensayo de desgaste de la calidad PH17-4 realizado en equipo tipo Pin-On-Disc*

| | Método directo | Método volumétrico según ASTM G99 | |
|---|---|---|---|
| Ensayo | Balanza de precisión | Ancho de huella medida mediante lupa estereoscópica | Ancho de huella medida mediante perfilómetro |
| **PH17-4/1** | 0,0837 | 0,150 | 0,205 |
| **PH17-4/2** | 0,1099 | 0,258 | 0,413 |
| **PH17-4/3** | 0,1061 | 0,304 | 0,531 |

Si prestamos atención a los perfiles de las huellas de desgaste se observa que la profundidad de la huella es muy inferior al ancho de la misma. Esto parece indicar que el camino recorrido por la bola pudo desviarse levemente, ensanchando de este modo lo huella.

Por último, la Figura 85 muestra los gráficos registrados a lo largo de los ensayos de desgaste para el coeficiente de fricción. Tal y como se puede observar en las gráficas los ensayos son reproducibles, mostrando valores similares y la misma evolución del coeficiente de fricción en las tres réplicas realizadas.

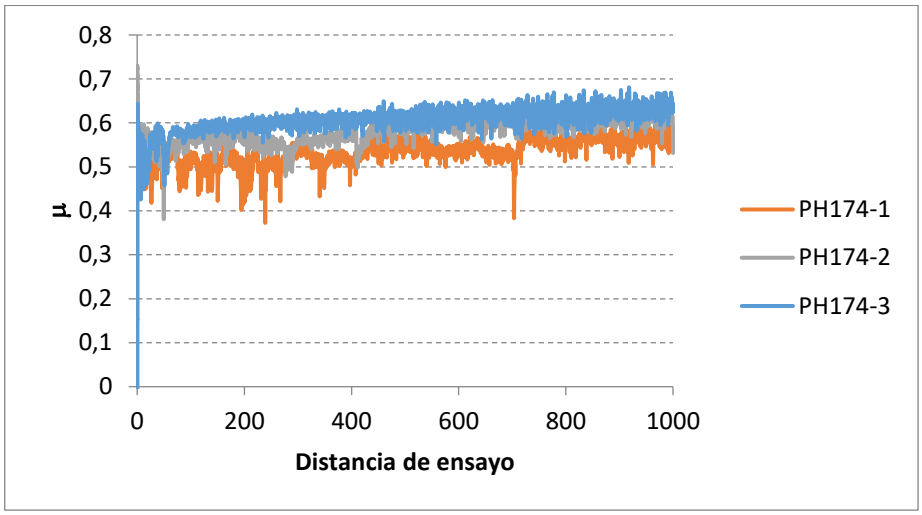



*Figura 85:* Evolución del coeficiente de fricción a lo largo de los ensayos.

Al igual que en el caso de la calidad comercial anterior, se ha realizado una caracterización del comportamiento a fatiga de acuerdo a la norma ISO 1099 para Materiales metálicos. El procedimiento es el descrito en el apartado anterior para el acero AISI 316L, en este caso aplicado sobre la segunda calidad comercial seleccionada, el acero inoxidable martensítico PH17-4.

De igual modo, se representan en la siguiente tabla los niveles de tensión seleccionados en función del límite elástico obtenido para este material, 765 MPa.

*Tabla 31. Calidad SS PH17-4. Valores aplicados al ensayo de fatiga.*

| Porcentaje respecto a límite elástico (% $Ys_{0.2\%}$) | σ (Mpa) | Δσ (Mpa) | Número de ciclos |
|---|---|---|---|
| 40 | 306 | 612 | 13592 |
| 20 | 153 | 306 | 431466 |
| 40 | 306 | 612 | 15733 |
| 20 | 153 | 306 | 712930 |
| 10 | 76.5 | 153 | 1000000 |
| 10 | 76.5 | 153 | 1000000 |

Los resultados obtenidos nos permiten dibujar una curva de fatiga tipo S-N. En este caso haremos la comparativa entre ambas calidades comerciales impresas mediante LB-PBF. El objetivo es conocer el comportamiento de estos materiales producidos por tecnologías aditivas y de este modo en función de la aplicación objetivo poder seleccionar el más adecuado en cada situación.

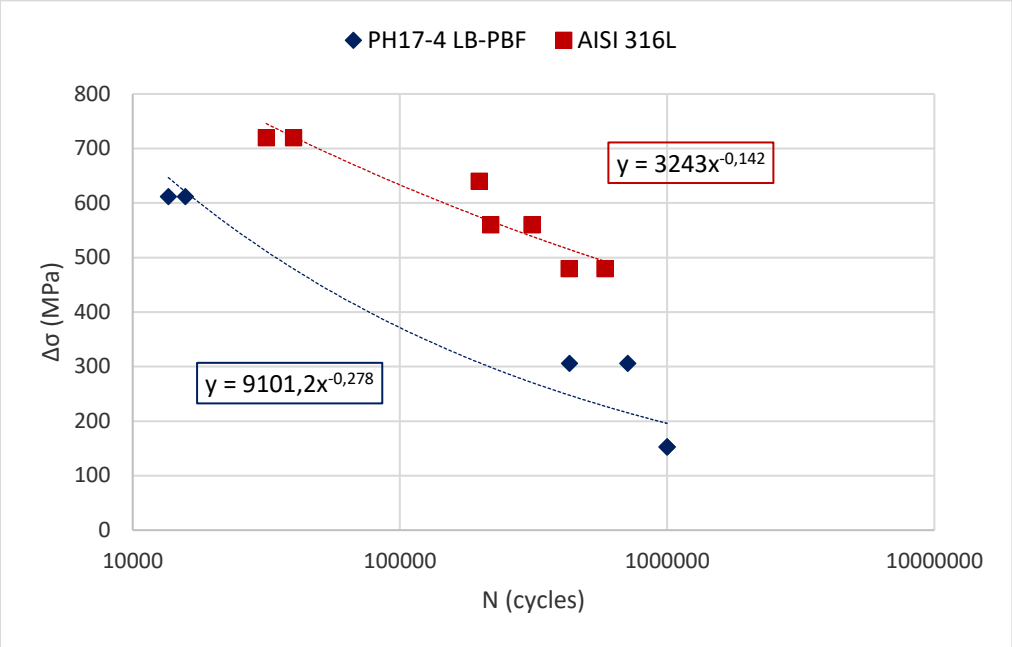



*Figura 86: Comparativa de la curva de fatiga obtenida para el acero AISI 316l y el SS PH17-4.*

En el caso del acero inoxidable SS PH17-4, a pesar de su mayor resistencia mecánica, el comportamiento a fatiga es notablemente más pobre que el del acero inoxidable AISI 316L. En el comportamiento a fatiga influyen diferentes aspectos, la resistencia del material es uno de ellos, pero la capacidad de evitar una nucleación y un crecimiento rápido de grieta es determinante. En este sentido el AISI 316L producido por tecnología LB-PBF se comporta de forma más favorable. La presencia de pequeños defectos internos también favorece la propagación de una grieta y reduce por tanto la resistencia a fatiga del material. Los procesos de fabricación aditiva son más proclives a producir estos pequeños defectos internos y en casos en los que el componente vaya a estar sometido a ciclos de carga durante su servicio, se deberá realizar un estudio preventivo en este aspecto.

#### 3.6.2.2 AISI 316L

##### a) Propiedades básicas

La **dureza del material** industrial AISI 316L tras el proceso de impresión, en estado *as-built* (sin tratamiento térmico posterior) y fabricado en un equipo EOS modelo M270 se ha medido de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 6507 “Ensayo de dureza Vickers”. El resultado medio obtenido es de 202 HV10.

Se ha realizado un **ensayo de tracción** sobre tres probetas cuya geometría se ajusta a lo establecido por la norma UNE-EN ISO 6892 “Ensayo de tracción” Método de ensayo a temperatura ambiente para materiales metálicos. Se han mecanizado probetas proporcionales con una longitud inicial (Lo) de 20mm. Las probetas han sido impresas con su longitud principal paralela a la base de fabricación. Se ha escogido esta orientación para asegurar la comparación de resultados a lo largo del análisis de los diferentes materiales. La cantidad de polvo, en el caso de las aleaciones experimentales, es

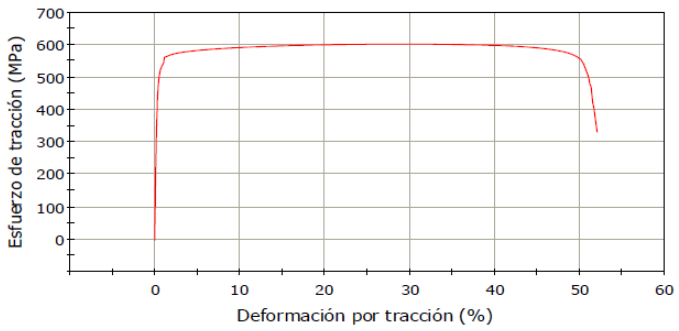
limitada, y no permite hacer la fabricación de las probetas con su longitud paralela al eje “z”, es decir, paralela a la dirección de fabricación (orientación más crítica). En este caso, ha sido necesario elegir dicha orientación de tal forma que se pudiese optimizar la cantidad de polvo necesario.

A continuación se muestran los resultados del ensayo.

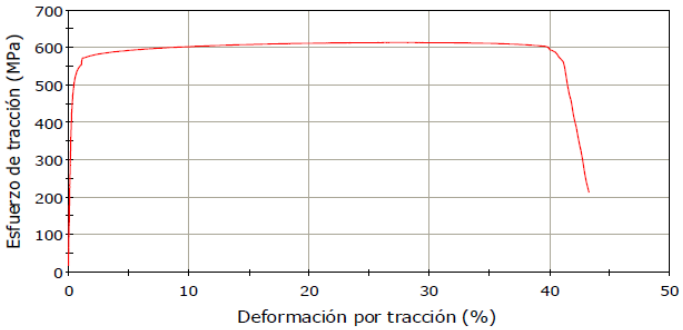
*Tabla 32. Calidad AISI 316L. Valores obtenidos tras el ensayo de tracción.*

| AISI 316L | Límite elástico (MPa) | Carga de rotura (MPa) | Alargamiento (%) |
|---|---|---|---|
| Probeta 1 | 509 | 606 | 54 |
| Probeta 2 | 505 | 611 | 58 |
| Probeta 3 | 505 | 603 | 54 |

Probeta 1




Probeta 2



Probeta 3

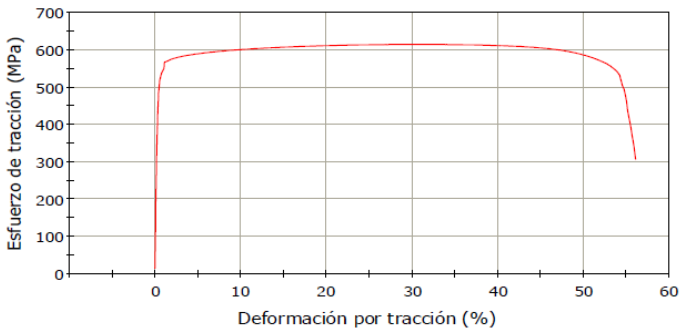
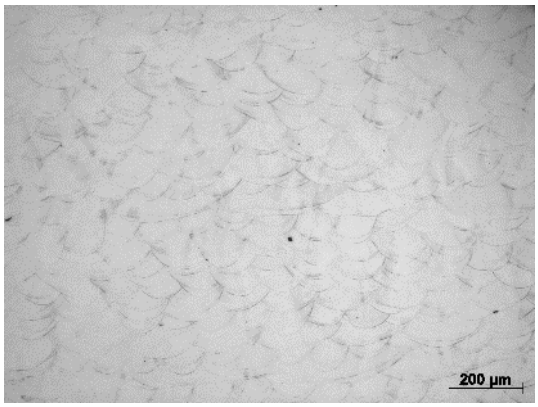


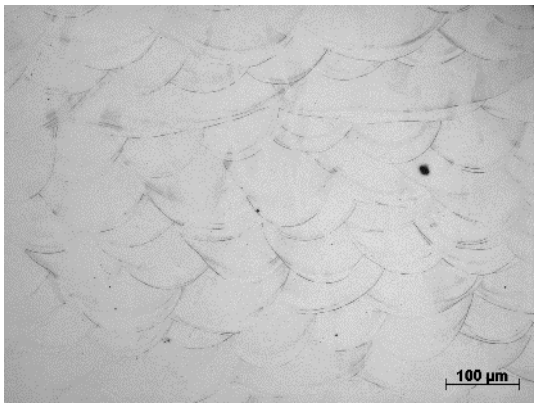

*Figura 87: Curvas del ensayo de tracción. AISI 316L.*

Los resultados obtenidos entran dentro del rango de valores especificados por el fabricante de la máquina de impresión para este material (Límite elástico 470±90 MPa, carga de rotura 540±55 MPa, alargamiento 50±20 %). En el caso de la carga de rotura, las tres probetas ensayadas superan por un pequeño margen el rango indicado por el fabricante.

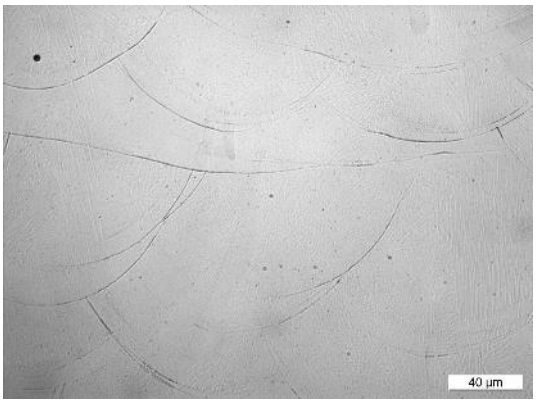
Para el **análisis de la microestructura** se ha seleccionado y cortado una sección paralela a la dirección de fabricación (z). Esta sección se ha embutido y posteriormente se ha pulido hasta obtener una superficie especular. Por último la muestra ha sido atacada para revelar su microestructura. Esta se ha observado posteriormente mediante el microscopio óptico.




*x100 Magnificación original.*




*x200 Magnificación original.*




*x500 Magnificación original.*

*Figura 88: Micrografías de la muestra AISI 316L a diferentes aumentos. Estado As-built.*

Se aprecia de manera clara las diferentes pasadas realizadas por el láser. En la micrografía a x200 y x500 aumentos puede observarse como los granos austeníticos crecen de manera columnar a través de varias capas (crecimiento epitaxial). Las direcciones de crecimiento de estos son paralelas o casi paralelas a la dirección de fabricación (z). En el interior de estos granos se distinguen subestructuras de muy fino tamaño generadas durante los rápidos enfriamientos inherentes al proceso de fabricación.

**b) <u>Propiedades en uso</u>**

Una de las propiedades mecánicas más importantes a evaluar en un material sometido a esfuerzos mecánicos es la **tenacidad** al impacto. Esta medida nos indica la cantidad de energía que absorbe un material cuando se rompe bajo la acción de un impacto. El ensayo más extendido a la hora de evaluar este valor es el ensayo de impacto Charpy. El ensayo se ha realizado a temperatura ambiente y de acuerdo a la norma ISO 148 Materiales metálicos. "Ensayo de flexión por choque con péndulo Charpy". Se ha escogido el tamaño estándar de probeta de 10x10x55mm con una entalla en V de 2mm de profundidad.

El valor medio de tres ensayos es de 132 Julios. Este valor supera ligeramente lo especificado por el fabricante del equipo de impresión para esta calidad en estado As-built, 120 Julios.

Con el objetivo de completar la caracterización, en cuanto a propiedades en uso, se ha realizado un estudio de desgaste del acero comercial AISI 316L producido mediante la tecnología de fabricación aditiva LB-PBF. La resistencia al desgaste es una de las propiedades que fueron consideradas críticas para esta calidad en la tarea 1.1, especialmente cuando pensamos en moldes de inyección para plástico reforzado con fibras y fabricados con este material. El intenso trabajo que realizan estos moldes, junto con las estrechas tolerancias exige una elevada resistencia al desgaste de los materiales utilizados, con el objetivo de alargar la vida del mismo. La intención ha sido comparar el comportamiento frente al desgaste entre las dos calidades comerciales analizadas.

Los ensayos de desgaste se han llevado a cabo en un tribómetro de tipo "pin on disc" modelo MT2/60/NI/HT de la casa comercial Microtest. Este equipo consta de un disco, sobre el cual se

colocan las muestras objeto de estudio, que gira con una velocidad de hasta 600 rpm. Sobre dicho disco se coloca un pin, en este caso una bola de alúmina, sobre la cual se ejerce una fuerza normal conocida. El esquema se muestra en la figura 89.

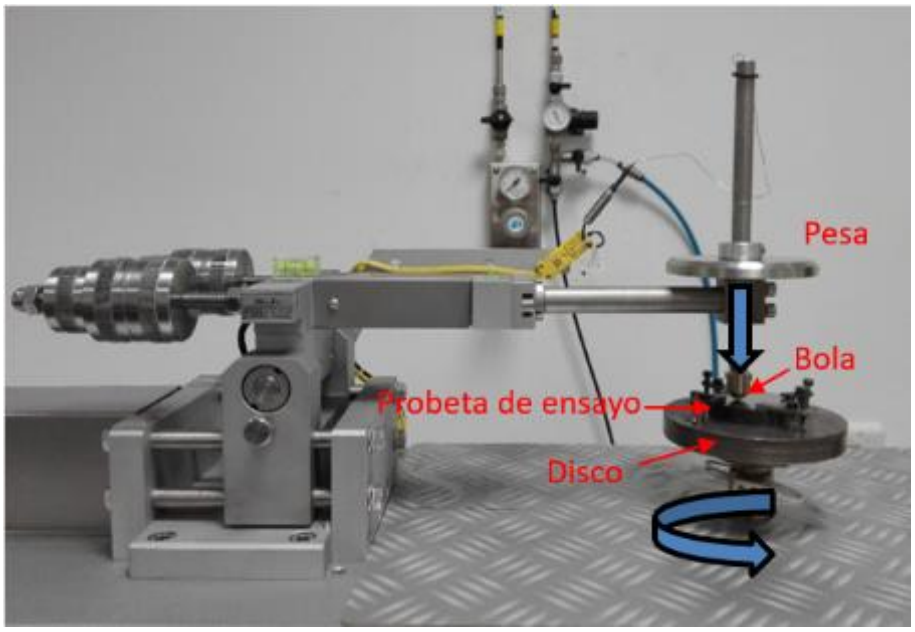



*Figura 89: Configuración de ensayo "pin on disc".*

El equipo permite la determinación del coeficiente de fricción entre los dos materiales objeto de estudio durante el ensayo.

Los ensayos de desgaste se han realizado utilizando una bola de alúmina de 6 mm de diámetro, empleando una fuerza normal de 50 N y una distancia de ensayo de 1000 m. El radio de la trayectoria de desgaste es de 10 mm y la velocidad de giro de la muestra es de 124 rpm.

La superficie de las muestras ensayadas fue desbastada (acabado superficial correspondiente a un desbaste con papel con suspensión de carburo de silicio de tamaño 120). Se han realizado 3 réplicas del ensayo.

Se ha evaluado el comportamiento frente al desgaste de los materiales mediante la determinación de la pérdida de peso al término del ensayo. Las probetas se limpian al inicio y término del ensayo con acetona en un baño de ultrasonidos y se secan en una estufa a 100ºC. La determinación de la pérdida de peso se realiza por diferencia de pesada utilizando una balanza analítica de 0,0001 g de precisión.

Una vez determinada la pérdida de peso se ha calculado la tasa de desgaste mediante la Ecuación siguiente:

$$K = \frac{\Delta P}{d \cdot F}$$

*Ecuación 3*

Donde:

K: Tasa de desgaste ($g \cdot m^{-1} \cdot N^{-1}$)

ΔP: Diferencia de peso al término del ensayo (P inicial – P final) (g)

d: distancia de ensayo (m)

F: Fuerza normal aplicada durante el ensayo (N)

En la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se muestra el registro de la pérdida de p eso, así como la tasa de desgaste calculada según la Ecuación 3.

*Tabla 33. Registros de la pérdida de peso al término del ensayo y tasa de desgaste calculada.*

| Ensayo | Pinicial (g) | Pfinal (g) | ΔP (g) | K ($g \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|
| AISI 316L-1 | 31,5430 | 31,4090 | 0,1340 | $2,68E^{-06}$ |
| AISI 316L-2 | 31,4090 | 31,2779 | 0,1311 | $2,62E^{-06}$ |
| **Promedio** | **----** | **----** | **0,1326 ± 0,0021** | **$2,65E^{-06}$ ± $4,1012E^{-08}$** |

Asimismo, se ha intentado determinar el volumen de la huella de desgaste (volumen de material perdido durante el ensayo) siguiendo las indicaciones de la norma ASTM G99. El valor promedio del ancho de la huella se utiliza para la determinación del volumen de la huella de desgate, que se calcula mediante la Ecuación siguiente.

$$V_L = \frac{\pi(R_T)(W_T)^3}{6(R_B)}$$

*Ecuación 4*

Donde:

$V_L$ = Volumen de la huella de desgaste o de material perdido ($mm^3$)

$R_T$ = Radio de la trayectoria de desgaste = 10 mm

$R_B$ = Radio de la bola = 3 mm

$W_T$ = Ancho de la huella de desgaste (mm)

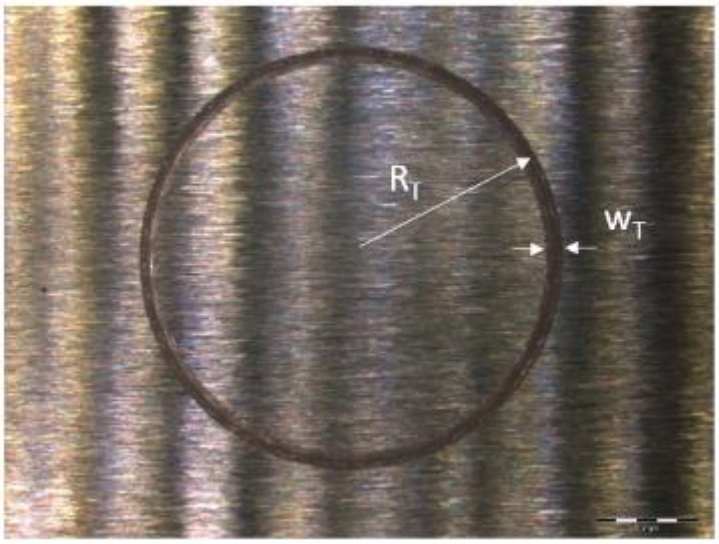


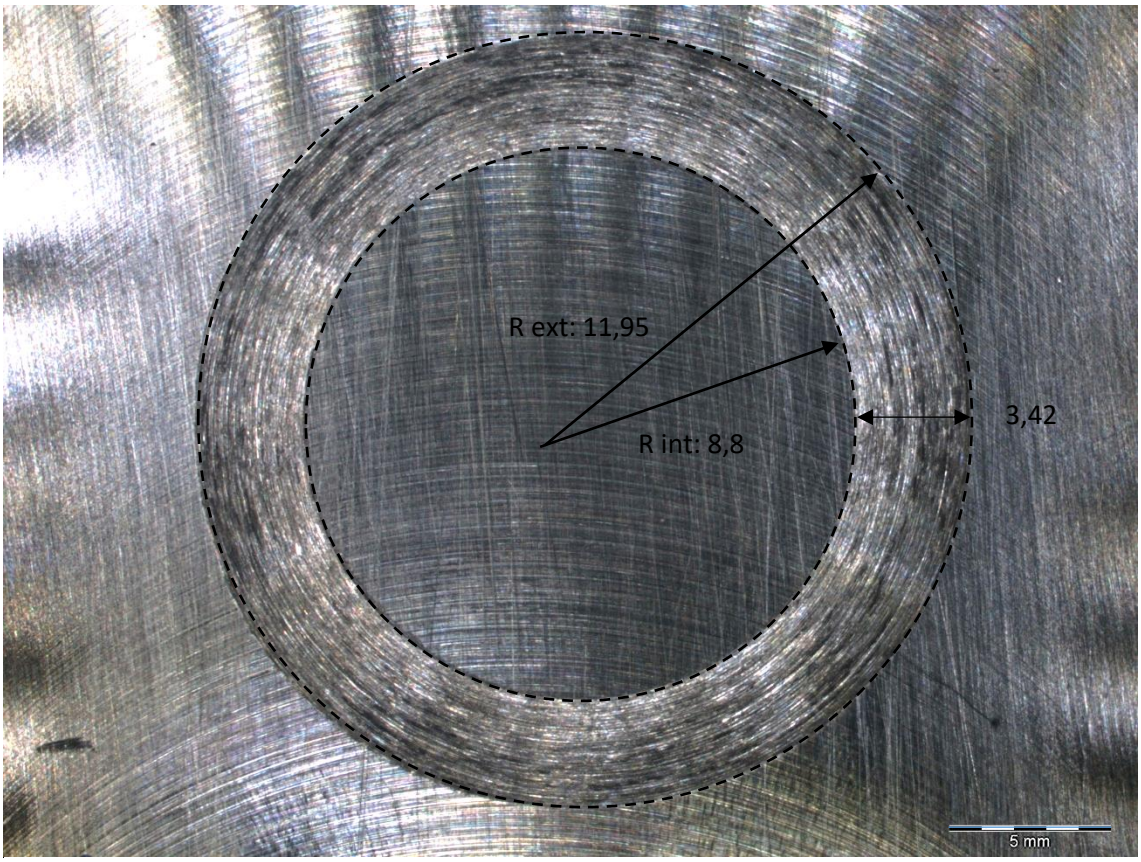

*Figura 90: Huella de desgaste y parámetros utilizados para su caracterización.*

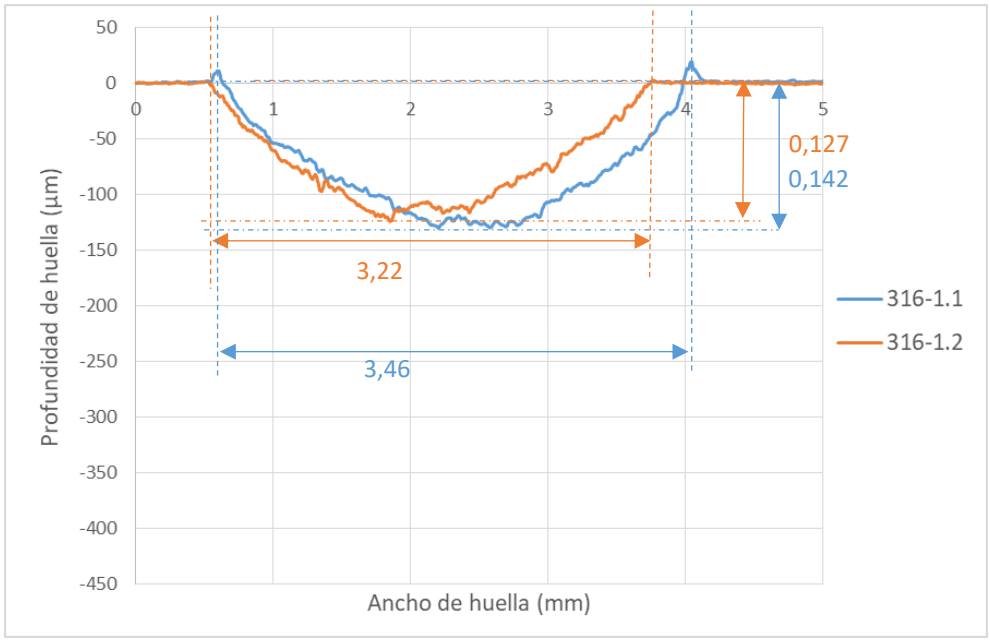
Para la determinación del ancho de la huella de desgaste se han utilizado varios procedimientos. Por un lado, se ha determinado el ancho de la huella adquiriendo una imagen de toda ella con una lupa estereoscópica. Sobre la imagen adquirida y con un software de análisis se han trazado dos circunferencias coincidiendo con el borde exterior y el interior de la huella de desgaste y se ha medido el radio de ambas circunferencias. El ancho de la huella se determina por diferencia entre los radios de las dos circunferencias.

Por otro lado, para determinar la geometría de la huella de desgaste de los ensayos del material SS PH17-4 se había utilizado un perfilómetro. Mientras que para la geometría del material AISI 316L se ha utilizado un microscopio confocal. De cada huella de desgaste se han realizado dos medidas y se ha determinado el ancho y la profundidad de cada una de ellas.

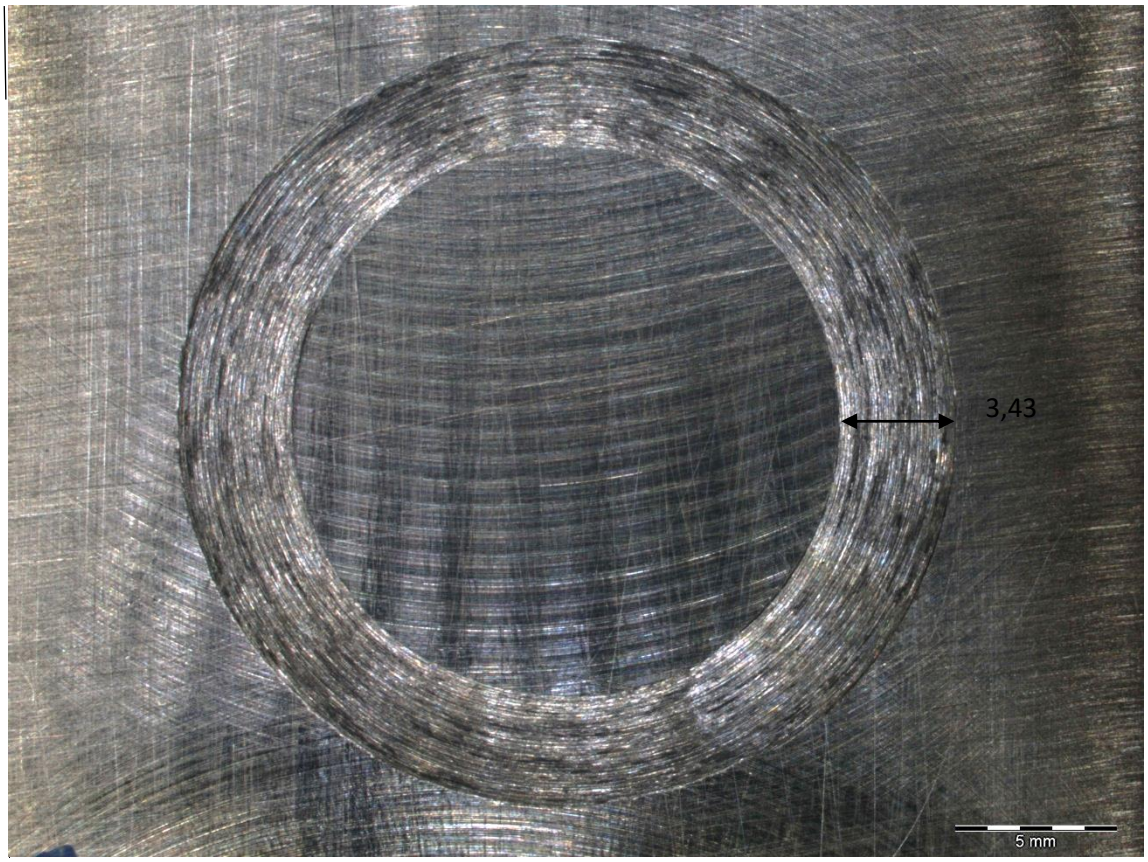
A partir del volumen de la huella de desgaste y teniendo en cuenta la densidad del acero se podría obtener una medida indirecta de la pérdida de peso.

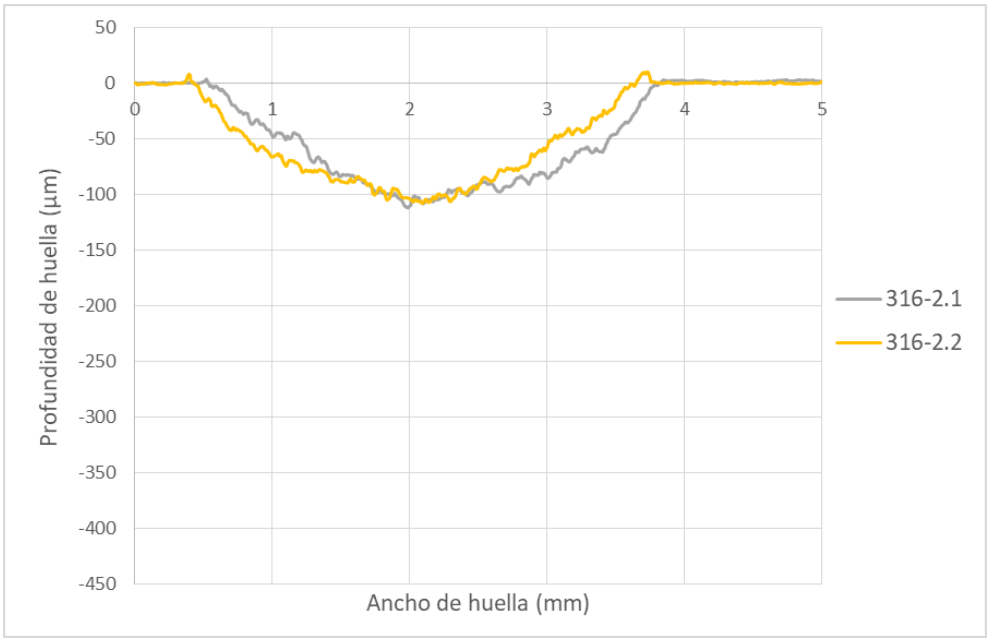
La **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** recoge las imágenes adquiridas con la lupa estereoscópica y también los perfiles adquiridos con el microscopio confocal para cada huella de desgaste. Nótese que en los perfiles de la huella de desgaste la escala del eje Y está en micrómetros y la del eje X en milímetros.


R ext: 11,95
R int: 8,8
3,42
5 mm


50
0
-50
-100
-150
-200
-250
-300
-350
-400
-450
0
1
2
3
4
5
Profundidad de huella (µm)
Ancho de huella (mm)
0,127
0,142
3,22
3,46
316-1.1
316-1.2

*AISI 316L-1*




*AISI 316L-2*

*Figura 91 Imágenes adquiridas con la lupa estereoscópica, magnificación inicial 5,25X (superior). Perfiles de la huella de desgaste (inferior).*

A continuación, en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se recogen los datos d el ancho del perfil de la huella de desgaste por ambos procedimientos así como los resultados de pérdida de peso calculados a partir de los mismos.

*Tabla 34. Resultados ancho huella de desgaste por ambos métodos para la calidad AISI 316L y cálculos a partir de los mismos*

| | Lupa | | | Confocal | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **Ancho huella (mm)** | **Volumen huella ($mm^3$)** | **Pérdida de peso calculado (g)** | **Ancho huella (mm)** | **Volumen huella ($mm^3$)** | **Profundidad huella (mm)** | **Pérdida de peso calculado (g)** |
| AISI 316L-1 | 3,42 | 34,755 | 0,273 | 3,34 | 65,030 | 0,135 | 0,520 |
| AISI 316L-2 | 3,43 | 35,215 | 0,276 | 3,35 | 65,323 | 0,116 | 0,523 |

En la tabla siguiente se compara la pérdida de peso de ambas calidades de material, SS PH17-4 y AISI 316L. La pérdida de peso se ha obtenido, por un lado mediante el método directo en la balanza de precisión, y por otro, mediante el método volumétrico calculado a partir del ancho de la huella de desgaste por cualquiera de los dos métodos indirectos. Se observa que la pérdida que se mide mediante el método indirecto, a partir del ancho de huella medida mediante un perfilómetro y de los radios de la huella medidos mediante el empleo de la lupa estereoscópica, es aproximadamente el doble que la que se mide mediante el uso de la balanza de precisión. Cuando la medición se lleva a cabo indirectamente mediante microscopía confocal, la pérdida de peso calculada resulta ser incluso superior. Esto pone de manifiesto que parte del volumen medido de forma indirecta no tiene en cuenta lo fenómenos de deformación plástica que no incurren directamente en la pérdida en peso. Estos resultados demuestran la necesidad de llevar a cabo un análisis de la adecuación de cada método y en función del cada material ensayado.

*Tabla 35. Comparativa de pérdida en peso (g) medida mediante balanza de precisión y calculada según ASTM G99 tras el ensayo de desgaste de ambas calidades SS PH17-4 y AISI 316L realizado en equipo tipo Pin-On-Disc*

| | **Método directo** | **Método volumétrico (indirecto) según ASTM G99** | |
|---|---|---|---|
| **Ensayo** | **Balanza de precisión** | **Ancho de huella medida mediante lupa estereoscópica** | **Ancho de huella medida mediante perfilómetro/confocal** |
| SS PH17-4/1 | 0,0837 | 0,150 | 0,205 |
| SS PH17-4/2 | 0,1099 | 0,258 | 0,413 |
| SS PH17-4/3 | 0,1061 | 0,304 | 0,531 |
| **Media SS PH17-4** | **0,0999** | **0,237** | **0,383** |
| AISI 316L-1 | 0,1340 | 0,278 | 0,520 |
| AISI 316L-2 | 0,1311 | 0,282 | 0,523 |
| **Media AISI 316L** | **0,1326** | **0,280** | **0,521** |

Atendiendo a los valores medios, obtenidos tras las distintas réplicas de cada ensayo de desgaste, se observa que; para cualquiera de los métodos utilizados en el cálculo de la pérdida de peso se obtiene una mayor pérdida tras el ensayo con el material AISI 316L que con el SS PH17-4. Este resultado concuerda con los valores de dureza obtenidos para ambos materiales, siendo superior el del SS PH17-4.

Por último, la Figura 92 muestra los gráficos registrados a lo largo de los ensayos de desgaste para el coeficiente de fricción. Tal y como se puede observar en las gráficas los ensayos son reproducibles, mostrando valores similares y la misma evolución del coeficiente de fricción en las tres réplicas realizadas.

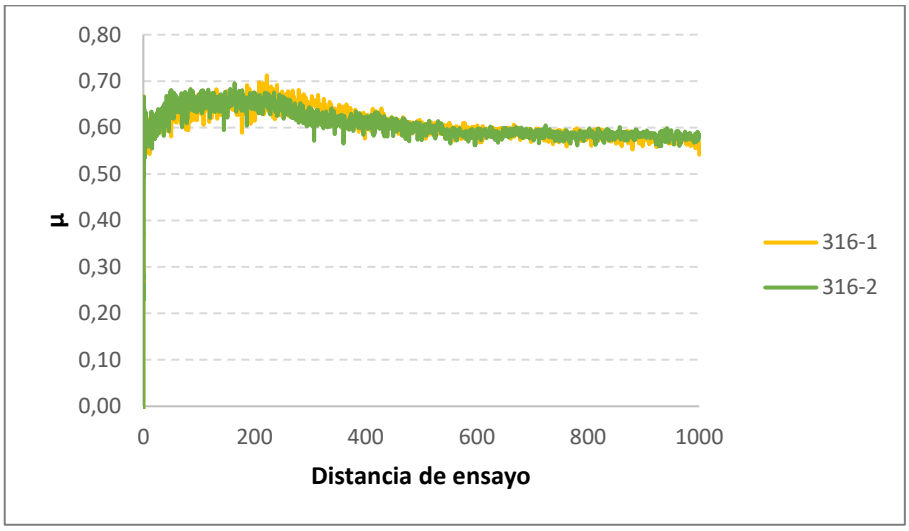
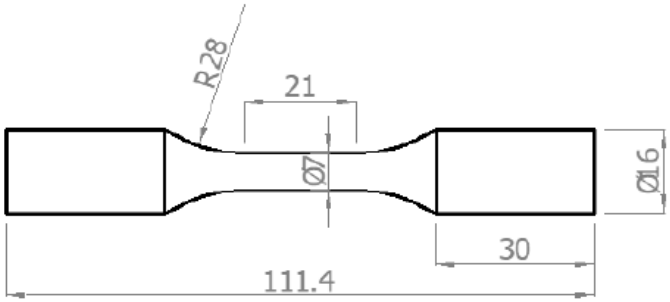


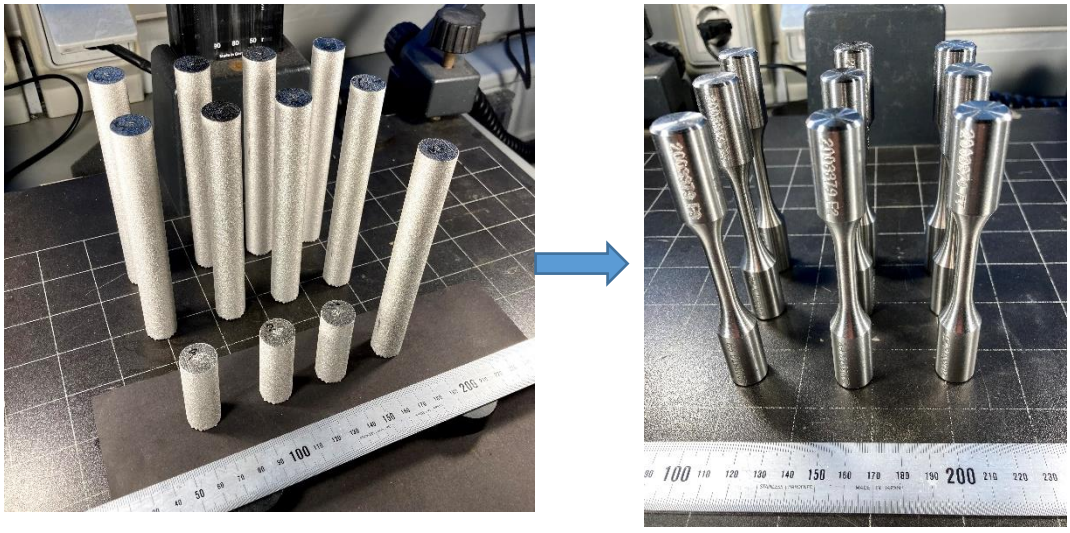

*Figura 92:* Evolución del coeficiente de fricción a lo largo de los ensayos.

La última de las propiedades en uso estudiadas para el acero AISI 316L ha sido su comportamiento a fatiga. Para analizar esta propiedad ha sido necesario mecanizar una serie de probetas cilíndricas según las indicaciones de la norma ISO 1099 - *Metallic Materials Fatigue testing*. La norma para este tipo de ensayos exige un determinado acabado superficial en la zona calibrada central que no es posible alcanzar mediante la impresión. Por esta razón, se han mecanizado los 9 cilindros que se habían fabricado mediante tecnología LB-PBF, de 18 mm de diámetro y 140 mm de longitud hasta alcanzar las dimensiones y geometría especificadas en la norma.

Para realizar estos ensayos, se ha utilizado una maquina universal de ensayos hidráulica marca INSTRON, modelo 8501, con la que cuenta fundación IDONIAL en su laboratorio de ensayos.




*(a)*



*(b)* *(c)*

*Figura 93: (a) Esquema de las dimensiones de las probetas indicadas en la norma ISO 1099. (b) Preformas impresas mediante tecnología LB-PBF en acero AISI 316L. (c) Probetas mecanizadas y listas para ensyar.*

A la hora de establecer los niveles de carga para obtener una curva de fatiga que nos permita caracterizar el comportamiento de este material frente a esta propiedad, se han seleccionado una serie de valores en función del límite elástico obtenido previamente para esta calidad, 470 MPa. En la siguiente tabla se muestran los valores seleccionados, en porcentaje, respecto al límite elástico. Se incluye además la tensión equivalente al porcentaje indicado. Puesto que se trata de un ensayo tipo R=-1, en el que durante un ciclo completo se alcanza la tensión seleccionada a tracción (+) y posteriormente a compresión (-), en la tabla se presenta también la variación total de tensión (Δσ). En la última columna aparece el número de ciclos soportados antes del fallo.

*Tabla 36. Calidad AISI 316L. Valores aplicados al ensayo de fatiga.*

| Porcentaje respecto a límite elástico (% $Ys_{0.2\%}$) | σ (Mpa) | Δσ (Mpa) | Número de ciclos |
|---|---|---|---|
| 77 | 360 | 720 | 40018 |
| 77 | 360 | 720 | 31601 |
| 68 | 320 | 640 | 198003 |
| 60 | 280 | 560 | 218915 |
| 60 | 280 | 560 | 311987 |
| 51 | 240 | 480 | 584823 |
| 51 | 240 | 480 | 429388 |
| 43 | 200 | 400 | 1034742 |

Con los valores indicados, es posible representar la curva de fatiga del acero AISI 316L producido por tecnología LB-PBF y compararla, a su vez, con los valores de referencia para el acero AISI 316L producido por tecnologías convencionales.

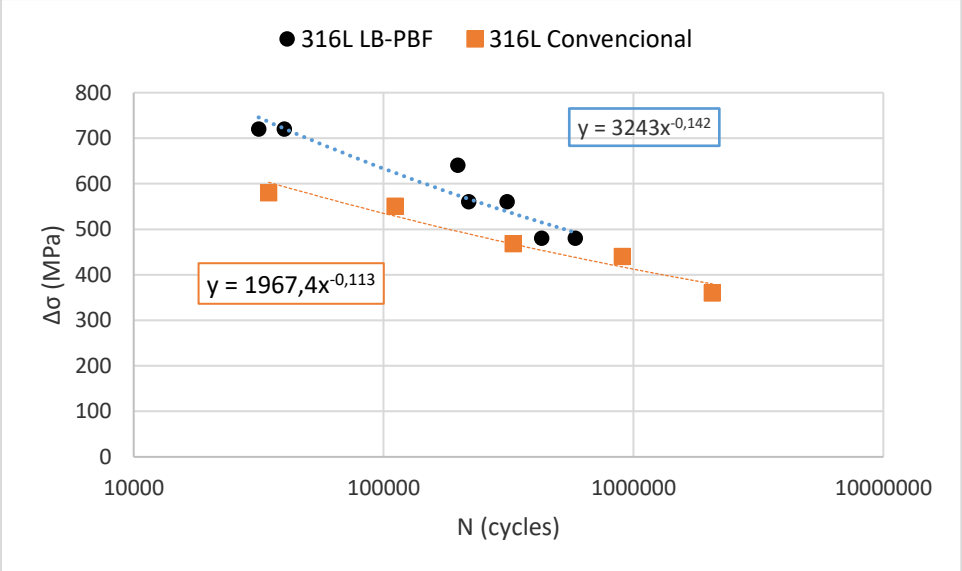



*Figura 94: Curva de fatiga obtenida para el acero AISI 316l impreso y curva correspondiente al acero producido por técnicas convencionales.*

Se observa un incremento en la vida a fatiga, especialmente en la zona de bajo número de ciclos. En esta zona, el acero producido por fabricación aditiva, con un límite elástico superior al su equivalente convencional, soporta mejor los ciclos de tensión compresión. A medida que se disminuye la tensión de ensayo y por tanto aumenta el número de ciclos que es capaz de soportar el material, la diferencia entre ambos se reduce. Esto podría deberse a que los defectos internos

del material comienzan a cobrar una mayor importancia en la resistencia a fatiga respecto al límite elástico, el cual ya se encuentra bastante alejado de la carga aplicada. La mayor presencia de defectos inherente a las tecnologías de fabricación aditiva, conducen a acercar ambas curvas de fatiga, que probablemente, con el suficiente número de ciclos pudieran llegar a cruzarse.

#### 3.6.2.3 AFPA

La calidad experimental AFPA fue impresa en un equipo EOS M270 bajo atmosfera protectora de nitrógeno y con los parámetros definidos en la tarea 4.1. Tras la impresión, y con las distintas probetas unidas a la placa se ha realizado el tratamiento térmico. Este tratamiento fue desarrollado para la calidad Asturfer® en formato de chapa gruesa, elaborada siguiendo las principales etapas del proceso siderúrgico. El tratamiento ha consistido en una austenización a 960ºC durante 90 min, con un posterior enfriamiento al aire, y un revenido a 750ºC durante 4 h y enfriamiento final también al aire.

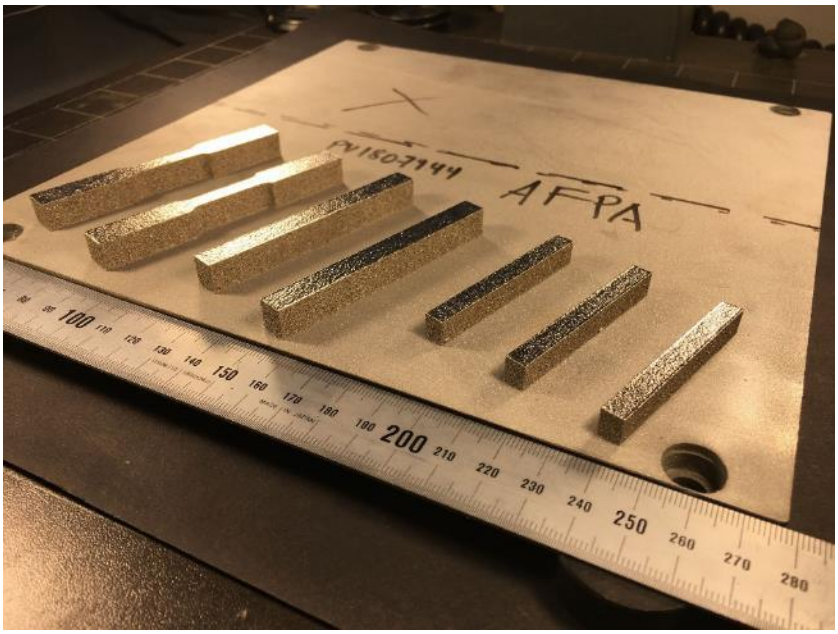



*Figura 95: Probetas sobre la placa de impresión en estado as-built. Material AFPA.*

#### a) Propiedades básicas

La **dureza del material** experimental AFPA se ha medido tras el proceso de impresión, en estado *as-built* y tras el tratamiento térmico de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 6507 “Ensayo de dureza Vickers”. El resultado medio obtenido es de 420 HV30 para la calidad en estado *as-built* y 245 HV30 para el material tras el tratamiento térmico.

Se ha realizado un **ensayo de tracción** sobre dos probetas cuya geometría se ajusta a lo establecido por la norma UNE-EN ISO 6892 “Ensayo de tracción” Método de ensayo a temperatura ambiente

para materiales metálicos. Un plano de las probetas proporcionales utilizadas se muestra en la imagen siguiente.

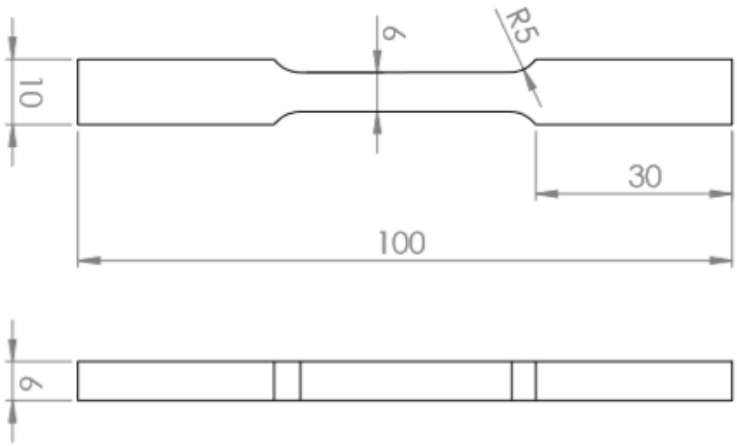



*Figura 96: Plano de la probeta plana prismática utilizada.*

Las probetas utilizadas tienen una longitud inicial (Lo) 20mm y superficie mecanizada. Las probetas han sido impresas en dirección cuya longitud principal es paralela a la base de fabricación. Esta orientación optimiza la cantidad de polvo necesario.

A continuación, se muestran los resultados del ensayo.

*Tabla 37. Resultados ensayo de tracción. Calidad AISI 316L.*

| AFPA | Límite elástico (MPa) | Carga de rotura (MPa) | Alargamiento (%) |
|---|---|---|---|
| Valores de referencia (calidad convencional) | 514 | 665 | 21 |
| Probeta 1 | 549 | 706 | 30 |
| Probeta 2 | 570 | 716 | 31 |

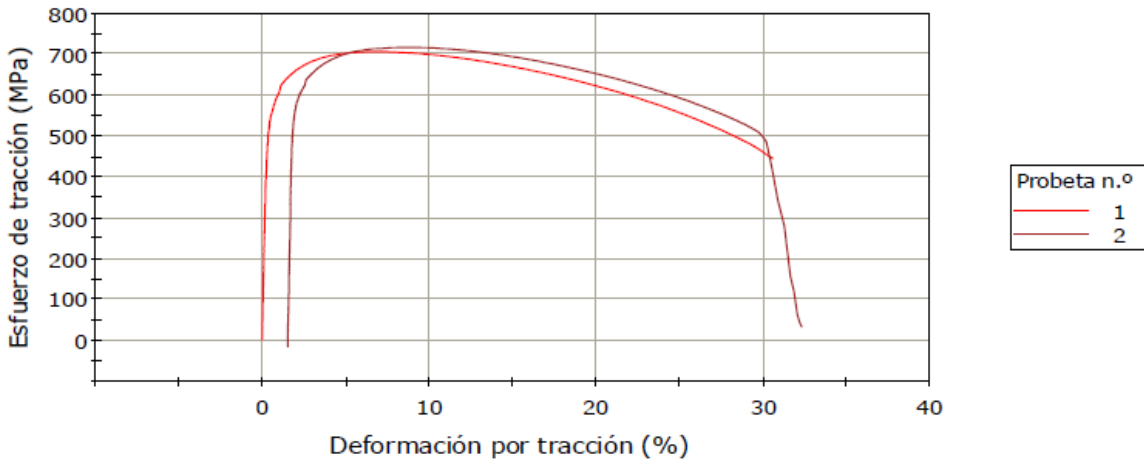


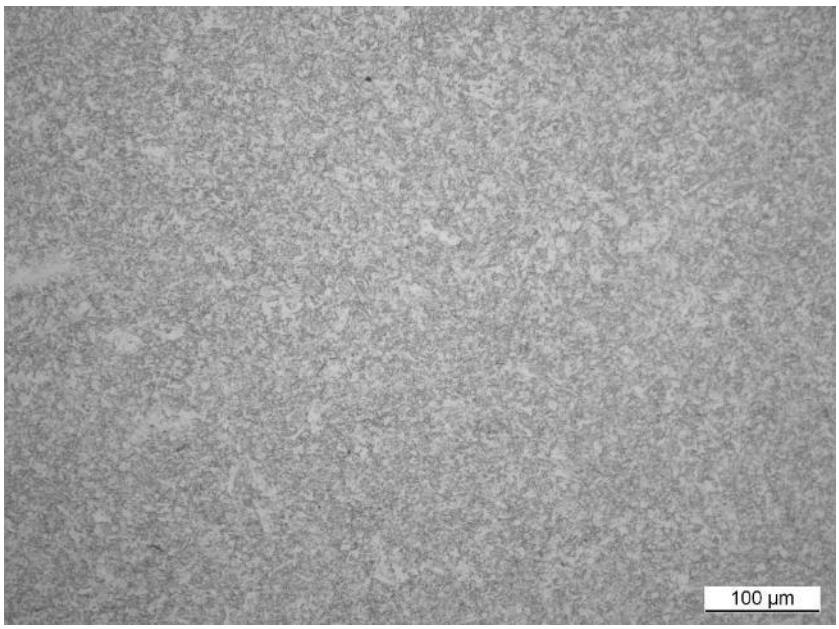

*Figura 97: Curvas del ensayo de tracción. AFPA.*

Si comparamos los resultados obtenidos con los valores de referencia para la calidad convencional, observamos un incremento tanto en el límite elástico y la carga de rotura como en el alargamiento. En este último caso el incremento ha sido de hasta un 11%. Las razones de esta mejora en las propiedades se comentarán en la descripción de la microestructura.

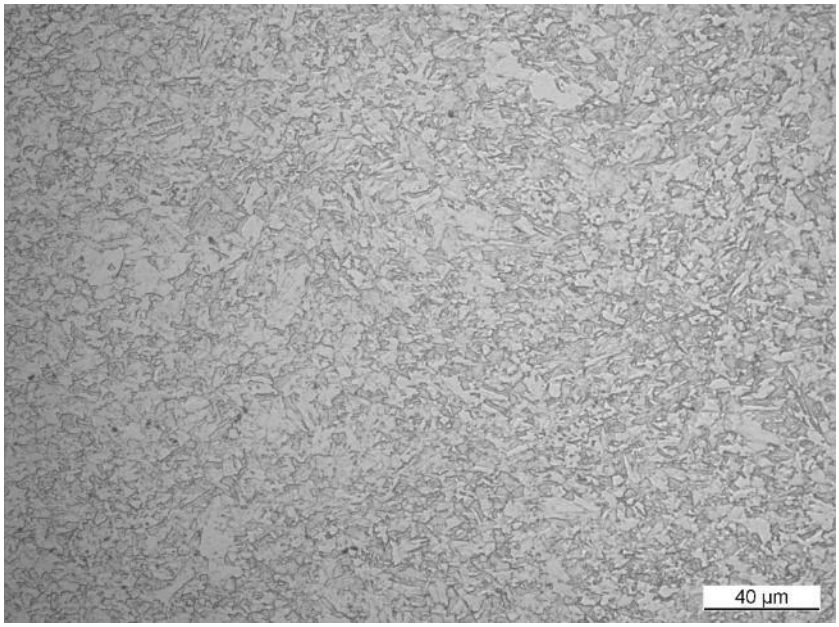
Para el **análisis de la microestructura** se ha empleado el procedimiento de preparación metalográfica descrito en el punto 3.3.2.1. En este caso, en la etapa de ataque, se ha empleado el reactivo Vilella (5 ml HCl + 1g ácido pícrico + 100 ml de etano) para revelar la microestructura. A continuación se ha procedido a observar la muestra mediante microscopía óptica.



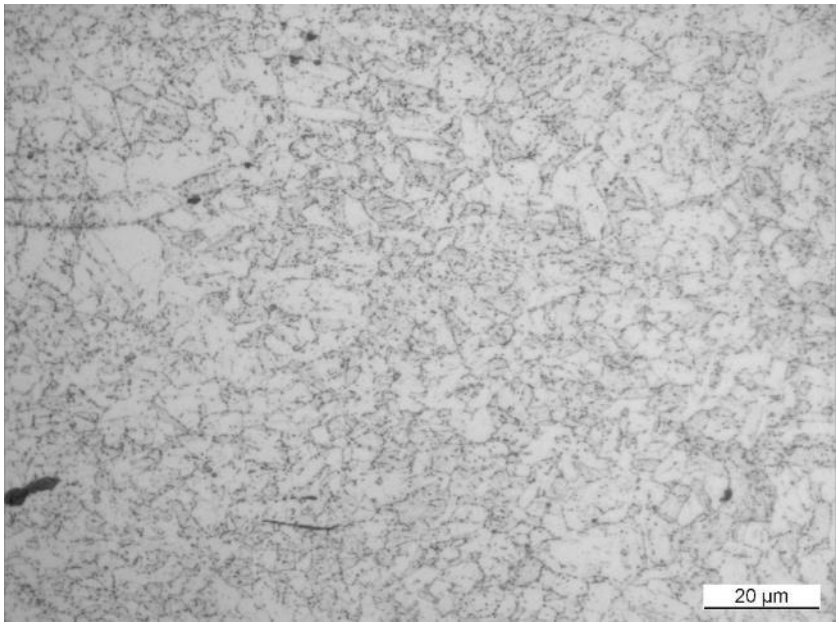

*AFPA. X100 Magnificación original.*



*AFPA. X200 Magnificación original.*




*AFPA. X500 Magnificación original.*



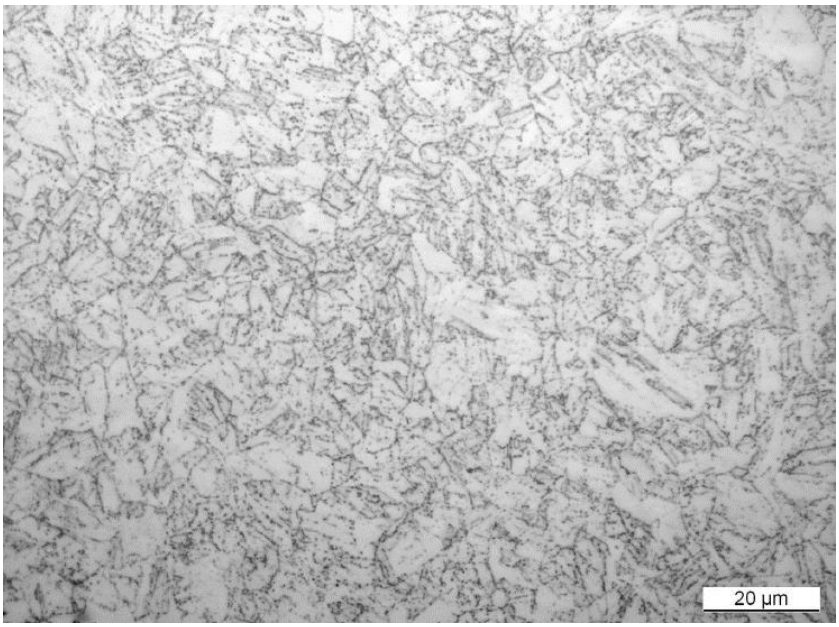

*AFPA. X1000 Magnificación original.*

*Figura 98: Micrografías de la muestra AISI 316L a diferentes aumentos.*

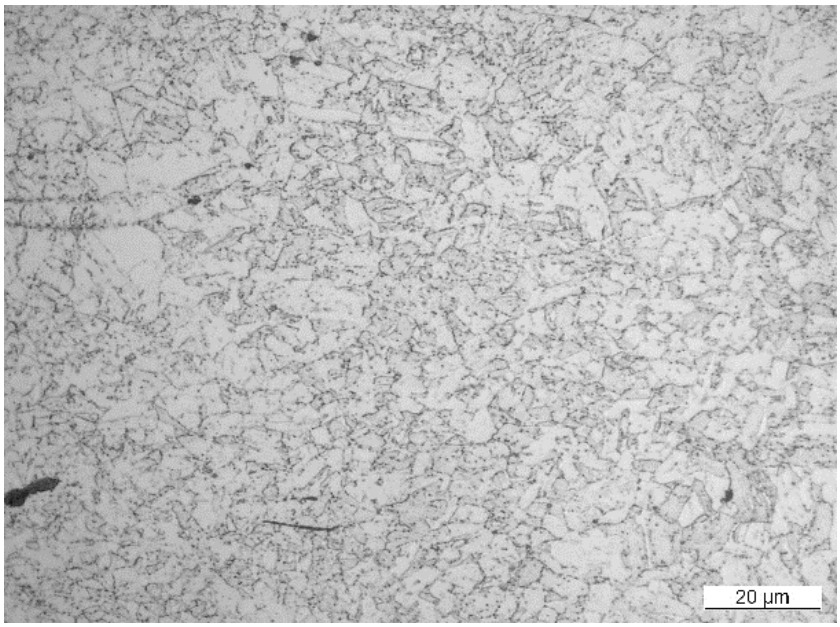
Como se puede apreciar en las micrografías tomadas a baja magnificación (véase la figura 98), se aprecia una microestructura homogénea y libre de los fenómenos de segregación característicos de las calidades convencionales (asociados al proceso de solidificación y procesamiento termomecánico–laminación en caliente). Nótese, además, que el tratamiento térmico ha difuminado los límites de las pasadas del láser (estas no se aprecian con claridad en las micrografías)

En las micrografías obtenidas a mayor magnificación (véase la figura 98) se puede observar que la microestructura es característica de una martensita revenida (la microestructura esperada). Nótese la precipitación (puntos de color negro en las micrografías). También se puede comprobar que apenas se aprecia una estructura de lajas (se ha producido un proceso de poligonización de las mismas durante el tratamiento térmico de revenido).

Se ha contrastado esta microestructura con la del acero Asturfer® obtenido por laminación en caliente y sometido al mismo tratamiento térmico (véase la figura 99). Se puede comprobar que la microestructura del acero impreso es más fina que la del acero laminado en caliente; lo que puede explicar que tenga mejores propiedades mecánicas.




*Asturfer® Convencional*




*AFPA LB-PBF*

*Figura 99: Comparativa de la microestructura de óptico del acero laminado en caliente Asturfer® (micrografía superior) y del acero AFPA impreso mediante LB-PBF (micrografía inferior). Tras tratamiento térmico (960ºC 90 min. + 750ºC 4h). Magnificación original: 1000X.*

A modo de resumen se puede destacar el incremento en propiedades mecánicas en el ensayo de tracción de la calidad AFPA producida por LB-PBF respecto a la calidad obtenida por métodos convencionales. El afino de la microestructura parece ser uno de los factores determinantes para explicar este efecto. A falta de caracterizar otras propiedades del material, estos resultados son prometedores y muestran las posibilidades que presentan estas tecnologías a la hora de obtener materiales metálicos con propiedades mejoradas.

**b) <u>Propiedades en uso</u>**

En este punto se complementa la caracterización básica con otra más avanzada que tenga en cuenta las propiedades objetivo del material, descritas en la tarea 1.1 del proyecto. En concreto, su tenacidad y su resistencia a elevada temperatura son dos propiedades consideradas críticas para esta calidad. Si bien sus propiedades básicas superaron en varios aspectos a las propiedades alcanzadas en el mismo material producido por métodos convencionales, no quiere decir que se tenga que desenvolverse mejor en otros aspectos específicos relacionados con sus propiedades en uso. Posibles defectos microestructurales cuyo impacto puede ser bajo sobre ensayos estáticos a temperatura ambiente, pueden tener importantes efectos sobre la tenacidad del material o su resistencia a elevada temperatura. Por tanto, se considera imprescindible ahondar en la caracterización avanzada del material, más teniendo en cuenta el carácter experimental y en fase de desarrollo del mismo.

Los parámetros utilizados en la impresión de las muestras han sido los seleccionados como óptimos durante de la fase de optimización paramétrica realizada en el periodo 2018-2019. De este modo se han fabricado las preformas de las probetas a ensayar.




*Figura 100: Preformas de probetas de impacto Charpy y de tracción a alta temperatura.*

Los ensayos de tracción a alta temperatura se han realizado a 500ºC y 600ºC respectivamente teniendo en cuenta el rango de trabajo habitual al que trabajan este tipo de aceros de activación reducida. En la tabla siguiente se muestran los resultados obtenidos para una Lo=20mm.

*Tabla 38. Calidad AFPA. Propiedades mecánicas a elevada temperatura.*

| Temperatura ºC | Límite elástico 0.2% (MPa) | Tensión máxima (MPa) | Alargamiento % |
|---|---|---|---|
| **500** | 436 | 459 | 7.5 |
| **600** | 311 | 332 | 15.5 |
| **Ref. Temperatura ambiente** | 560 | 711 | 30.5 |

La disminución en las propiedades mecánicas a medida que aumentamos la temperatura corresponde al comportamiento esperado para este material. Los resultados obtenidos representan una reducción en la tensión máxima a 500ºC del 46% respecto al valor de referencia a temperatura ambiente y de un 64% a 600ºC. Estos valores se encuentran en el rango habitual observado para un material similar producido por métodos convencionales. Es el caso del estudio realizado por A. Abou-Sena et al. [1] sobre el acero EUROFER-97 de características similares al AFPA. En este estudio se observa un valor de tensión máxima a 500ºC de 420 MPa y de 310 MPa a 600ºC,

valores próximos aunque algo inferiores a los obtenidos en el AFPA. Si bien es cierto, la tensión máxima a temperatura ambiente es igualmente algo superior en el caso del AFPA.

Para el estudio de la tenacidad del material mediante el ensayo de impacto Charpy, y debido a las limitaciones en cuanto a polvo metálico disponible en el momento de la impresión, se ha optado por una probeta de dimensiones reducidas de 5x5x55mm. Los valores requeridos para este tipo de aceros son de 250 J/cm$^2$ cuando dichos ensayos se realizan a 20 ºC. Las probetas Charpy fabricadas y tratadas térmicamente arrojaron un resultado medio de 185 J/cm$^2$ tras aplicarles el factor de corrección para probeta sub-size descrito por Konopík et al. [2].

Estos resultados vienen confirman que con este tipo de tecnologías de fabricación aditiva, aun obteniendo mejores resultados en una caracterización básica como es un ensayo de tracción a temperatura ambiente, es necesario realizar una caracterización avanzada que tenga en cuenta la aplicación objetivo. El afino de grano observado para esta calidad en la tarea T4.2 en 2019, explicaba el incremento en los valores obtenidos en el ensayo de tracción respecto a la aleación producida por métodos convencionales.

[1] *A. ABOU-SENA et al., "Effect of Post Welding Heat Treatment of the HCPB TBM on Eurofer and Lithium Orthosilicate Pebbles," Fusion Eng. Des., 86, 9–11, 2254 (2011); https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2011.03.038.*

*[2] Konopik, Pavel & Džugan, Jan & Bucki, Tomasz & Rzepa, Sylwia & Rund, Martin & Prochazka, Radek. (2017). Correlation between standard Charpy and sub-size Charpy test results of selected steels in upper shelf region. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 179. 012039. 10.1088/1757-899X/179/1/012039.*

#### 3.6.2.4 CROMAN ODS-MZ

**a) Propiedades básicas**

La **dureza del material** experimental CROMAN-ODS-Mz se ha medido tras el proceso de impresión, de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 6507 "Ensayo de dureza Vickers". El resultado medio obtenido es de 203 HV10 para la calidad en estado *as-built*.

Se ha realizado un **ensayo de tracción** sobre tres probetas cuya geometría se ajusta a lo establecido por la norma UNE-EN ISO 6892 "*Ensayo de tracción*" Método de ensayo a temperatura ambiente para materiales metálicos. Un plano de las probetas proporcionales utilizadas se muestra en la imagen siguiente.

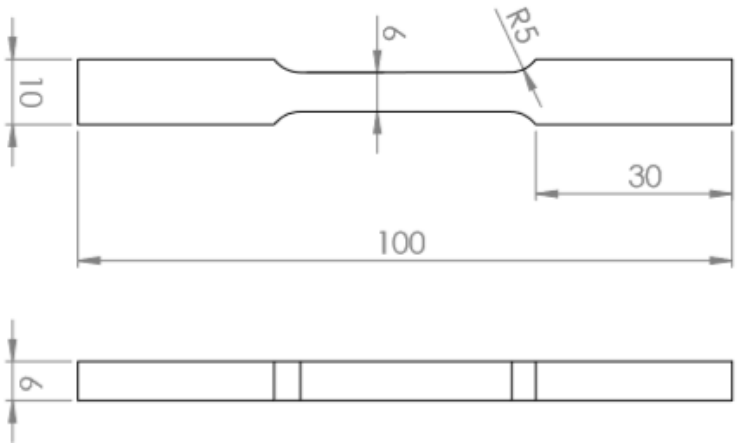



*Figura 101: Plano de la probeta plana prismática utilizada.*

Las probetas utilizadas tienen una longitud inicial (Lo) 20mm y superficie mecanizada. Las probetas han sido impresas en la dirección cuya longitud principal es paralela a la base de fabricación. Esta orientación optimiza la cantidad de polvo necesario.

A continuación se muestran los resultados del ensayo.

*Tabla 39. Resultados ensayo de tracción. Calidad CROMAN-ODS-Mz.*

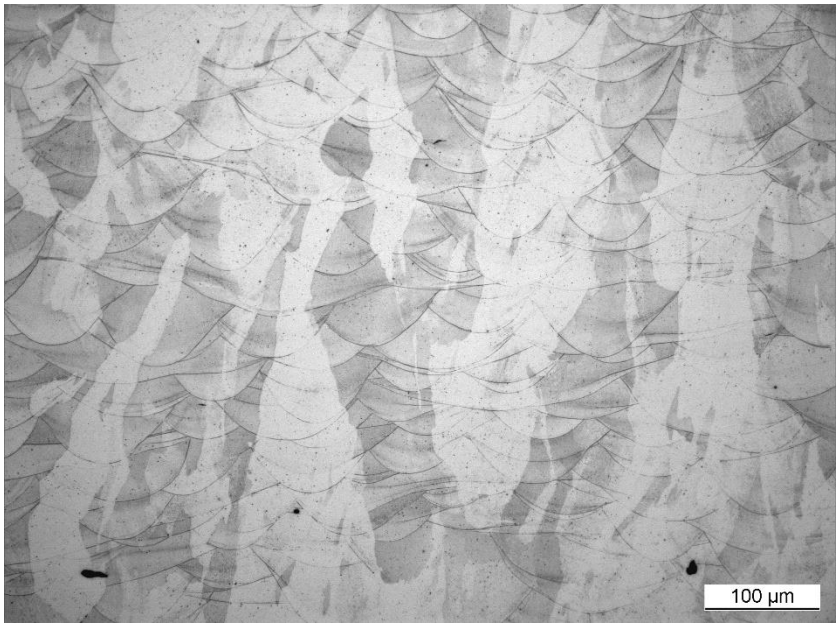
| CROMAN-ODS-Mz | Límite elástico (MPa) | Carga de rotura (MPa) | Alargamiento (%) |
|---|---|---|---|
| Probeta 1 | 451 | 572 | 50 |
| Probeta 2 | 465 | 562 | 52 |
| Probeta 3 | 475 | 576 | 51 |

A la vista de los resultados, el material presenta un comportamiento dúctil y con una resistencia media similar a un acero inoxidable austenítico estándar.

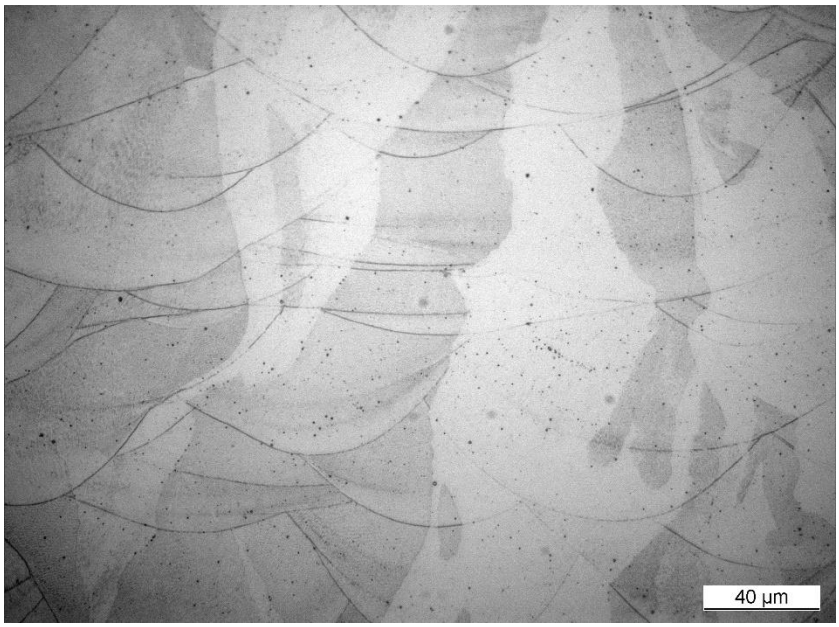
Para el **análisis de la microestructura** se ha seleccionado y cortado una sección paralela a la dirección de fabricación (z). Esta sección se ha embutido y posteriormente se ha pulido hasta obtener una superficie especular. Por último la muestra ha sido atacada mediante ácido oxálico para revelar su microestructura (10 g de ácido oxálico y 100 ml de $H_2O$). Esta se ha observado posteriormente mediante el microscopio óptico.



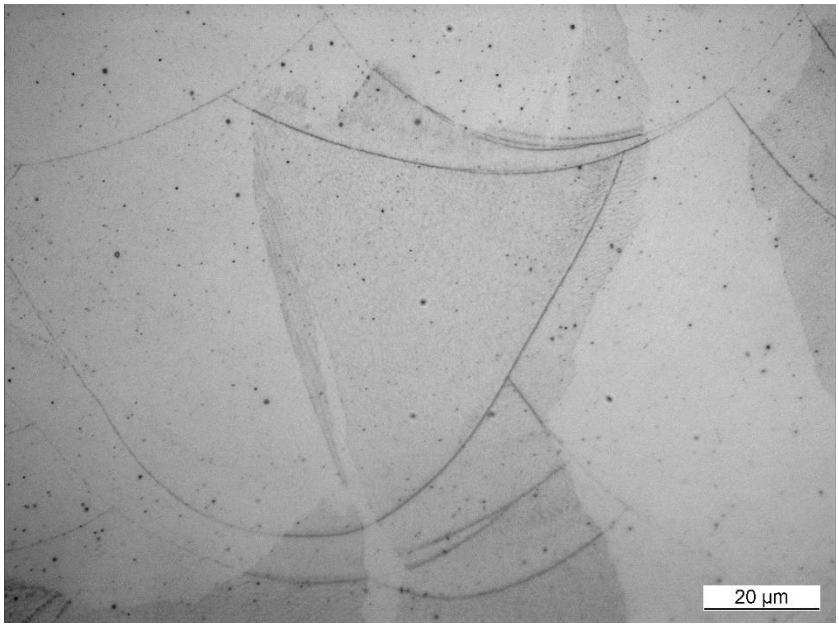

*CROMAN-ODS-Mz. X100 Magnificación original.*




*CROMAN-ODS-Mz. X200 Magnificación original.*




*CROMAN-ODS-Mz. X500 Magnificación original.*




*CROMAN-ODS-Mz. X1000 Magnificación original.*

*Figura 102: Micrografías de la muestra CROMAN-ODS-Mz a diferentes aumentos.*

La primera característica que llama la atención es la clara presencia de las pasadas realizadas por el láser. La estrategia seguida durante la fabricación implica una rotación del patrón láser en cada una de las pasadas, es por eso que algunas de ellas, las más perpendiculares a la sección, presenten una mayor profundidad en contrapartida con las seccionadas de forma longitudinal, cuyo ancho aumenta en comparación con las primeras. El grano austenítico crece de manera columnar a través de varias capas y en la dirección de evacuación del calo (dirección z respecto a la cama de

impresión). En el interior de estos granos se distinguen subestructuras de muy fino tamaño generadas durante los rápidos enfriamientos inherentes al proceso de fabricación ($10^3$-$10^6$ K/s).

Se observa también claramente la presencia de partículas, o agrupaciones de nanopartículas de óxido de itrio introducidas mediante el molino de atrición. Para confirmar esta posibilidad se ha observado una muestra en un microscopio electrónico de barrido (véanse las figuras 103 y 104).

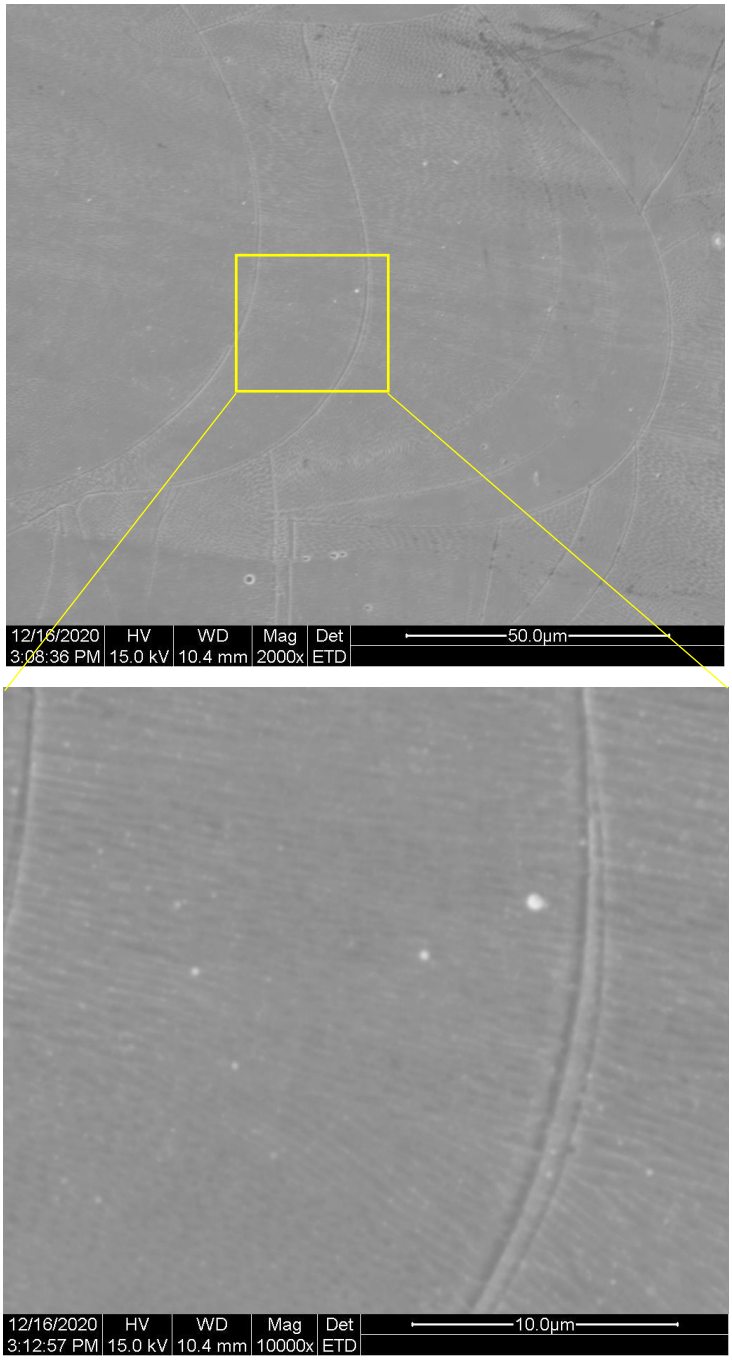
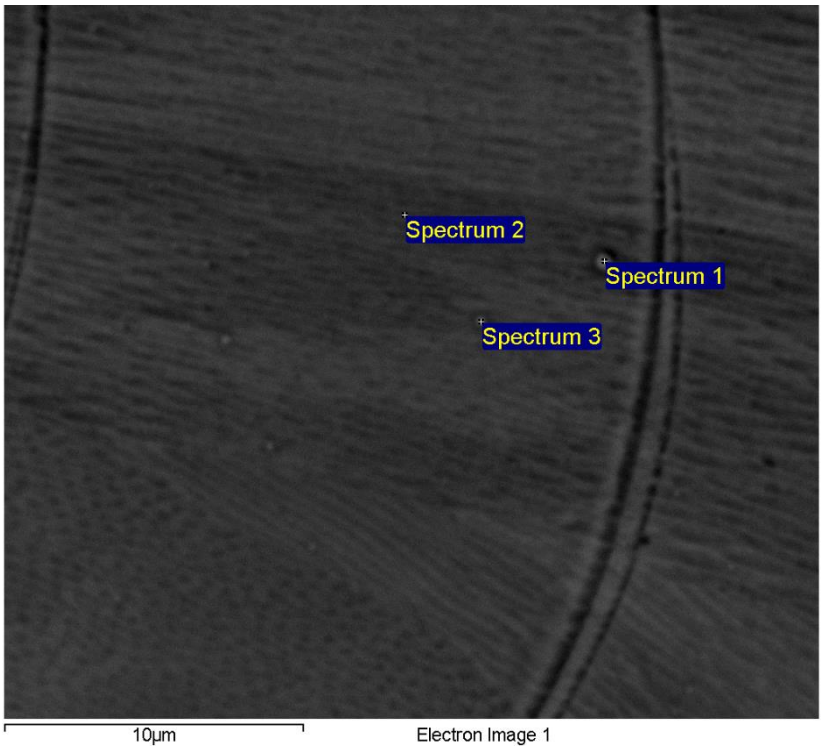
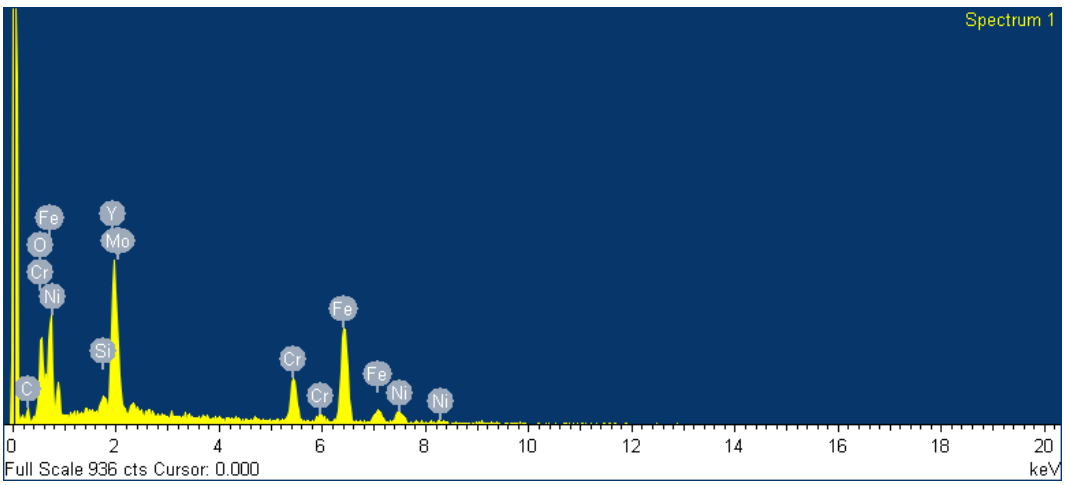



*Figura 103: Imagen general y en detalle de las partículas presentes en la muestra CROMAN-ODS-Mz tomada mediante microscopía electrónica.*

En las imágenes tomadas en el microscopio electrónico a x2000 y x10000 las partículas mencionadas aparecen en un tono blanco brillante. Se ha realizado sobre las mismas un análisis semi-cuantitativo mediante el detector EDS INCA que incorpora el equipo, con el objetivo de conocer su naturaleza. Se han analizado 3 puntos. El espectro 1 y espectro 3 corresponden a las partículas observadas. El espectro 2 se ha tomado como referencia de una zona libre de dichas partículas.



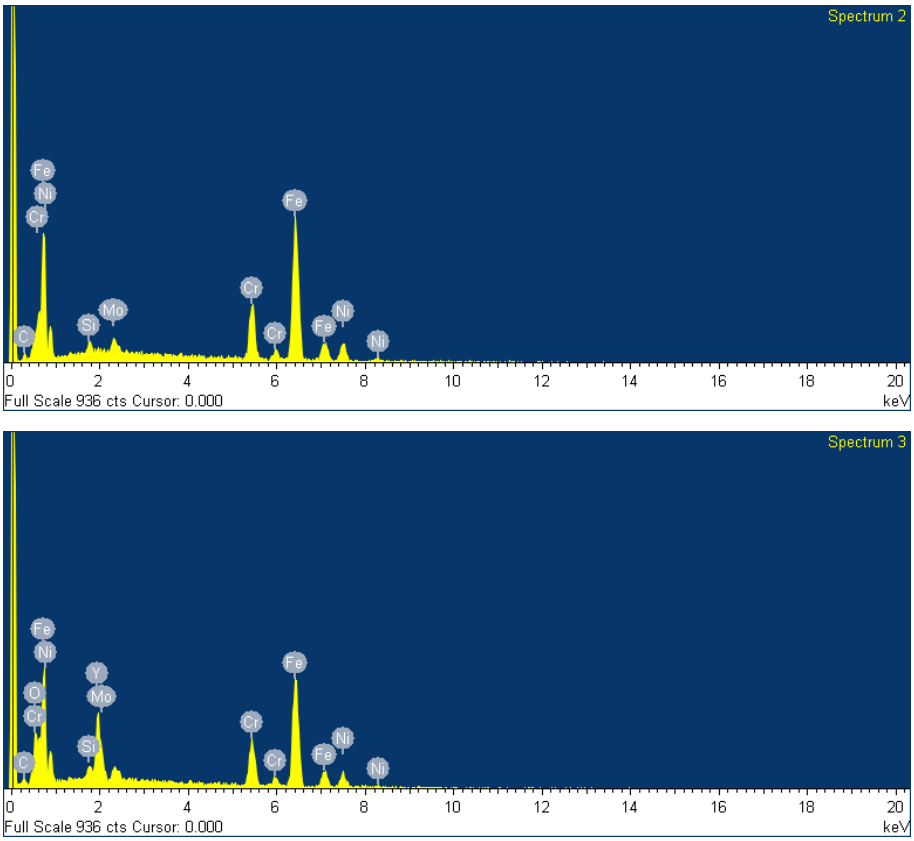



*Figura 104: Imagen tomada por el detector EDS INCA con las 3 zonas analizadas y sus correspondientes espectros.*

En los espectros 1 y 3, los correspondientes a las partículas observadas, se ve claramente cómo se detecta un pico de intensidad para el elemento Itrio (Y), el cual no se encuentra en el espectro 2 tomado como referencia. Esto nos permite concluir que al menos parte de las partículas observadas a lo largo de la microestructura corresponden a agrupaciones de las nanopartículas introducidas.

### b) Propiedades en uso

Además de las propiedades básicas estudiadas, se han analizado otras propiedades avanzadas teniendo en cuenta las posibles aplicaciones objetivo descritas en la tarea T1.1. Al igual que con la otra calidad experimental, el acero AFPA, su tenacidad y su resistencia a elevada temperatura son dos propiedades consideradas igualmente críticas para esta calidad.

Los parámetros empleados para fabricar las preformas de las que posteriormente se mecanizan las probetas han sido los seleccionados como óptimos durante de la fase de optimización paramétrica realizada en el periodo 2018-2019.



*Figura 105: Colocación de los termopares para el ensayo de tracción a alta temperatura de la calidad CROMAN-ODS-Mz.*

Los ensayos de tracción a alta temperatura se han realizado en este caso a 650ºC y 850ºC respectivamente teniendo en cuenta las características del material y las nanopartículas introducidas en él. En la tabla siguiente se muestran los resultados obtenidos.

*Tabla 40. Calidad CROMAN-ODS-Mz. Propiedades mecánicas a elevada temperatura.*

| Temperatura ºC | Límite elástico 0.2% (MPa) | Tensión máxima (MPa) | Alargamiento % |
|---|---|---|---|
| **650** | 245 | 286 | 6 |
| **850** | 145 | 213 | 13.5 |
| **Ref. Temperatura ambiente** | 464 | 576 | 51 |

Teniendo en cuenta las características del acero experimental CROMAN-ODS-Mz y sus propiedades básicas, se han comparado los resultados obtenidos con los de los aceros inoxidables producidos por técnicas convencionales y más comúnmente utilizados. Para ello se ha acudido a datos bibliográficos que representan el límite elástico y la carga de rotura a diferentes temperaturas y para diferentes calidades de aceros inoxidables.

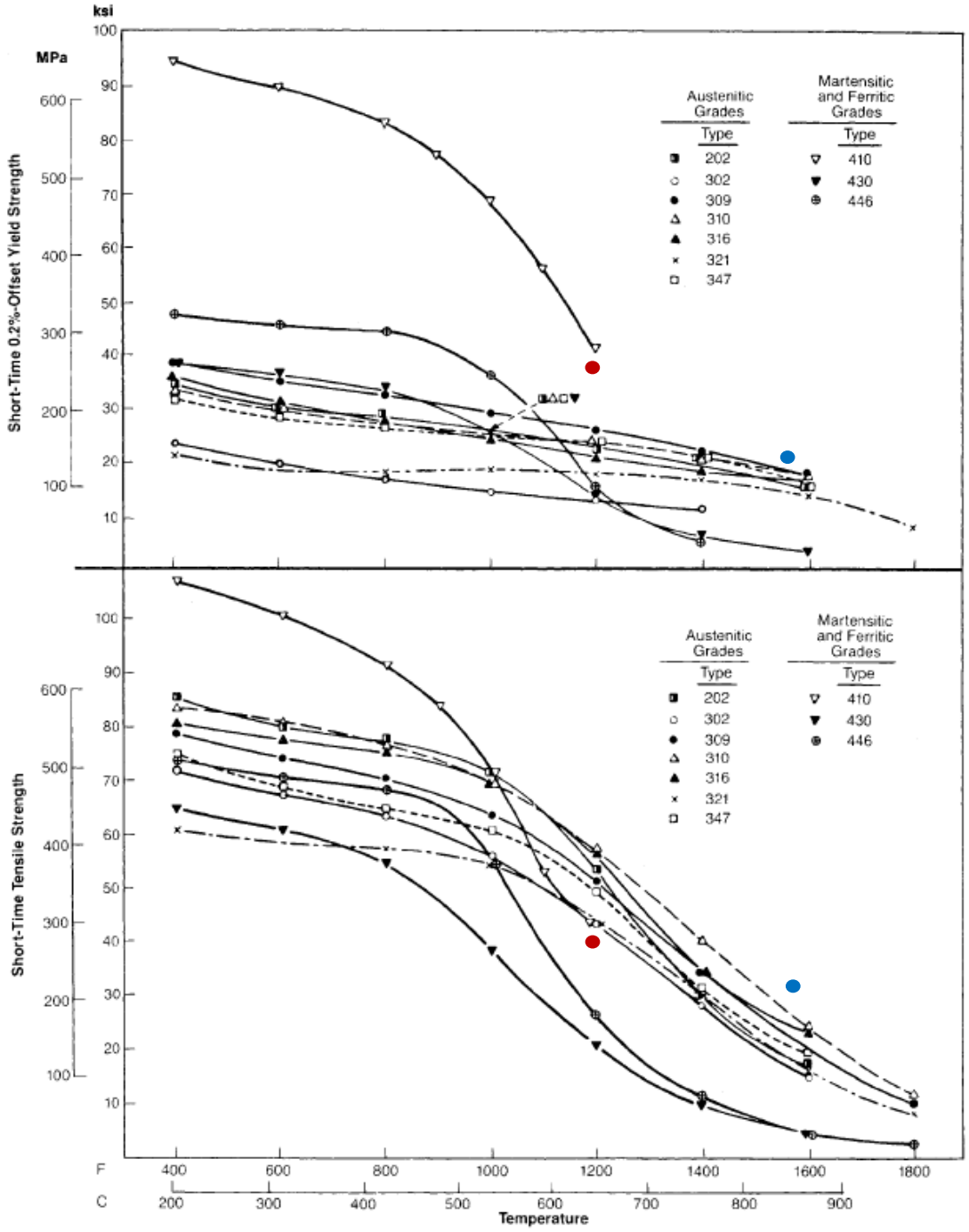



*Figura 106: Datos bibliográficos sobre el comportamiento de los aceros inoxidables más comunes en ensayos de tracción a alta temperatura. Puntos rojos: Resultados del acero CROMA-ODS-Mz a 650ºC. Puntos azules: Resultados a 850ºC*

Se han marcado sobre las gráficas extraídas de la bibliografía, los resultados obtenidos para el acero experimental CROMAN-ODS-Mz. Con puntos rojos para el ensayo a 650ºC y con punto azul para el correspondiente a 850ºC. En el caso del ensayo a 650ºC el límite elástico se encuentra por encima

de la mayoría de aceros inoxidables más comunes, sólo por debajo del inoxidable martensítico AISI 410. Sin embargo, la carga de rotura queda por debajo de la media de estos.

A 850ºC el resultado se encuentra ligeramente por encima del resto de aleaciones producidas por técnicas de fabricación convencionales. Sin embargo, a la vista de los resultados, no se puede concluir que la introducción de las nanopartículas de óxido de itrio tenga un efecto suficientemente importante sobre las propiedades a elevada temperatura. Especialmente teniendo en cuenta la complejidad y coste inherente a este proceso. Además, la ligera mejoría observada podría a su vez deberse a las diferencias composicionales o a la propia microestructura observada en aceros producidos por tecnología LB-PBF. Estos resultados junto a la complejidad del proceso podrían suponer importantes trabas a la hora de conseguir una viabilidad suficiente como para seguir adelante con la industrialización de este material. Al menos sin introducir modificaciones que mejorasen de forma notable su comportamiento a elevada temperatura.

Teniendo en cuenta lo mencionado anteriormente, a la vista de los resultados obtenidos en propiedades en uso para el acero CROMAN-ODS-MZ y la notable complejidad de producir el mismo a nivel industrial, se decide continuar el estudio a partir de este punto con la calidad AFPA. Esta calidad ha obtenido mejores resultados en las caracterizaciones realizadas, tiene un campo de aplicación bien definido y sus posibilidades de industrialización son claras y viables

### 3.6.3 Evolución de las propiedades de diseño en función de la geometría.

La tarea 4.3 a la que corresponde este apartado, engloba tres subtareas claramente diferenciadas.

La primera subtarea, corresponde al diseño y fabricación de probetas especiales que nos permitan conocer de qué forma la geometría de un componente fabricado por un proceso LB-PBF influye sobre la microestructura en cada punto del mismo. La microestructura en cada punto es un reflejo, entre otros aspectos, de la historia térmica que ha tenido lugar sobre dicho punto. Dos características clave de los procesos LB-PBF son, por un lado, los importantes gradientes térmicos que tienen lugar durante el proceso y, por otro, las complejas geometrías habitualmente fabricadas. Una geometría compleja con zonas de distinto espesor y volumen influye muy notablemente sobre el proceso de enfriamiento que tiene lugar en esa zona concreta. Las dos vías de evacuación de calor que tienen lugar durante el proceso son la conducción térmica y la convección. La primera y principal responsable del enfriamiento en cada punto se produce mayoritariamente a través del material anteriormente sinterizado y hacia la placa que sirve cómo base, aunque cierta cantidad puede disiparse hacia el polvo a través de las zonas de contacto. En segundo término, la convección se produce en este caso por el gas de protección que existe dentro de la cámara de impresión.

Como se ha mencionado, la vía de enfriamiento principal es a través del material sinterizado, por tanto, parece evidente que si no todas las zonas tienen la misma relación de volumen impreso a su alrededor (zonas con variaciones de espesores, volúmenes, etc.) nos encontraremos con enfriamientos desiguales y por ende con microestructuras diferentes. Es posible además que en función de la elección de parámetros, en ciertas zonas pudiésemos salirnos de la región de parámetros óptimos de impresión e incrementar la presencia de defectos en ese punto.

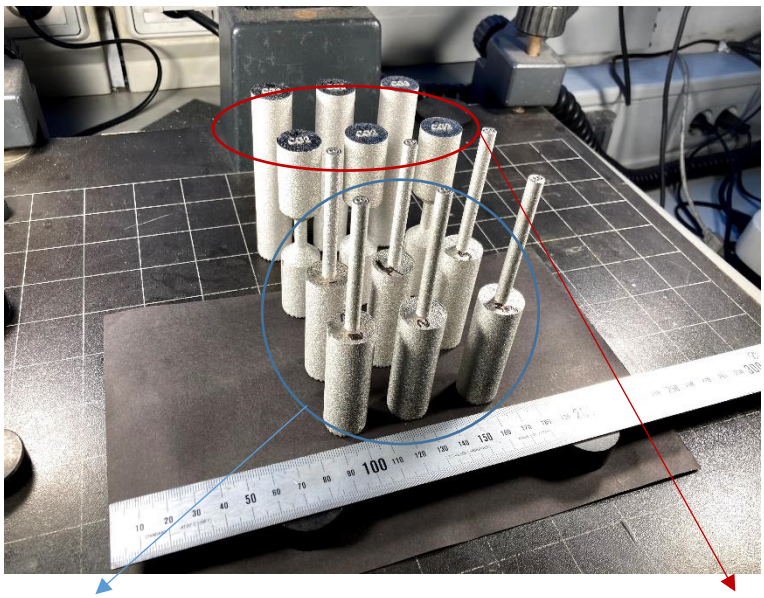
Para analizar este aspecto, entre otros ensayos se diseñan una serie de probetas especiales con distinta relación de volumen impreso a su alrededor. De ellas se extraerán miniprobetas de tracción que nos permitan caracterizar como afectan estas variaciones sobre el comportamiento mecánico.

#### 3.6.3.1 Diseño de probetas especiales

Teniendo en cuenta lo mencionado acerca de la relación entre volumen de material impreso alrededor de un punto y las variaciones microestructurales que se producen en función de su historia térmica, se han diseñado una serie de probetas especiales. Se han realizado 3 diseños teniendo en cuenta las siguientes características:

- La cota Z o altura se mantiene en todas ellas para evitar diferencias producidas por variaciones en el polvo durante las distintas capas.
- Comparten una geometría similar en el primer tercio de la muestra, lo que nos permite obtener muestras de referencia entre todas ellas.
- Contienen una zona central que nos permite evaluar cómo afecta la variación de volumen impreso por encima de la misma.

Tras la elaboración del modelo 3D, se ha procedido a fabricar un total de 12 probetas y utilizando polvo fresco (sin reciclar) de la calidad industrial AISI 316L. El proceso se ha realizado bajo atmósfera de nitrógeno y con los parámetros recomendados por el fabricante para dicha calidad. Una vez finalizada la fabricación, las probetas se han separado de la base.



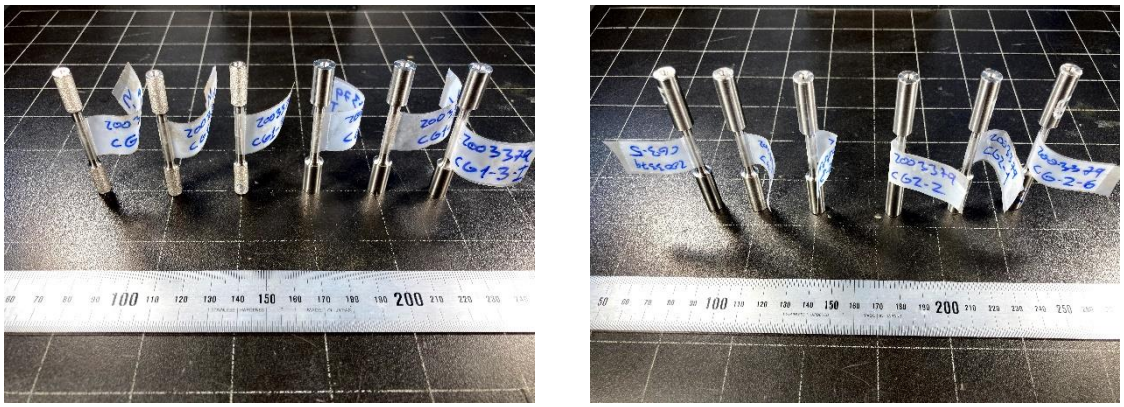


*Figura 107: Probetas especiales para medir la evolución de las propiedades en función de la geometría. Probetas antes y después del mecanizado.*

Los tres tipos de probeta diseñadas tienen la función de representar diferentes grados de disipación del calor por conducción en función del área en cada una de ellas, tanto inferior como superior. El objetivo es observar si las condiciones en cada punto se ven afectadas no sólo por la capacidad de disipar el calor cuando se está fundiendo la capa correspondiente a ese punto, sino también la evolución en función del material que se imprime en sucesivas capas. Para ello se han mecanizado 12 probetas de tracción proporcionales con un diámetro de 4mm en la zona calibrada y según las indicaciones de la norma ASTM E8 "*Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*".

*Tabla 41. Calidad AISI 316L. Propiedades especiales con cambios geométricos.*

| Probeta | Codificación | Límite elástico 0.2% (MPa) | Tensión máxima (MPa) | Alargamiento % |
|---|---|---|---|---|
|  | CG2 (CG2-1) | **449.45** | **573.04** | **13.53** |
| | CG2 (CG2-2) | **454.71** | **553.21** | **10.76** |
| | CG2 (CG2-6) | **431.96** | **589.92** | **21.43** |
| | **Media** | **445.37** | **572.06** | **15.24** |
|  | CG3(CG3-1) | **462.9** | **573.42** | **8.82** |
| | CG3(CG3-3) | **470.34** | **607.08** | **28.32** |
| | CG3(CG3-5) | **475.27** | **597.28** | **21.10** |
| | **Media** | **469.50** | **592.59** | **19.41** |
|  | CG1-2I | **483.03** | **597.55** | **29.66** |
| | CG1-3I | **503.83** | **612.64** | **36.15** |
| | CG1-4I | **490.63** | **615.9** | **37.80** |
| | **Media** | **492.50** | **608.70** | **34.54** |
|  | CG1-2S | **513.24** | **607.58** | **37.30** |
| | CG1-3S | **517.19** | **612.86** | **38.80** |
| | CG1-4S | **508.81** | **607.51** | **37.10** |
| | **Media** | **513.08** | **609.32** | **37.73** |

Todas las probetas han sido fabricadas con los parámetros estándar recomendados por el fabricante del equipo de impresión para este material. Si bien, hay que tomar los resultados con precaución debido al limitado número de repeticiones y a la variabilidad de ciertos resultados. Se observa una mejora de propiedades a medida que se reduce el volumen de material impreso en capas superiores, esto es, por encima de la zona calibrada a ensayar. La diferencia es especialmente notable en cuanto a alargamiento a rotura se refiere, pero también es apreciable en la resistencia mecánica alcanzada. Este resultado ratifica la tesis propuesta de que el ajuste de parámetros estándar de un material puede generar diferentes propiedades en función de la geometría del componente. Conocer y comprender bien este mecanismo puede ser una herramienta muy determinante a la hora de asegurar las propiedades de componentes complejos de altos requerimientos.

Para la aproximación a este estudio con la calidad experimental AFPA hemos decidido aplicar otro enfoque que nos permita ver estas influencias de geometría a otra escala. Se ha diseñado una probeta multi-función con varias funciones específicamente destinadas a esta tarea. El diseño ha sido el siguiente.

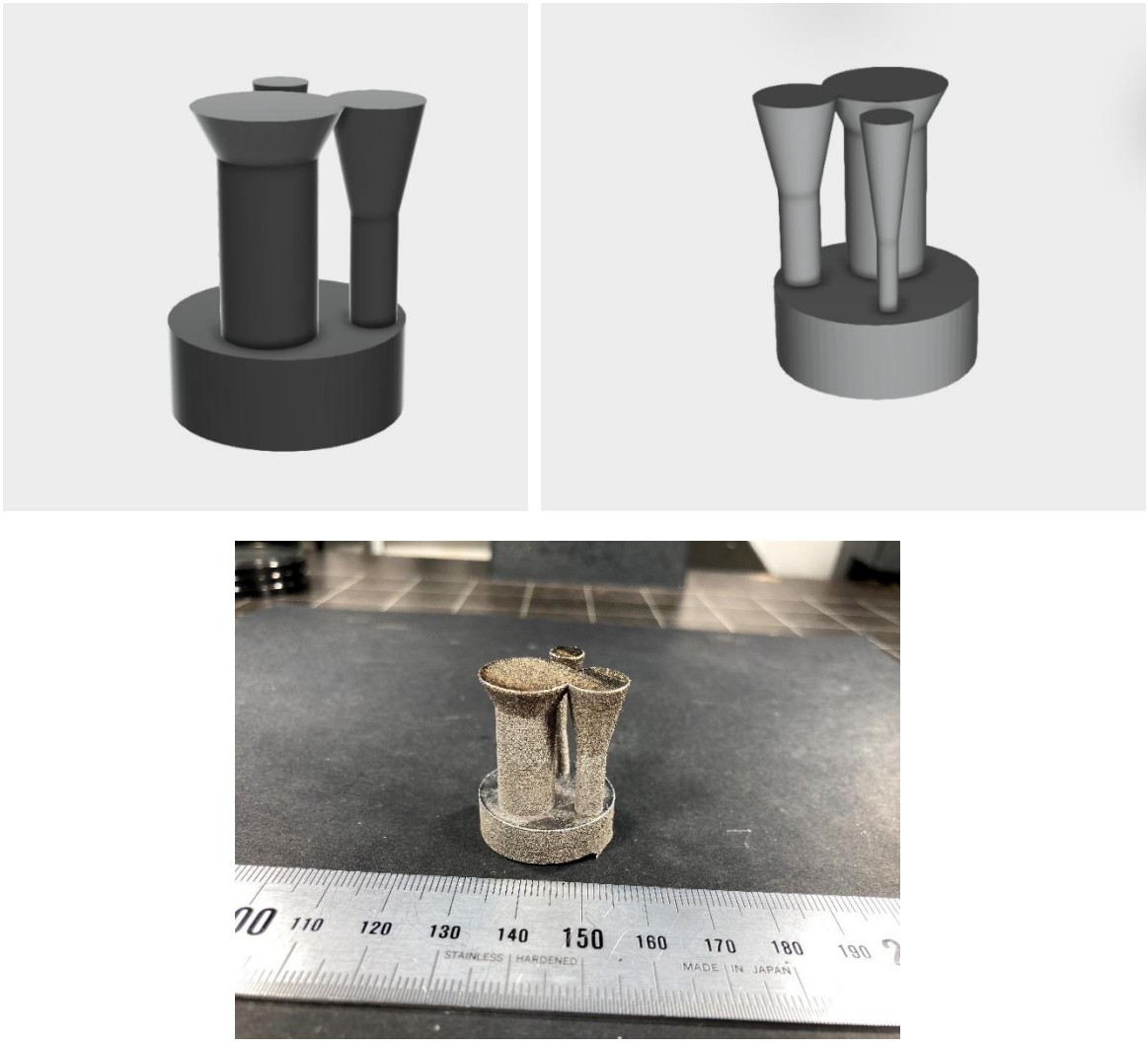
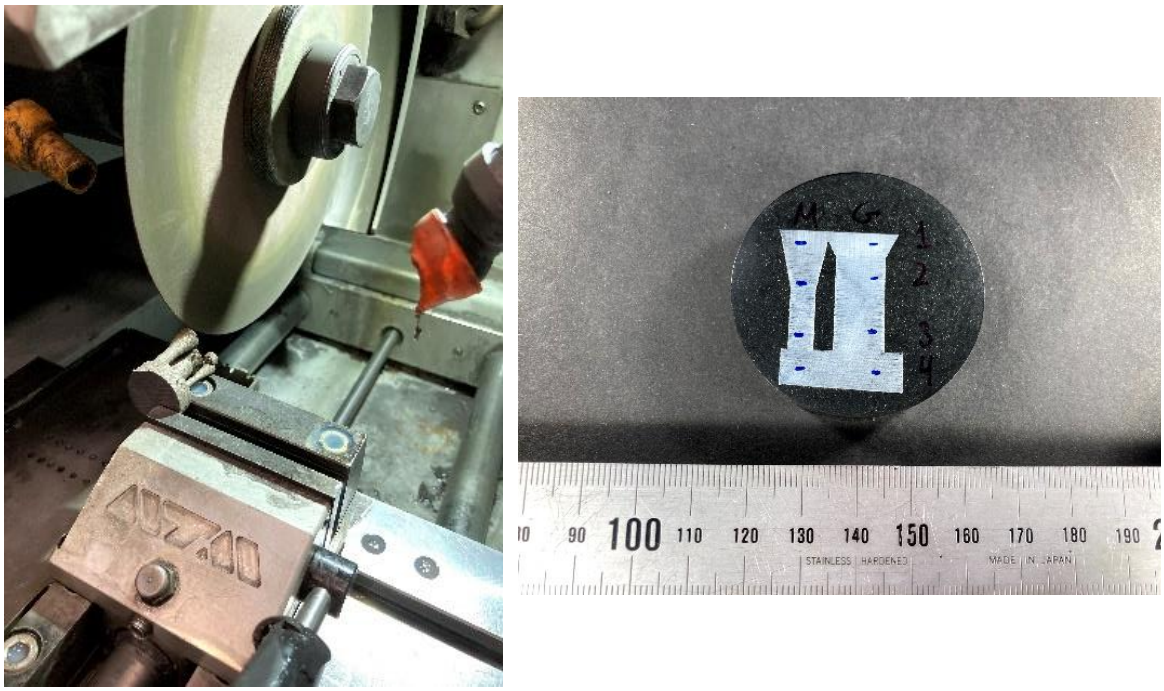



*Figura 108: Calidad AFPA. Diseño y probeta multifunción impresa.*

La probeta diseñada contiene tres torres diferentes cuyo cilindro de unión entre la base y la cabeza tiene una sección de tamaño diferente, ø10 mm, ø5 mm y ø 2.5 mm. Además, cada una de las cabezas, con forma de cono truncado, presenta un ángulo de inclinación respecto a la vertical, diferente en cada caso, 8º para la de menor sección, 12º para la de sección media y 37º para la de mayor sección. Estos ángulos nos permitirán estudiar, más adelante, el acabado superficial que deja esta tecnología en función del ángulo de fabricación de la pared. Siempre por debajo de los 45º que comúnmente se marcan como límite máximo a partir del cual, en tecnología LB-PBF, es necesario incluir soportes.

Cada una de estas probetas ha sido posteriormente cortada por su zona central con el objetivo de observar la influencia de la sección cilíndrica y el volumen de las cabezas sobre la microestructura del material.

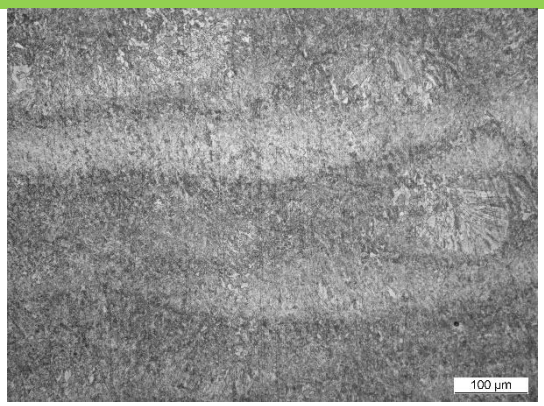


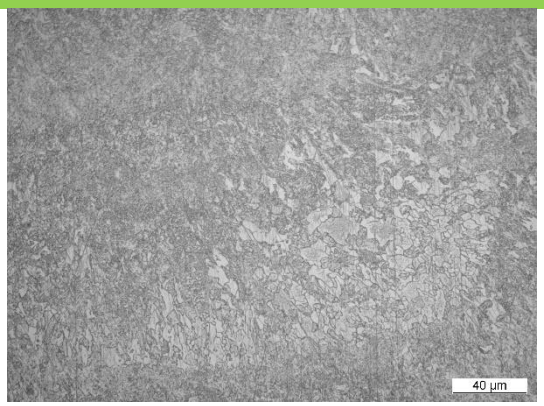

*(a)* *(b)*

*Figura 109: Calidad AFPA. (a) Probeta multifución durante uno de los cortes realizados para caracterizar su zona central. (b) Una de las secciones preparadas metalográficamente de la probeta multifunción.*

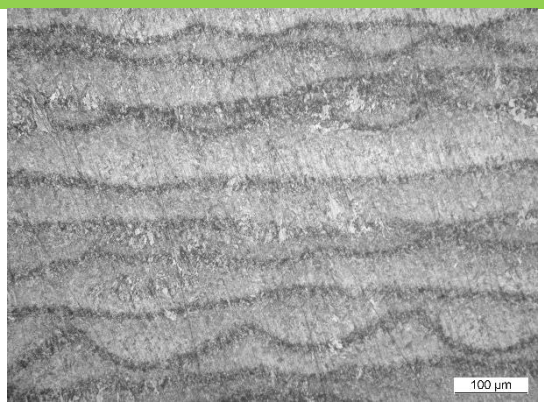
Las muestras cortadas se han embutido y preparado metalograficamente. Han sido atacadas con reactivo Vilella (1 g ácido pícrico, 4ml HCl, 96 ml etanol) para revelar su microestructura. Se han marcado varias zonas a diferente altura sobre cada una de las torres. Sobre estas zonas se ha medido su dureza y se han realizado micrografías en detalle para medir si existen variaciones detectables entre ellas. Y entre las diferentes torres de la probeta. La codificación contiene una letra y un número. G (torre Grande), M (torre Mediana) y P (torre Pequeña). Un número ascendente, empezando por la zona superior o cabeza hacia la base (véase la figura 109 b). En el caso de la torre pequeña solamente han podido analizarse 2 zonas, una cercana a la tapa superior y otra cercana a la base.

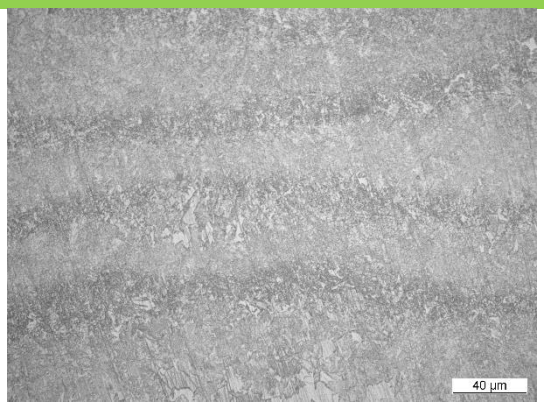
G1



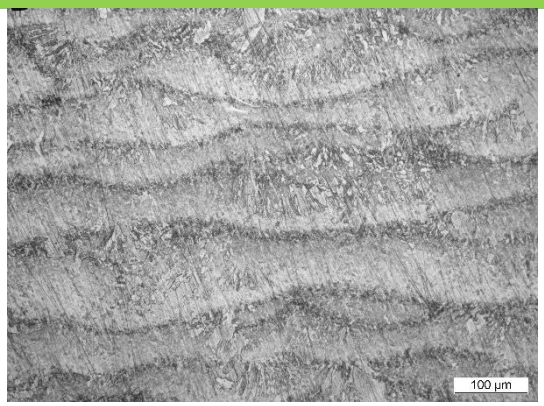



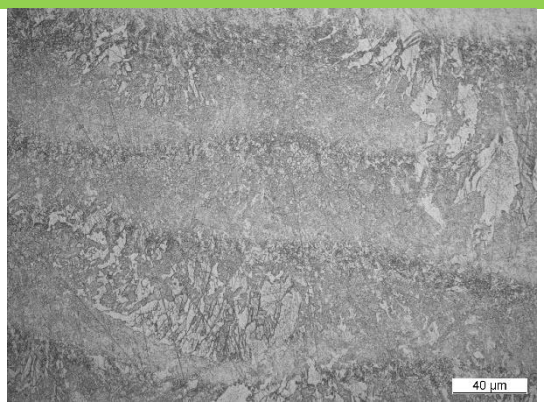

G2




G3




G4

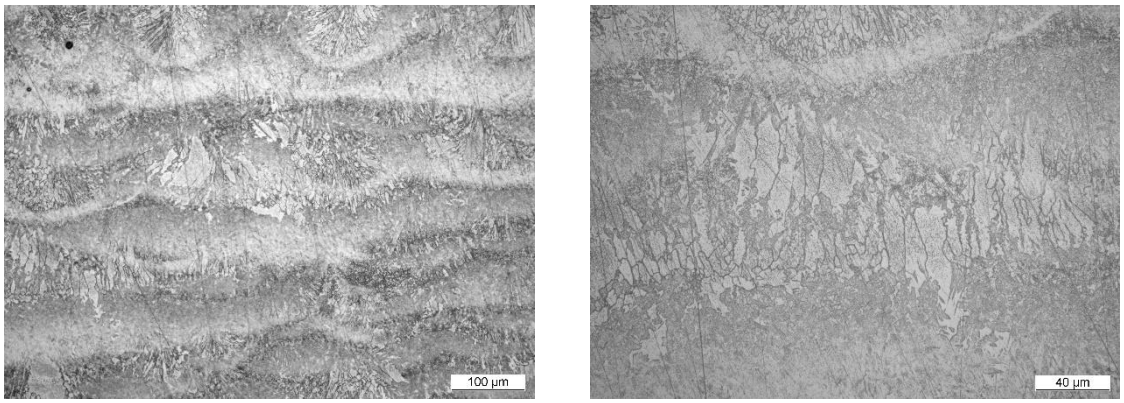
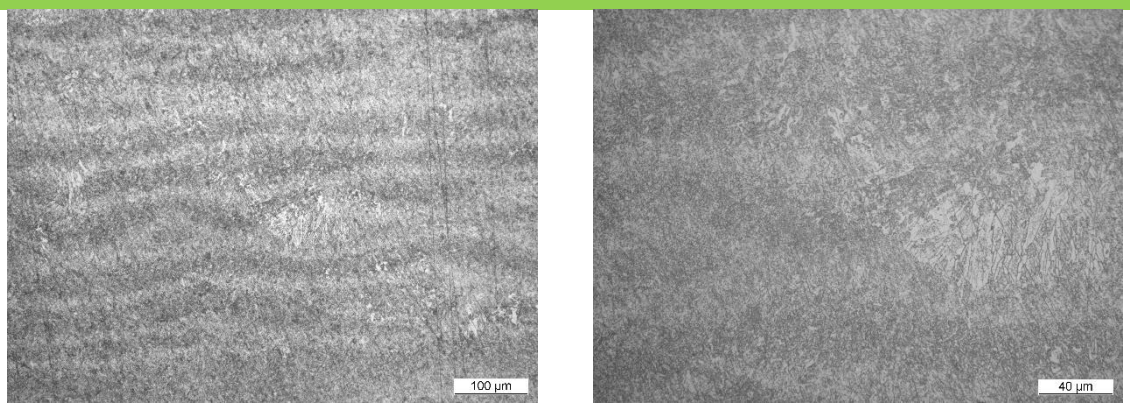
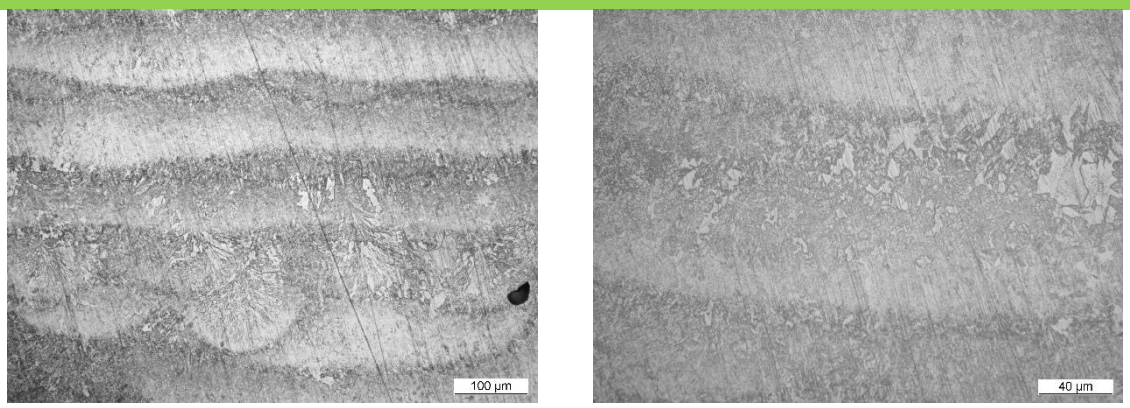



*Figura 110: Calidad AFPA. Probeta Grande.*

M1




M2



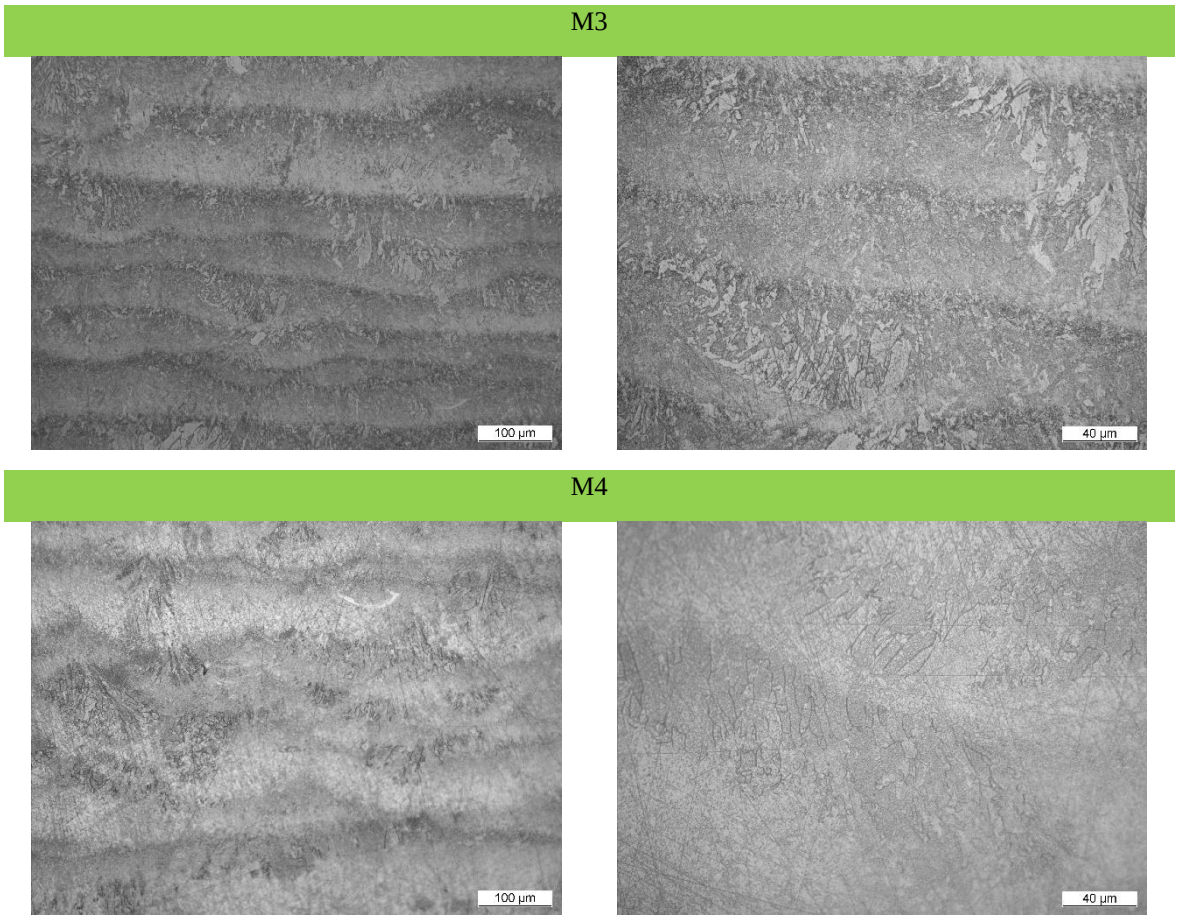



*Figura 111: Calidad AFPA. Probeta Mediana.*

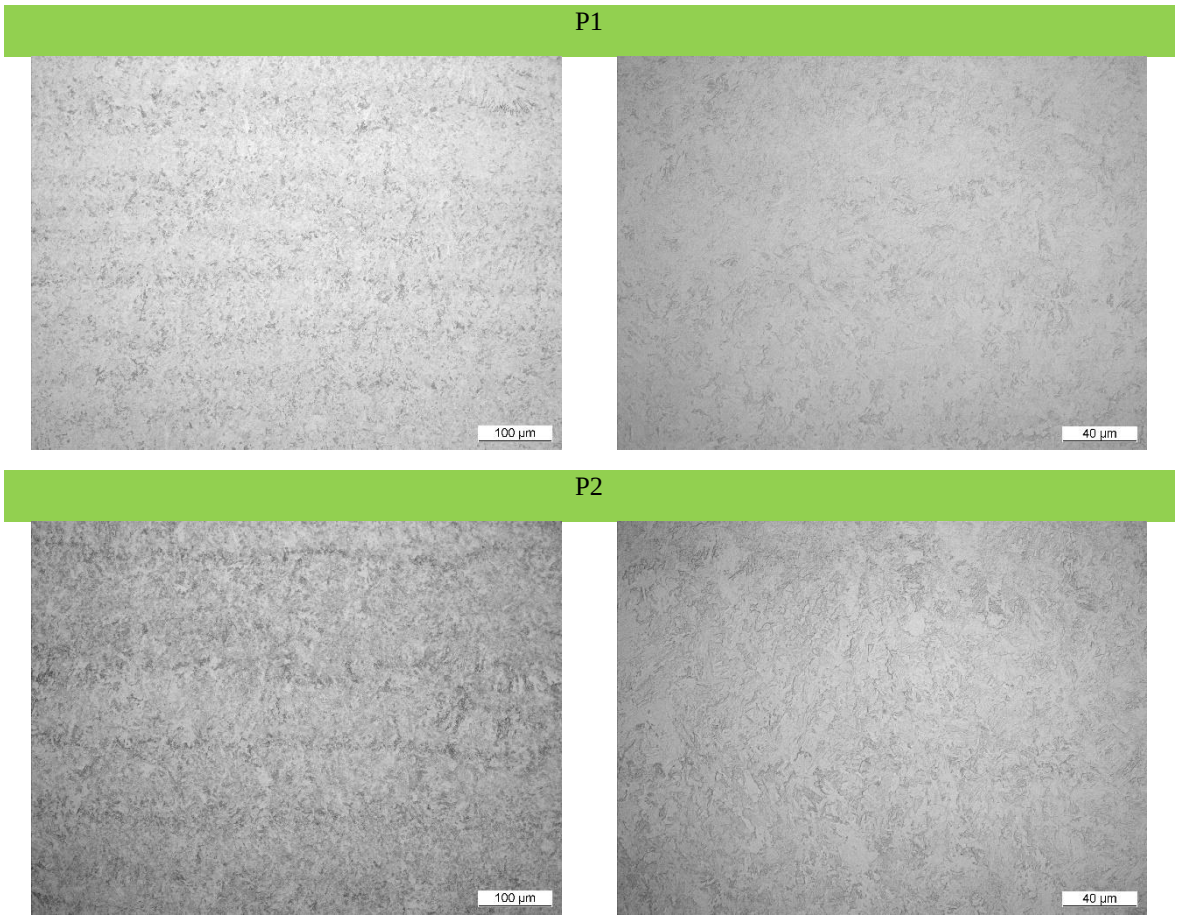



*Figura 112: Calidad AFPA. Probeta Pequeña.*

*Tabla 42. Valores de dureza HV10 medidos en las zonas indicadas.*

| Codificación | Huella 1 | Huella 2 | Media |
|---|---|---|---|
| G1 | 386 | 395 | 391 |
| G2 | 405 | 409 | 407 |
| G3 | 409 | 399 | 404 |
| G4 | 395 | 393 | 394 |
| M1 | 416 | 388 | 402 |
| M2 | 445 | 420 | 433 |
| M3 | 432 | 400 | 416 |
| M4 | 389 | 383 | 386 |
| P1 | 403 | 395 | 399 |
| P2 | 434 | 444 | 439 |

En función de los parámetros aplicados, la geometría de la zona fabricada y el material, es posible encontrar dos tipos de estructura granular en piezas producidad por tecnología LB-PBF. El

crecimiento del grano puede concentrarse principalmente dentro de la *melt-pool*, creciendo desde el arco inferior a la zona central superior o por el contrario, puede crecer a lo largo de distinta capas, observándose tamaños de grano de cientos de micras y con una geometría columnar con crecimiento epitaxial. En el caso de las muestras analizadas, el grano parece crecer en el interior de la *melt-pool,* con un mayor tamaño y forma columnar en el arco inferior de la misma, y reduciéndose el mismo a medida que se acerca a la zona central superior de la meltpool. Esto es más visible en las muestras G y M. El menor tamaño de la muestra P, parece haber generado unamicroestructura más fina que las probetas M y G.

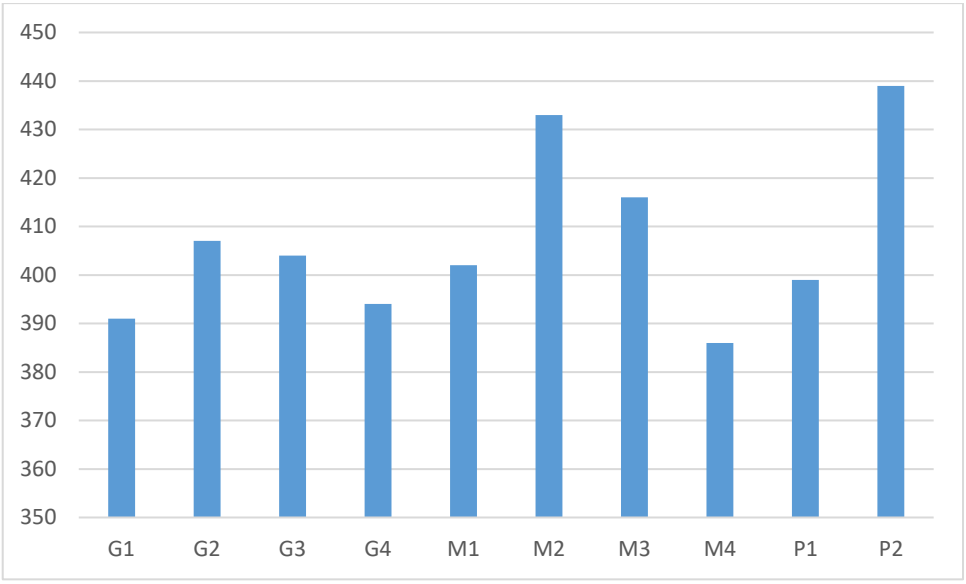



*Figura 113: Gráfico de los valores medios de dureza HV10*

Las zonas de menor dureza corresponden en el caso de la probeta G y M, a las zonas superior e inferior (1 y 4 respectivamente). Son a su vez las zonas con capas de mayor área. Esto podría provocar un sobrecalentamiento de las mismas, induciendo una merma en la dureza delas mismas. Por el contrario, las zonas centrales (2 y 3) de las muestra G y M, presentan valores de dureza superior. El efecto es el contrario en estos casos, el área de las capas que compreden estas zonas es menor, aumentando la velocidad de enfriamiento y la dureza en estas áreas.

El tamaño del componente por tatno, puede jugar un papel importante, a menor área por capa, menor aportación de energía y por tanto menor sobrecalentamiento. Si bien la variación en la historia térmica de estas zonas no ha provocado defectos detectables, los cambios microestructurales dan una idea de la importancia de realizar un control exhaustivo sobre estas zonas de transiciones geométricas importantes.

La segunda subtarea pone el foco en la puesta a punto de un ensayo de small punch test (SPT). El objetivo es comprobar la viabilidad de este tipo de ensayos sobre materiales de fabricación aditiva. En muchas ocasiones, y especialmente en lo que se refiere al diseño de nuevas aleaciones, la

cantidad de material disponible es limitada y las zonas de interés pueden ser también muy concretas y reducidas. En primer lugar se ha procedido al en el estudio de esta técnica, teniendo en cuenta las posibilidades y retos que presenta su aplicación para la caracterización de materiales de fabricación aditiva y se ha procedido a realizar el diseño del utillaje necesario para el ensayo.

En la actualidad, el ensayo SPT se utilizada para obtener gran cantidad de características de los materiales ensayados; sus propiedades a tracción, temperatura de transición dúctil-frágil, comportamiento a fractura, fenómenos de fragilización, etc. La técnica consiste en utilizar un punzón de punta esférica de 2,5mm de diámetro para presiona una muestra con forma de disco de 10mm de diámetro y 0.5mm en espesor (pueden utilizarse también probetas cuadradas del mismo espesor y 10x10mm de dimension). La carga del punzón y el desplazamiento se miden hasta la rotura de la muestra.

Un ejemplo de la lectura obtenida se muestra en la figura 114.

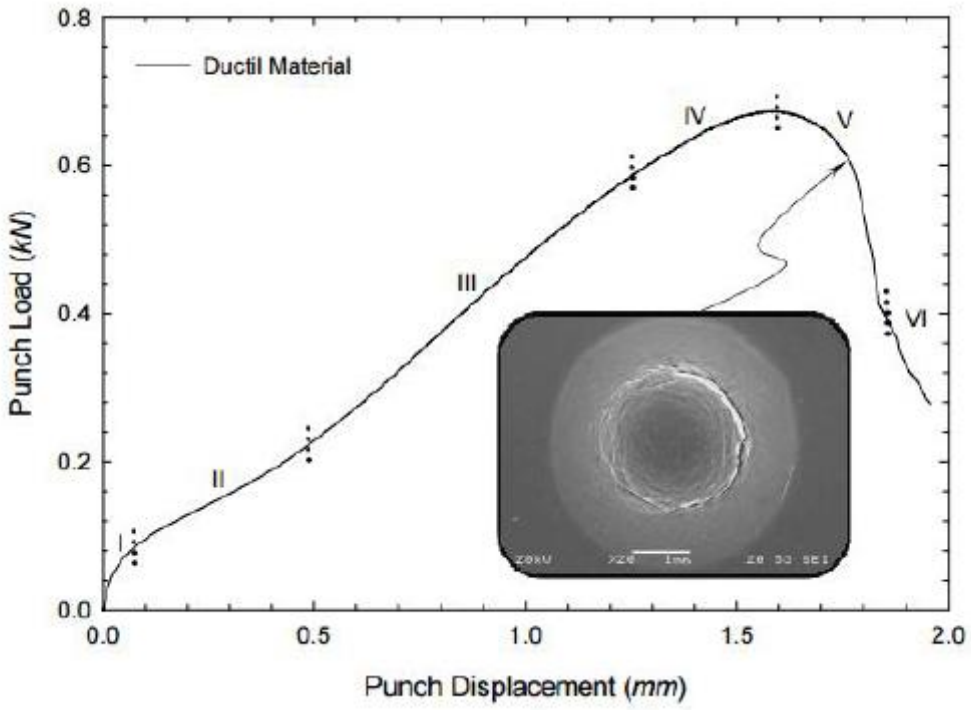



*Figura 114: Ejemplo de gráfica obtenida tras un ensayo SPT.*

La curva presenta diferentes zonas, cada una de ellas ha de ser interpretada por separado.

La zona I representa el comportamiento elástico del material y los parámetros que se pueden obtener a partir de la misma corresponden a los que dirigen el comportamiento elástico de este. Aparecen también en esta zona efectos asociados a la indentación inicial del punzón que es necesario considerar.

En la Zona II aparecen las primeras zonas de plastificación en el material, se concentran en la periferia del punzón. Se mantiene al mismo tiempo el comportamiento elástico en el

resto de la probeta. Nos encontramos en una zona de transición elasto-plástica. El rozamiento entre el punzón y la muestra comienza a tener relevancia.

En la Zona III, la curva tiende a parecerse a una recta en este tramo. El comportamiento plástico crece hasta establecerse a lo largo de toda la muestra.

En la Zona IV, se alcanza la carga máxima, comienza la estricción en las zonas entorno a la periferia del punzón y pueden iniciarse fracturas en distintas zonas.

En la Zona V, la carga cae a medida que las grietas avanzan en el entorno de la periferia del punzón. La capacidad resistente de la probeta cae.

Zona VI: rotura final de la probeta.

Cada una de las zonas en las que se divide la curva viene asociada a unos parámetros característicos del material. La zona I se relaciona con las características elásticas del material, las zonas II y III con los parámetros elasto-plásticos del material y el inicio del daño a nivel local, y las zonas IV y V con los parámetros que desencadenan el daño a mayor escala y la rotura del material.

Incorporar este ensayo al diseño de nuevas aleaciones puede flexibilizar el proceso de manera notable. Hay que considerar que a la hora de desarrollar una aleación nueva para este tipo de tecnologías es necesario realizar diversos pasos; fusión de calidad objetivo, atomización del material, proceso de impresión y ajuste de parámetros, aplicación y diseño, en caso necesario, de un tratamiento térmico, y finalmente caracterización del material. Las cantidades necesarias para obtener probetas estándar y el rendimiento o capacidad de cada uno de estos procesos dificultan y limitan el avance en el desarrollo de estas nuevas calidades. La puesta a punto de un ensayo SPT agilizará toda la cadena de procesos, contribuyendo a reducir las cantidades de material necesarias para los nuevos desarrollos.

#### 3.6.3.2 Diseño utillaje Small Punch

El utillaje se ha diseñado para adaptar una máquina de ensayos universal marca INSTRON modelo 8801 con una capacidad de carga máxima de 100KN. La célula de carga puede ser sustituida para adaptarse a la escala de fuerzas en las que se trabaje e incrementar de este modo su resolución. Puesto que los rangos de fuerzas necesarias para este tipo de ensayos en materiales metálicos se encuentran en la mayoría de ocasiones por debajo de los 5KN sería interesante realizar esta sustitución previa al ensayo, por otra célula con la que cuenta el equipo y cuyo límite es ±5KN.

A continuación se muestran los planos del utillaje diseñado.

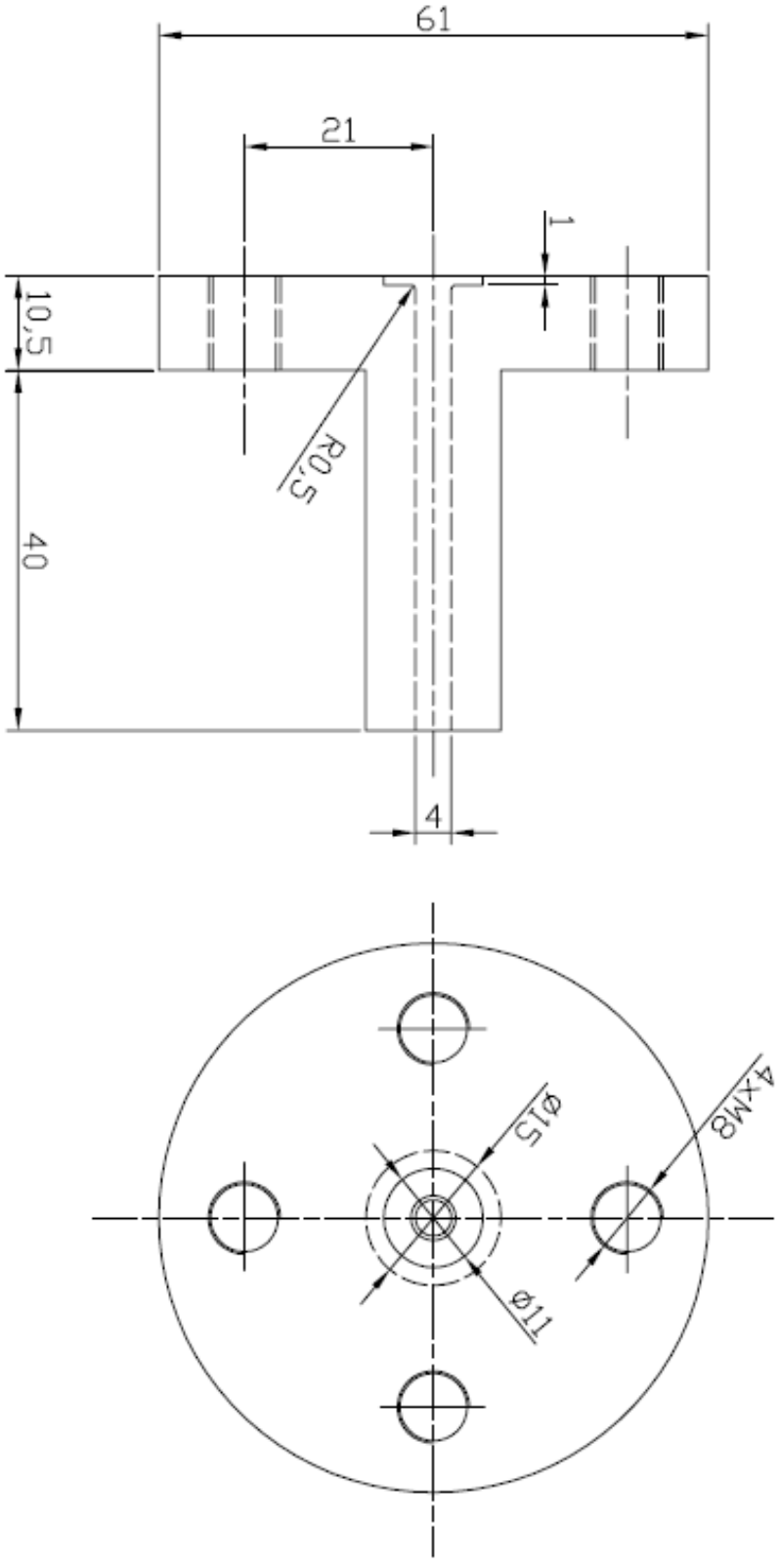



*Figura 115: Plano de la pieza inferior 1.*

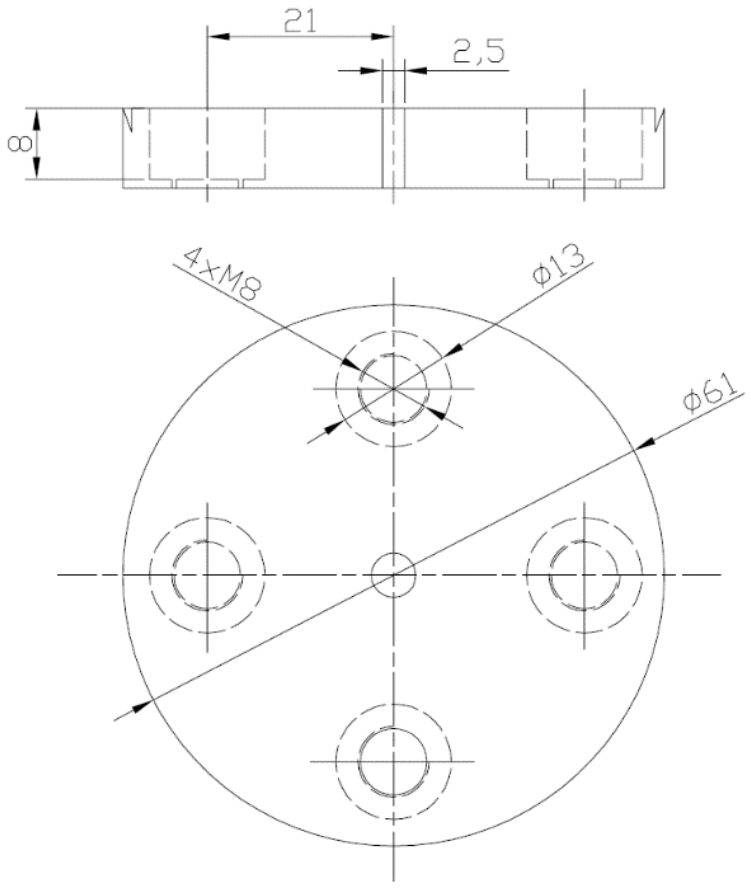



*Figura 116: Plano de la pieza inferior 2.*

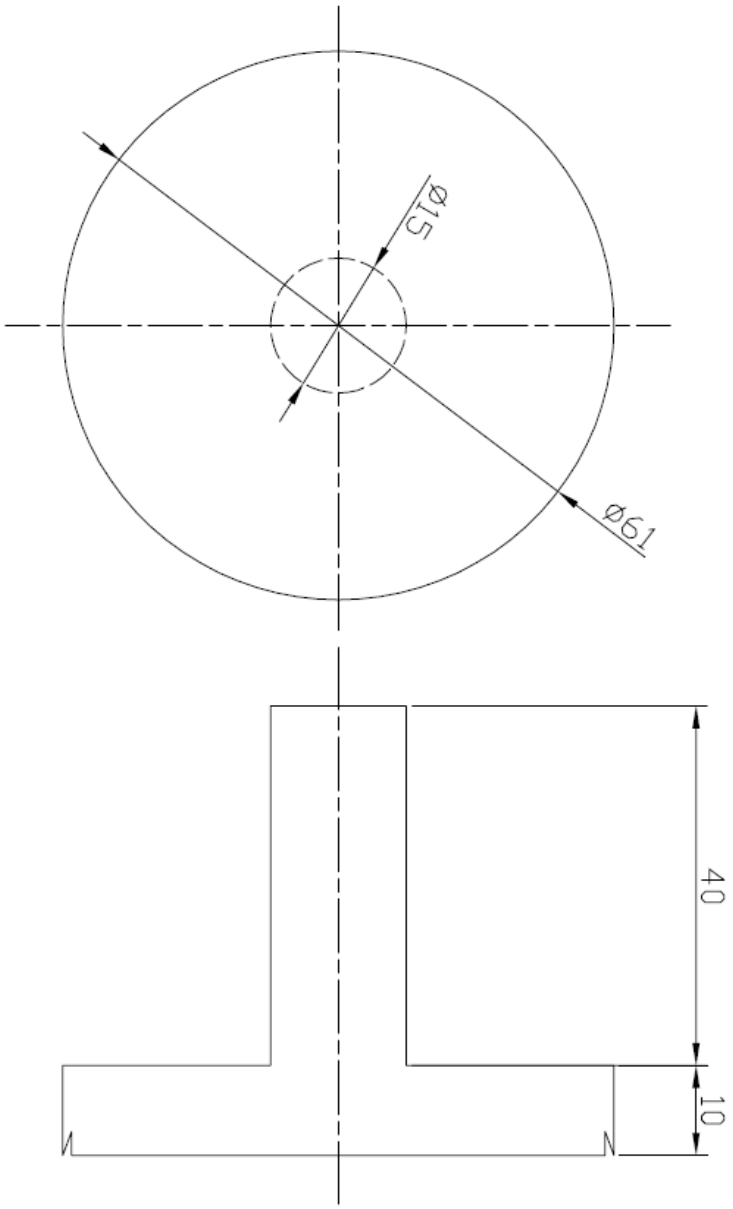



*Figura 117: Plano de la pieza superior.*

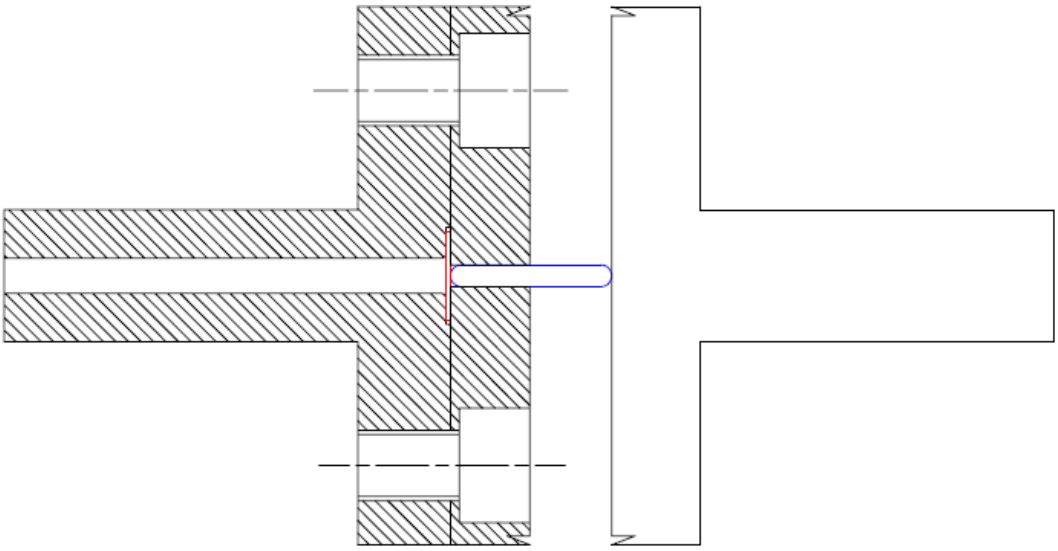


*Figura 118: Plano de conjunto.*

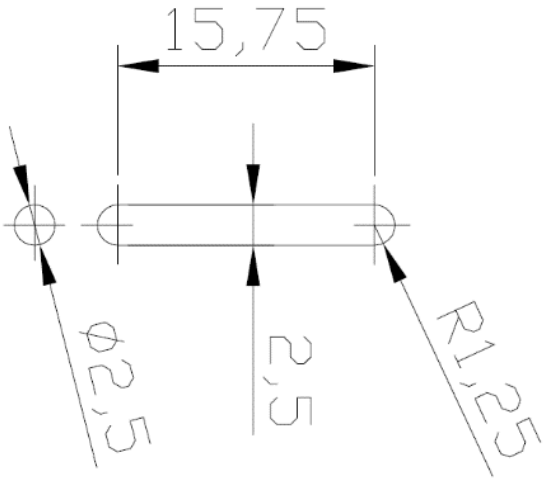
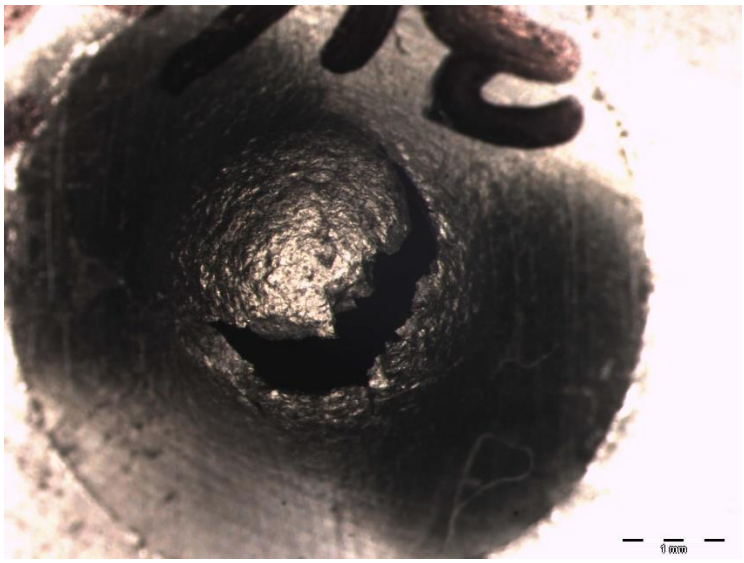



*Figura 119: Plano del Punzón.*

Una vez construido el utillaje necesario e instalado en la maquiana universal de ensayo, se ha procedido a mecanizar probetas de las calidades AISI 316L y AFPA, y a realizar el ensayo de las mismas.



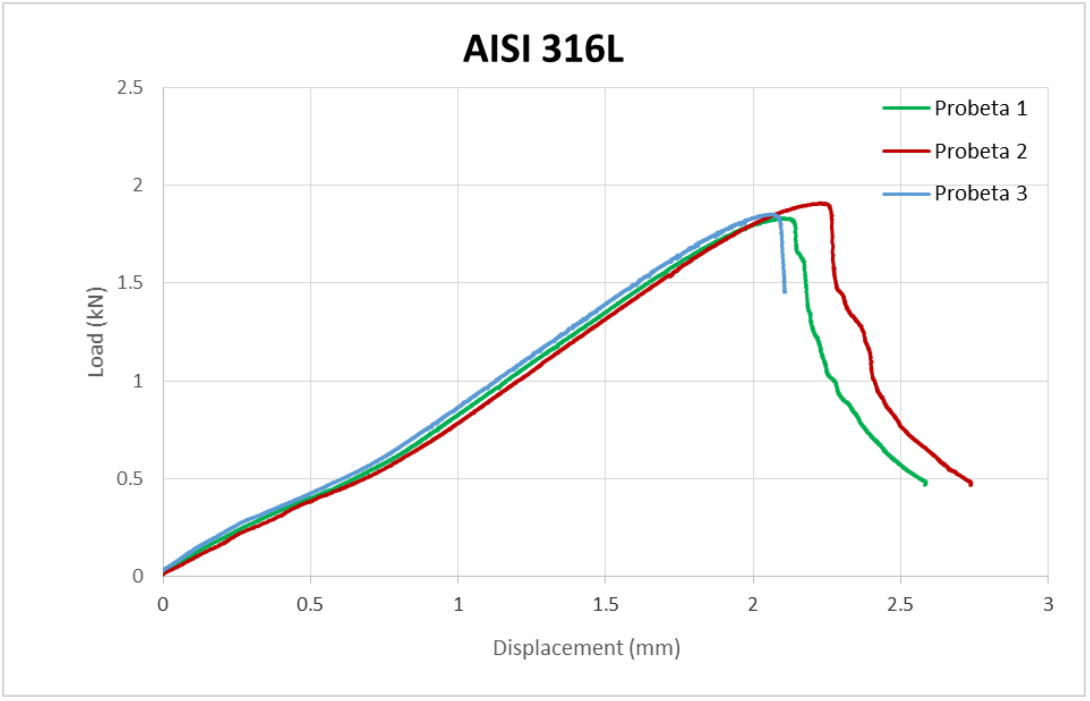
*(a)*



*(b)*

*Figura 120: (a) Detalle del utillaje durante el ensayo SPT. (b) Zona de rotura de una de las probetas ensayadas del acero AISI 316L.*

Se presentan a continuación las curvas obtenidas para cada uno de los materiales analizados.



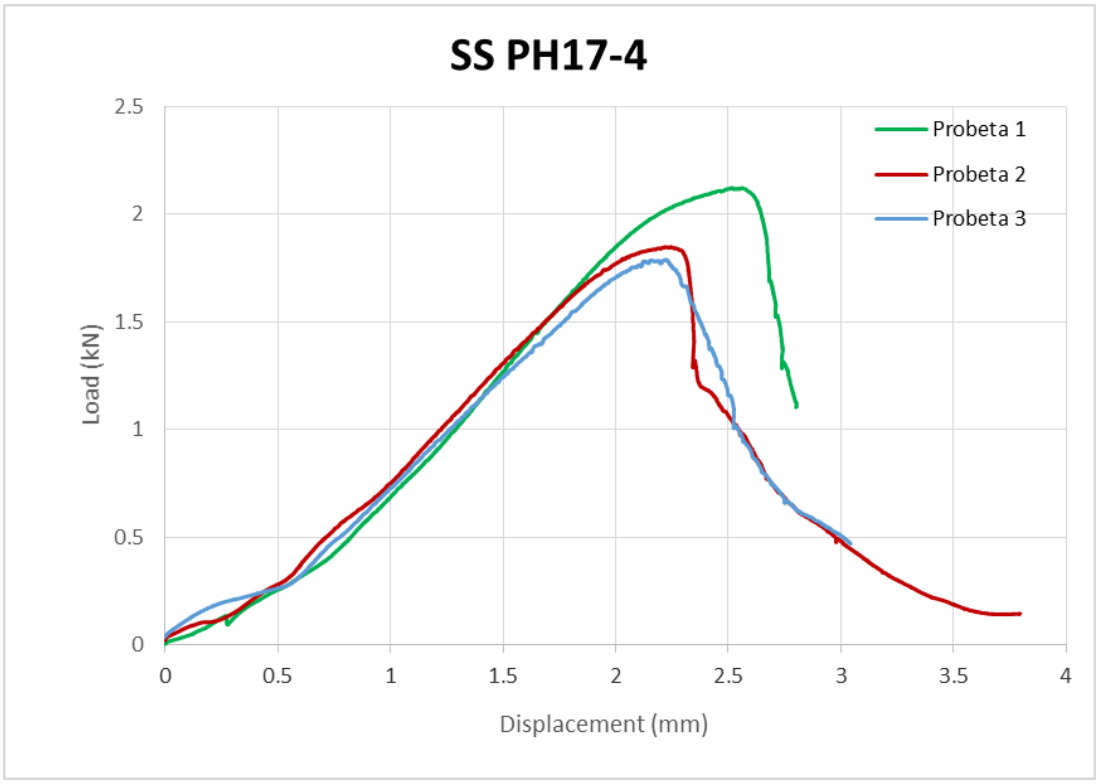




*Figura 121: Curvas obtenidas en el ensayo SPT para los materiales estudiados.*

Existen diferentes aproximaciones en la literatura para estimar el límite elástico y la carga de rotura en función a parámetros extraidos de la gráfica del ensayo SPT.

En el caso del limite elástico, el cálculo se ha realizado en base a la ecuación 1, comúnmente aceptada (aunque existen otras propuestas). El valor $P_Y$ es la denominada carrge de fluencia del

ensayo SPT, calculada como la transición entre las zonas I y II de la curva. Y los coeficientes $\alpha_1$ y $\alpha_2$ se obtienen de manera experimental.

*Ecuación 1*

$$\sigma_{ys} = \alpha_1 \frac{P_y}{t^2} + \alpha_2$$

Es en el cálculo de $P_y$ donde hay una mayor controversia. Se ha planteado distintas vías para determinar su valor. En este caso se ha optado por aplicar un offset de t/10, siendo t el espesor de la probeta y calcular el punto $P_y$ como el punto de corte entre esta recta y la curva obtenida del ensayo SPT.

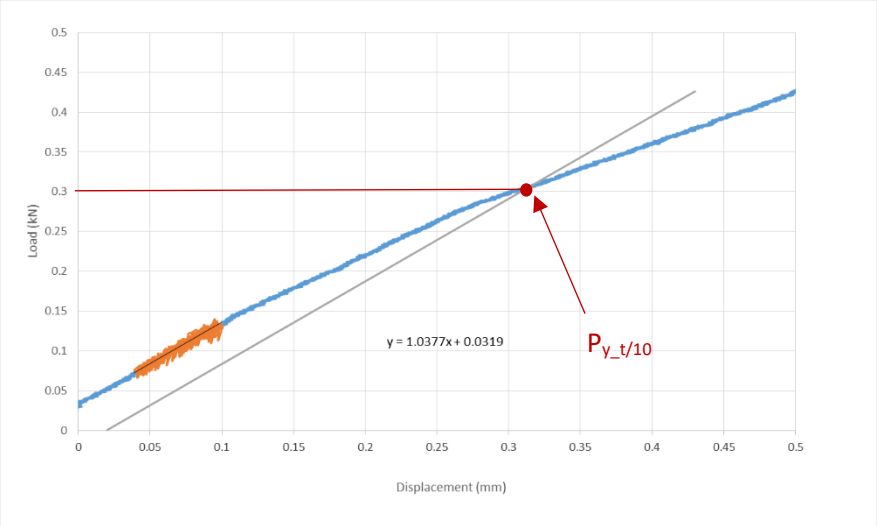



*Figura 122: Offset de valor t/10 que toma la pendiente de la zona I para el cálculo del parámetro Py.*

Una vez obtenido el valor $P_y$ para cada uno de los gráficos, es necesario conocer el valor de los coeficientes $\alpha_1$ y $\alpha_2$. Estos coificientes tienen en cuenta el material ensayado así como la rigidez de la maquina y utillaje. En el caso del AISI 316L, se han seleccionado los valores $\alpha_1$=0.36 y $\alpha_2$=0, de acuerdo con los trabajos realizados por Mao y Takahasi en aceros utilizados en la industria nuclear que posteriormente otros autores confirmaron sobre la calidad AISI 316L. Para el material AFPA, muy similar en composición al Eurofer 97, se utilizaran los coeficientes descritos por Ruan et al. para este último material. Estos son $\alpha_1$=0.413 y $\alpha_2$=149 MPa.

El cálculo de la carga de rotura se basa en una expresión muy similar a la del límite elástico, sin embargo en este caso el coeficiente $P_m$ resulta más sencillo de evaluar al tratarse de la carga máxima alcanzada durante el ensayo. La expresión que define este cálculo es la siguiente:

*Ecuación 2*

$$\sigma_{ut} = \beta_1 \frac{P_m}{t^2} + \beta_2$$

De igual modo, es necesario un ajuste mediante los coeficientes $\beta_1$ y $\beta_2$, en este caso su cálculo se realiza de forma empírica en función de los datos obtenidos en el ensayo de tracción.

En el caso del alargamiento, no ha podido establecerse una relación fiable entre los valores observados en el ensayo SPT y los obtenidos mediante ensayo de tracción.

En la tabla 45 se muestran los resultados del valor $P_y$ así como de los coeficientes utilizados y las referencias bibliográficas que en su caso se hayan utilizado para seleccionarlos.

*Tabla 43. Valores calculados del parámetro $P_y$ y coeficientes aplicados en su cálculo.*

| Muestra | $\alpha_1$ | $\alpha_2$ | Referencia (α) | $\beta_1$ | $B_2$ | Referencia (β) | $P_y$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| AFPA 1 | 0.413 | 149 | Ruan et Al. | 0.12 | - | Empírica | $P_y$ fuera de rango |
| AFPA 2 | 0.413 | 149 | Ruan et Al. | 0.12 | - | Empírica | 426 |
| AFPA 3 | 0.413 | 149 | Ruan et Al. | 0.12 | - | Empírica | 291 |
| AISI 316-1 | 0.36 | - | Mao et Takahasi | 0.086 | - | Empírica | 566 |
| AISI 316-2 | 0.36 | - | Mao et Takahasi | 0.086 | - | Empírica | 422 |
| AISI 316-3 | 0.36 | - | Mao et Takahasi | 0.086 | - | Empírica | 397 |

A partir de estos valores, se ha procedido a calcular el límite elástico y la carga de rotura de cada probeta. En la tabla siguiente se muestran estos valores, junto con los de referencia para el mismo material y técnica de fabricación, obtenidos en un ensayo de tracción convencional.

*Tabla 44. Límite elástico (Ys) y carga de rotura (UTS) calculados, así como valores de referencia.*

| Muestra | Ys (MPa) | Ys (MPa) Ref. | UTS (MPa) | UTS (MPa) Ref. |
|---|---|---|---|---|
| AFPA 1 | $P_y$ fuera de rango | 550 | 844 | 710 |
| AFPA 2 | 426 | | 712 | |
| AFPA 3 | 291 | | 709 | |
| AISI 316-1 | 566 | 468 | 637 | 573 |
| AISI 316-2 | 422 | | 614 | |
| AISI 316-3 | 397 | | 573 | |

Diversas conclusiones se han podido extraer tras la realización del ensayo SPT en los materiales estudiados. Por una parte, es necesario mejorar la estabilidad en el espesor de las muestras. Si bien, tanto para el límite elástico como para la carga de rotura, las ecuaciones elimina la influencia del espesor al dividir el valor $P_y$ y $P_m$ entre el propio espesor de la probeta (t), los coeficientes aplicados se seleccionan para un material y rigidez del conjunto. Si el espesor varia notablemente, estos coeficientes pueden no ajustar el resultado con la precisión adecuada. Por otro lado, la sensibilidad de la lectura en la carga es de gran importancia. Debido al ruido obtenido durante los ensayos, ha sido necesario aplicar un filtro que suavizase las curvas resultantes, causando posibles desviamientos, especialmente en la zona elástica, más afectada por el pequeño tamaño de la zona

en la que debe analizarse este comportamiento. En futuros ensayos podría utilizarse una célula de carga con un rango que dé más precisión en bajas cargas como las aplicadas para el ensayo SPT.

Los resultados presentan cierta variabilidad, más acusada en el límite elástico, seguramente debido a la dificultad de calcular con precisión el parámetro $P_y$. Partiendo de estos resultados y de las conclusiones extraídas durante el ensayo, en próximos trabajos se modificará la célula de carga utilizada para obtener una mayor precisión en la obtención del parámetro $P_y$, se realizará una batería de ensayos con un mayor número de muestras y se asegurará la homogeneidad del espesor de las muestras a utilizar.

### 3.6.3.3 Factores de influencia sobre el acabado superficial en muestras LB-PBF

En un principio se había planteado estudiar la influencia del acabado superficial sobre la vida a fatiga de un componente impreso. Sin embargo, se ha observado que el acabado superficial no es uniforme en toda la geometría de las piezas impresas y teniendo en cuenta el enfoque global de la tarea 4.3, donde se estudia la evolución de las propiedades en función de la geometría, se ha considerado enfocar el estudio sobre la evolución del acabado superficial en función de la geometría y factores asociados al proceso LB-PBF. Para ello se han diseñado una serie de probetas que tienen en cuenta parámetros como la posición, el ángulo o la orientación de la superficie. Se ha utilizado microscopía confocal para caracterizar la superficie en 3 dimensiones y se ha hecho una comparativa en función de los parámetros superficiales resultantes.

En el caso de la calidad comercial AISI 316L se ha diseñado una probeta con forma esférica y 46 caras.

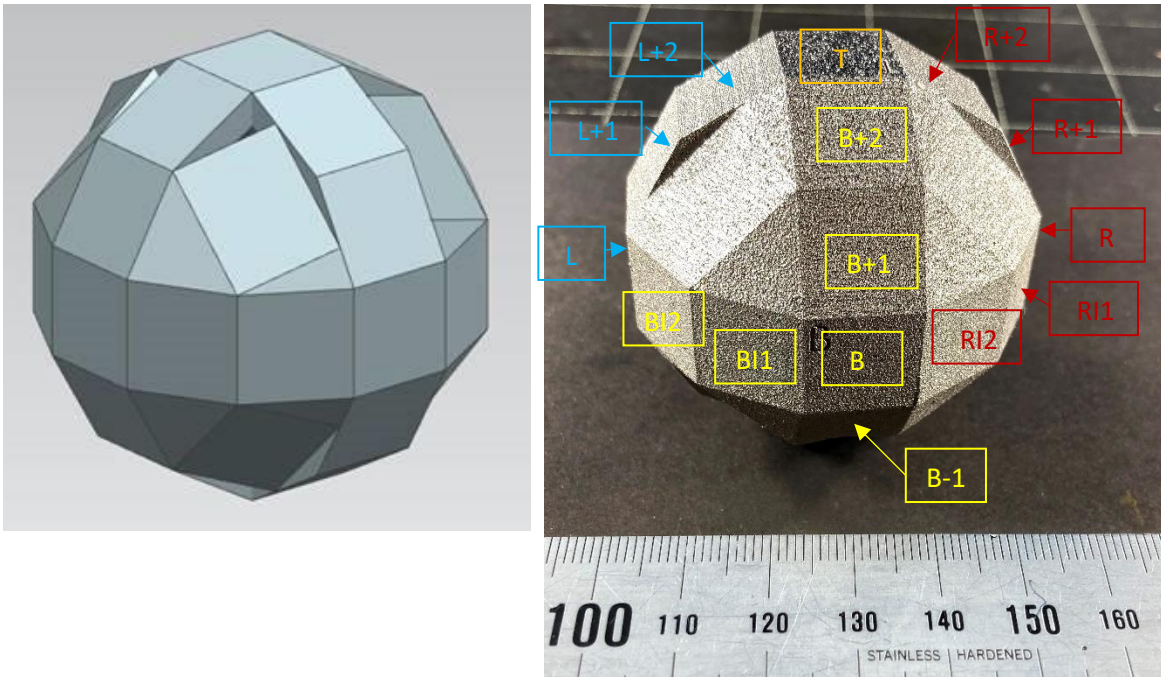



*Figura 123: Calidad AISI 316L. Probeta esférica destinada a medir el estado superficial en función de diferentes localizaciones y orientaciones.*

De las 46 caras se han analizado las 25 más representativas. Ha sido necesario establecer un sistema de codificación para cada una de ellas. El sistema se basa en la posición que ocupa cada cara respecto a la posición en la cama de impresión. Hay 5 letras principales; B (Back), F (Front), R (Right), L (Left) y T (Top). A continuación se le añade un sufijo en función de la posición que ocupen respecto a la cara cuya letra les sirve de referencia. En la figura superior se observa en amarillo las caras de la familia B (Back) y las que se referencian en función a ella. Dos superiores (+1, +2), una inferior (-1) y dos más a su izquierda (I1, I2). El mismo sistema se utiliza para las letras R, L y F. Con esta codificación se han registrado las 25 caras analizadas de la esfera. La posición también se ha relacionado con el flujo de gas y la posición del recoater como se observa en la imagen inferior.

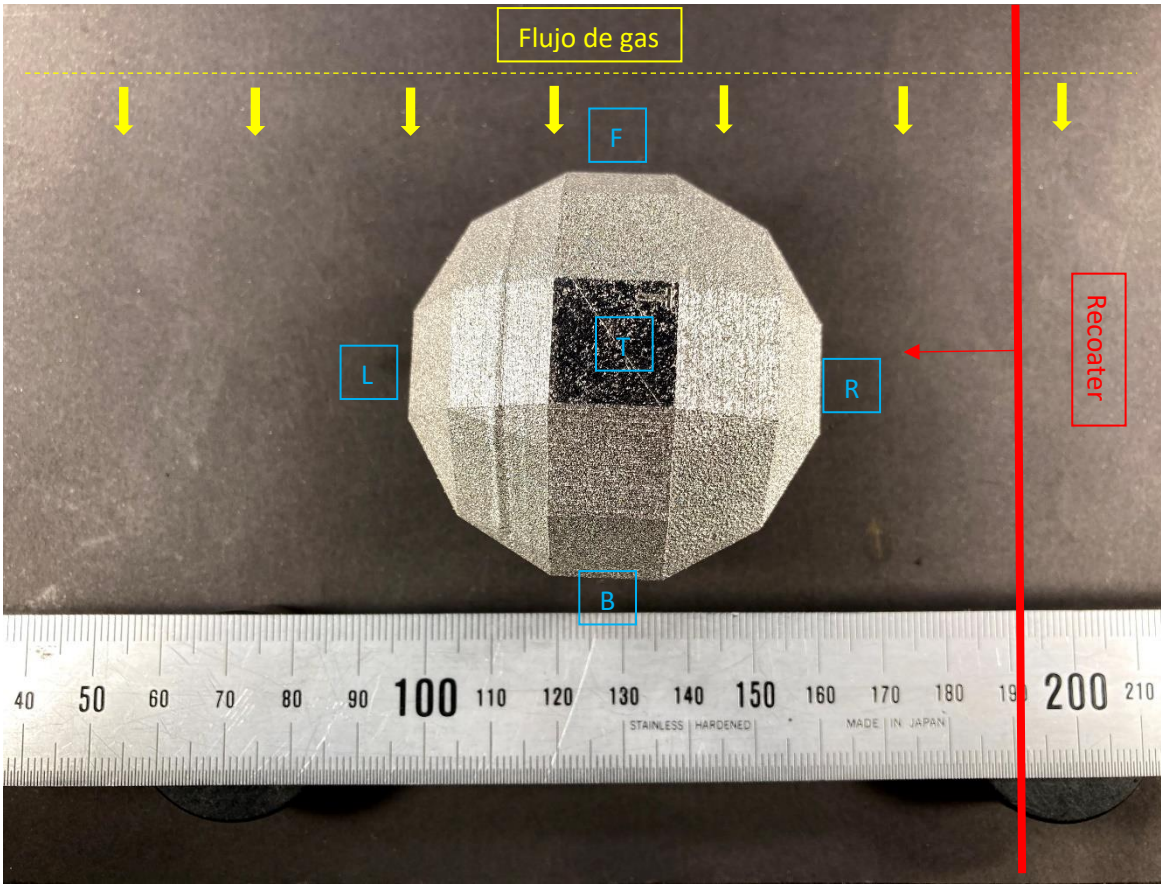



*Figura 124: Calidad AISI 316L. Posicionamiento de la probeta esférica respeto al flujo de gas y al recoater durante el proceso de fabricación.*

Sobre cada una de las caras analizadas, se ha realizado una caracterización mediante microscopía confocal. Esta técnica permite mediante un haz laser emitido por un microscopio, recrear un modelo 3d de la superficie analizada con amplio detalle. Además el software Leica Map permite realizar un análisis y obtener los parámetros de rugosidad más importantes, tanto a nivel de perfil bidimensional (parámetro Ra), como a nivel de superficie tridimensional (parámetro Sa).

**Ra**: Es el valor medio de los valores absolutos de las alturas del perfil, respecto de la línea media, en la longitud de evaluación, tomando como base la curva R (filtrada). Gráficamente, Ra representa

el lado del rectángulo que tiene la misma área que las irregularidades del perfil. Se mide según la norma ISO 4287.

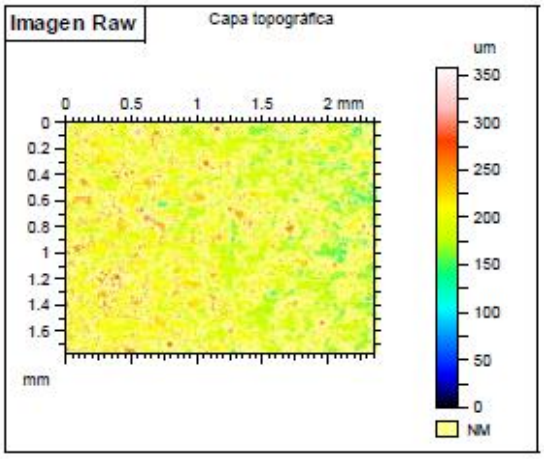
**Sa**: Se trata de un parámetro similar a Ra pero con la salvedad de que representa una superficie en lugar de un perfil lineal. Se calcula tomando una superficie filtrada. Se mide según la norma ISO 25178.

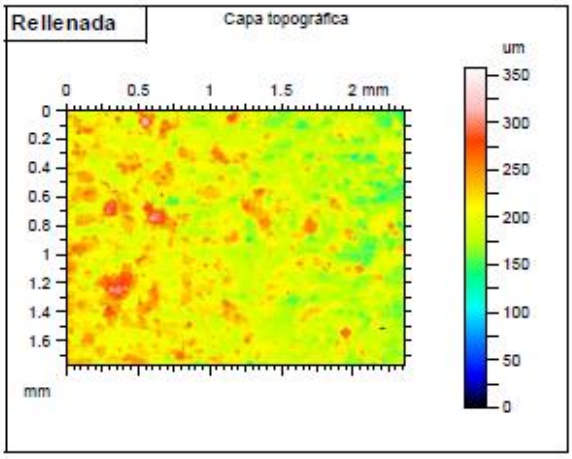


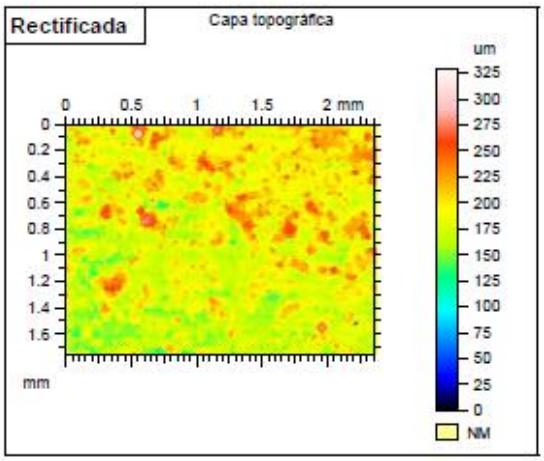

*Figura 125: Calidad AISI 316L. Probeta esférica durante el estudio de una de sus caras mediante microscopía confocal.*

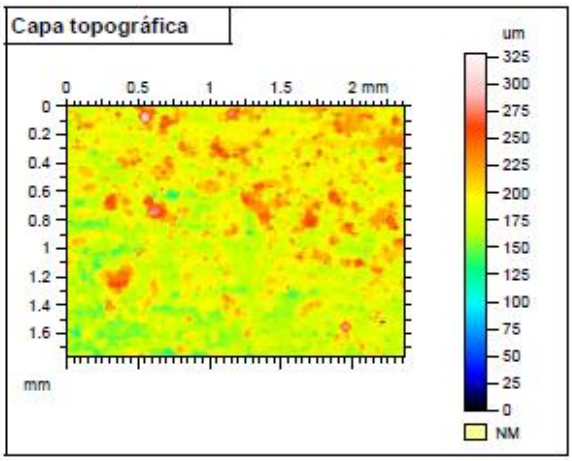
Para cada una de las caras se ha generado un informe completo de la superficie donde se realizan los filtrados necesarios y se calculan, entre otros, los valores de rugosidad superficial más importantes mencionados.

A modo de ejemplo, se muestra uno de los 25 informes realizados. En este caso corresponde a la cara codificada como R.

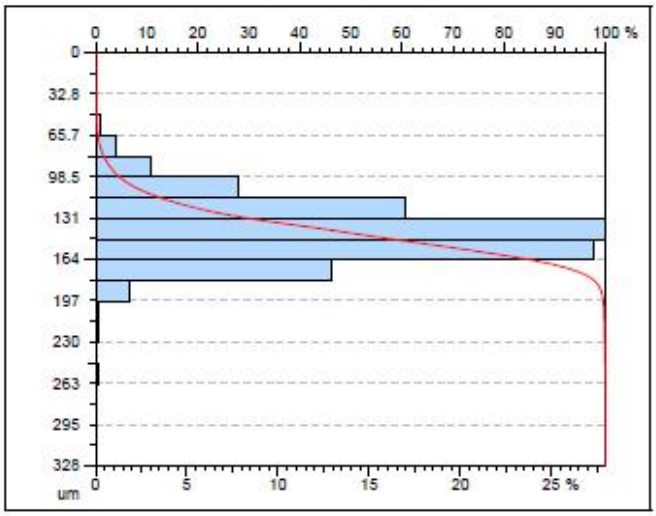


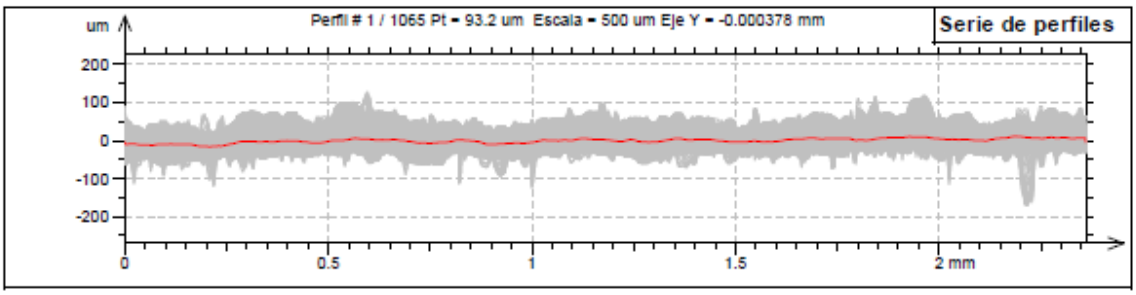

**Curva Abbott-Firestone**

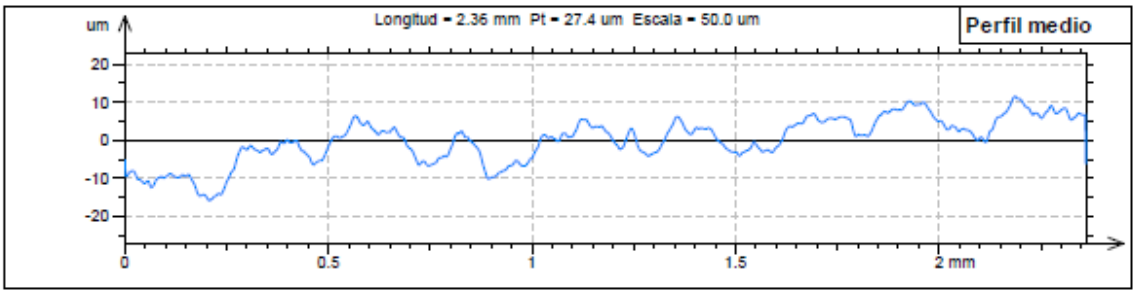



**Parámetros de superficie 3D**

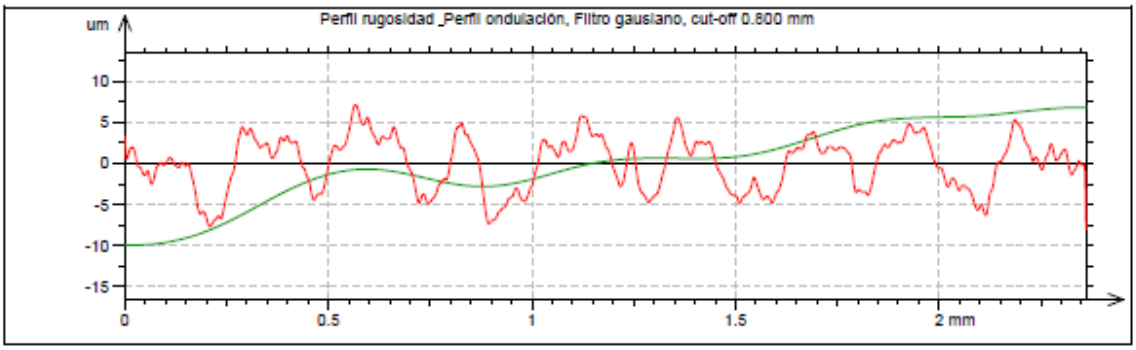
| ISO 25178 | | |
|---|---|---|
| Parámetros de altura | | |
| **Sa** | 18.4 | um |
| **Sq** | 23.9 | um |
| **Sz** | 328 | um |
| **Ssk** | 0.283 | |
| **Sku** | 4.92 | |
| **Sp** | 142 | um |
| **Sv** | 187 | um |

Leica Map DCM 3D 6.2.7106



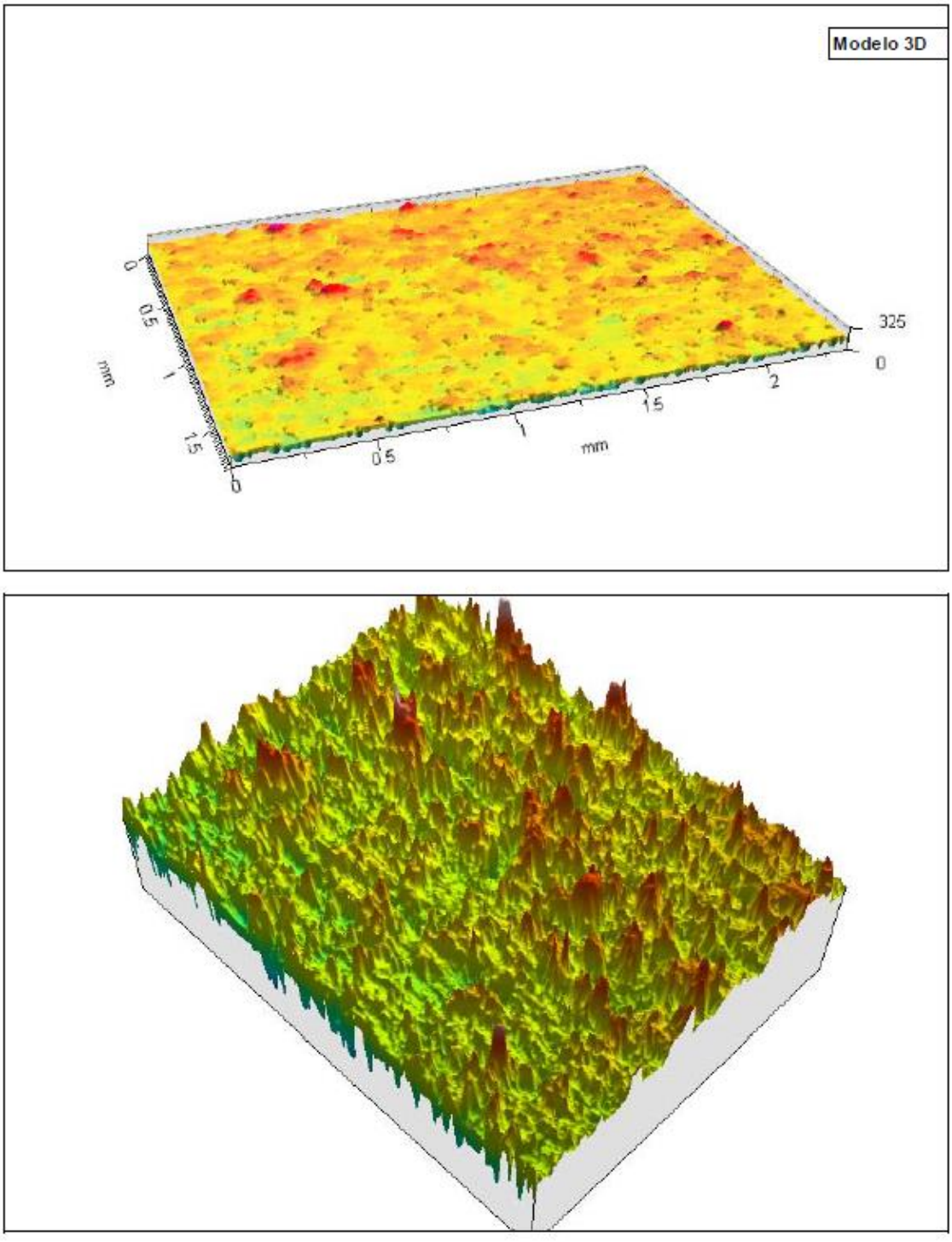




Rugosidad (Rojo, [R]) y Ondulación (Verde [W])




| ISO 4287 | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Parámetros de amplitud – Perfil de rugosidad | | | | |
| **Ra** | 3.16 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Desviación Media Aritmética del Perfil rugosidad* |
| **Rp** | 6.91 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Máxima Altura Pico Perfil rugosidad* |
| **Rv** | 7.57 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Máxima Profundidad Valle Perfil rugosidad* |
| **Rz** | 14.5 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Altura Máxima del Perfil rugosidad* |
| **Rc** | 9.76 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Altura media de los elementos del perfil rugosidad.* |
| **Rt** | 14.5 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Altura Total Perfil rugosidad* |
| **Rq** | 3.60 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Desviación Raiz-Media-Cuadrática (RMS) Perfil rugosidad* |
| **Rsk** | -0.207 | | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Distorsión del Perfil rugosidad* |
| **Rku** | 1.93 | | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Kurtosis del Perfil rugosidad* |
| Parámetros de relación de material - Perfil rugosidad | | | | |
| **Rmr** | 1.06 | % | *c = 1 um bajo el pico máximo, Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Índice de Material relativo del Perfil rugosidad* |
| **Rdc** | 6.60 | um | *p = 20%, q = 80%, Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Diferencia Altura Secciones Perfil rugosidad* |
| Parámetros de amplitud – Perfil de ondulación | | | | |
| **Wa** | 1.91 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Desviación Media Aritmética del Perfil ondulación* |
| **Wq** | 2.12 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Desviación Raiz-Media-Cuadrática (RMS) Perfil ondulación* |
| **Wz** | 3.60 | um | *Filtro gaussiano, 0.8 mm* | *Altura Máxima del Perfil ondulación* |

Leica Map DCM 3D 6.2.7106




Leica Map DCM 3D 6.2.7106

*Figura 126: Calidad AISI 316L. Informe de la caracterización mediante microscopía confocal de la cara R.*

Los resultados del análisis realizado sobre las 25 caras se resumen en la siguiente tabla.

*Tabla 45. Valores de los principales parámetros de rugosidad superficial analizados para cada una de las caras en la probeta de acero AISI 316L.*

| Codificación | Sa | Ra |
|---|---|---|
| T | 23.20 | 1.91 |
| B | 23.5 | 3.31 |
| B-1 | 19.9 | 3.55 |
| B+1 | 34.9 | 5.42 |
| B+2 | 36.5 | 6.77 |
| BI1 | 17 | 3.33 |
| BI2 | 15.3 | 4.21 |
| F | 21.8 | 3.15 |
| F-1 | 31.4 | 5.44 |
| F+1 | 23.2 | 3.14 |
| F+2 | 19.4 | 2.53 |
| FI1 | 21.6 | 2.45 |
| FI2 | 26.2 | 2.78 |
| L | 27.5 | 4.51 |
| L-1 | 31.9 | 5.02 |
| L+1 | 32 | 5.14 |
| L+2 | 49 | 9.41 |
| LI1 | 26.8 | 2.55 |
| LI2 | 21.5 | 4.73 |
| R | 18.4 | 3.16 |
| R-1 | 19.4 | 3.82 |
| R+1 | 22.1 | 5.54 |
| R+2 | 27.2 | 4.29 |
| RI1 | 17.9 | 2.39 |
| RI2 | 20.5 | 5.97 |

Para poder observar con más claridad las tendencias, se ha establecido una escala de colores que representa en tonos rojizos los valores más altos y en tonos verde oscuro los valores más bajos.

Conviene recordar que el valor Sa es un parámetro que caracteriza una superficie, por tanto su valor puede ser más representativo que Ra en casos donde existan importantes variaciones superficiales a nivel local. Será el principal parámetro que tomaremos como referencia y en el que nos

basaremos para deducir las conclusiones que arroja el análisis realizado. Si bien, las tendencias entre ambos valores son similares salvo excepciones puntuales.

Vamos a dividir el análisis en función a dos factores, por un lado el ángulo que presentan las caras respecto a la vertical y por otro la orientación que tienen respecto al flujo de gas y recoater.

En primer lugar, respecto al ángulo de las caras analizadas, existe una tendencia en la que las caras cuyo ángulo difiere de la verticalidad tengan un acabado superficial más grosero que las contenidas en un plano vertical. No es un dato que sorprenda puesto que el proceso LB-PBF se desarrolla aplicando capas sucesivas cuyo espesor se encuentra habitualmente entre las 20 y 60 µm. Estas capas, en paredes no verticales, tienen influencia sobre el acabado superficial de estas zonas. A mayor espesor de capa, peor acabado superficial.

Por otro lado, considerando la orientación de cada cara, el mejor comportamiento se presenta en la zona más alejada del flujo de gas y cercana al recoater. Par ilustrar esto, señalaremos la zona en una imagen similar a la utilizada para señalar las zonas de la probeta y marcaremos en verde las zonas con menores valores de rugosidad (mejor calidad superficial) y en rojo las zonas con índices Sa más altos.

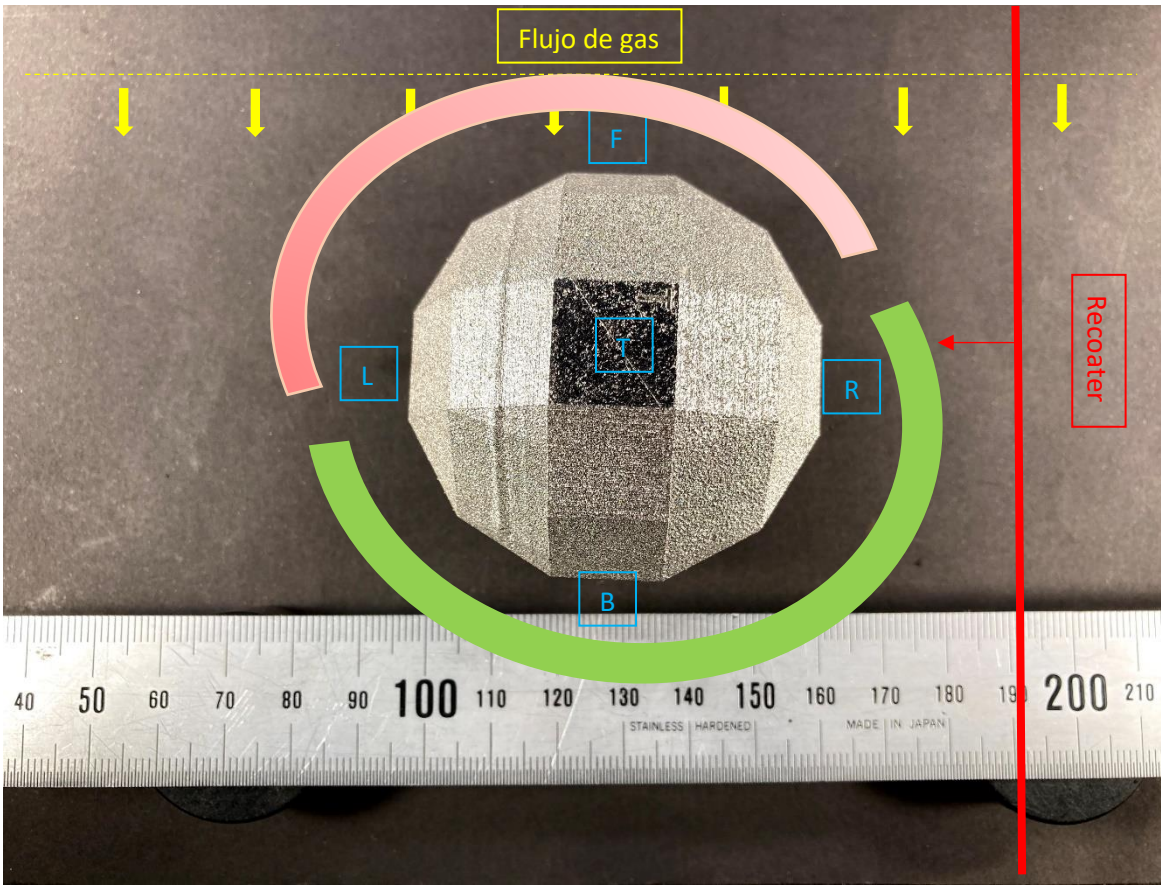



*Figura 127: Calidad AISI 316L. Representación de las zonas con mayor y menor rugosidad Sa en función de la posición del componente impreso.*

A tenor de los resultados, parece que el frente de flujo de gas puede tener cierta influencia sobre el acabado superficial del componente. Esto puede deberse a que pequeñas partículas de polvo

pueden ser arrastradas por este flujo hacia el frente de solidificación de la capa sinterizada. Por el contrario, las partes menos afectas son las que quedan protegidas por la propia pieza, que al evitar tener zonas de polvo libre por delante (en la dirección en la que viene el flujo de gas), reduciría la adherencia de partículas que provocan el incremento en la rugosidad.

En el caso de la aleación AFPA, se ha utilizado la misma probeta multifunción de la que presentamos en el capítulo 3.2.2.1 para el estudio de propiedades en función de su geometría. En este caso se ha aprovechado los distintos ángulos de inclinación de las cabezas formadas por conos truncados. Los ángulos que estas presentan respecto a la vertical son los siguientes; para el cilindro Grande 37º, el Mediano 12º y el Pequeño 8º. La tecnología LB-PBF permite fabricar paredes con un ángulo máximo de aproximadamente 45º respecto a la vertical. A partir de ese ángulo, el material no es capaz de autosoportarse y requiere de soportes que sustenten el material en su posición y eviten desviaciones geométricas o descuelgues.

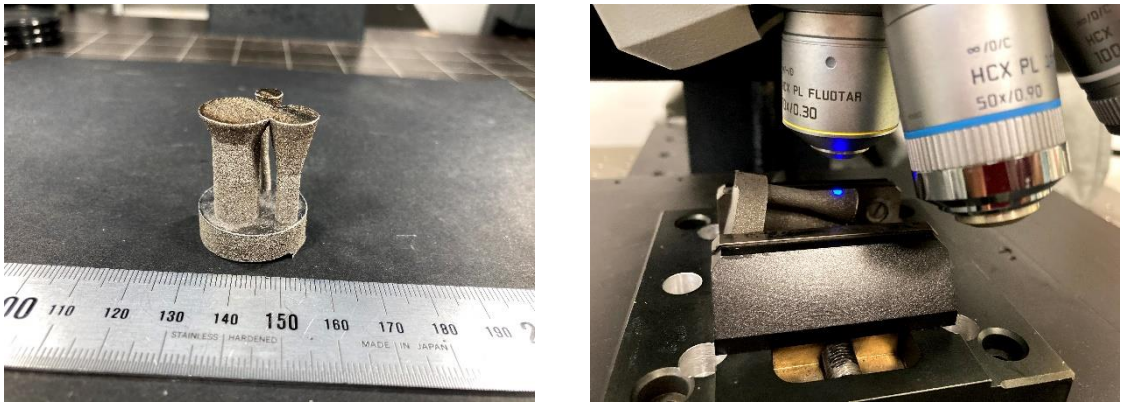
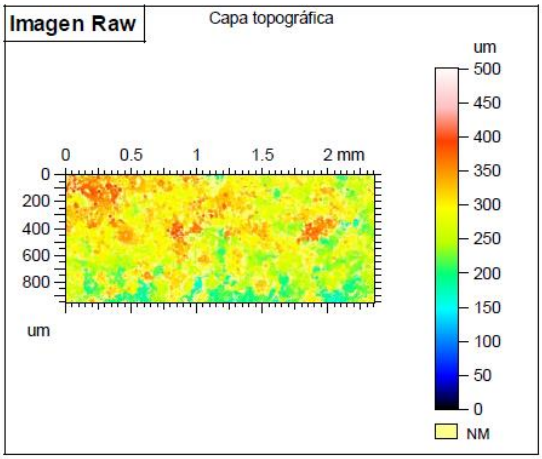
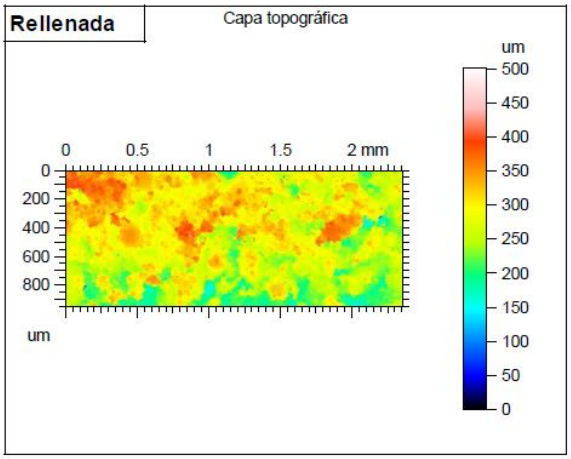
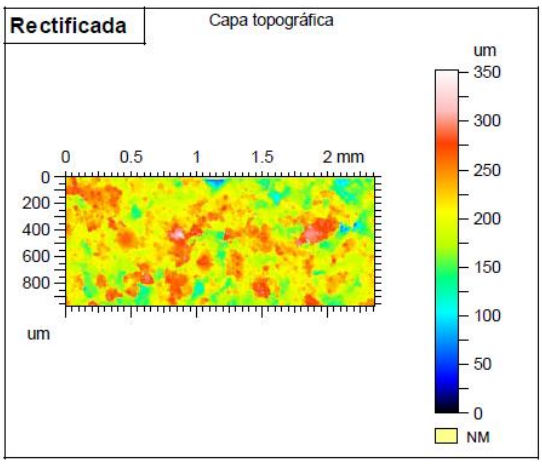


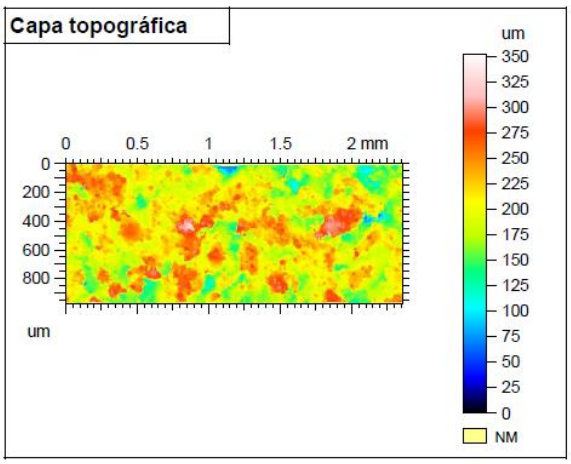

*Figura 128: Calidad AFPA. Pieza multifunción caracterizada mediante microscopía confocal.*

El análisis mediante microscopía confocal es similar al realizado para el material ASIS 316L en el caso de la probeta esférica de 46 caras. En el caso de las tres angulaciones estudiadas en la probeta multifunción fabricada en el acero experimental AFPA, se ha generado un informe para cada uno de los ángulos analizados. A continuación se presenta, a modo de ejemplo, el correspondiente al ángulo de 12º.

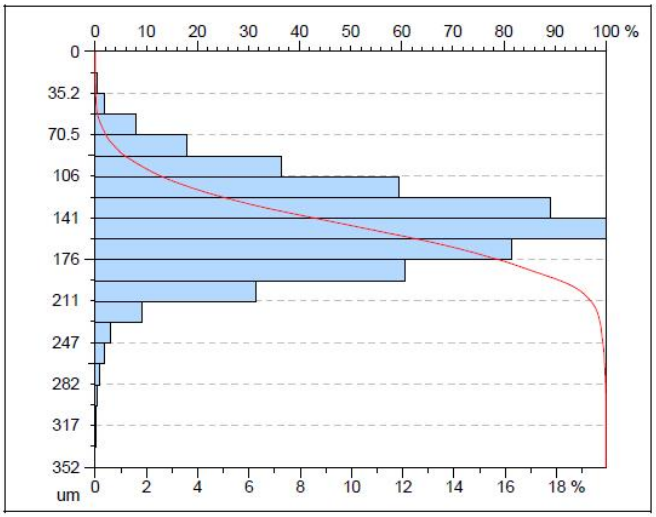


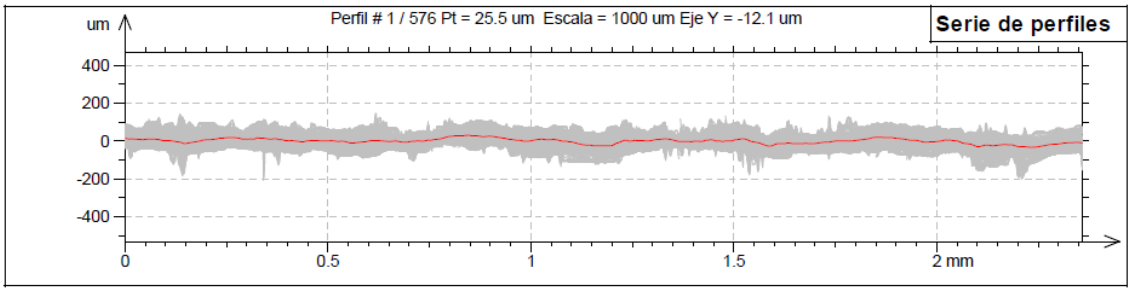

**Curva Abbott-Firestone**

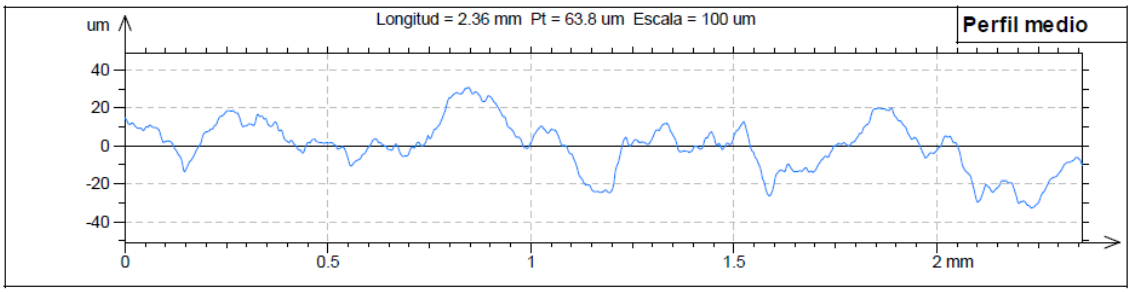



**Parámetros de superficie 3D**

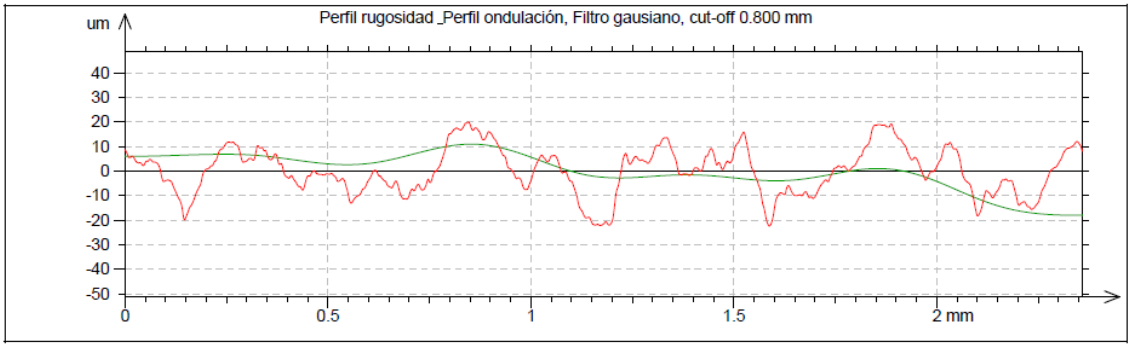
| ISO 25178 | | |
|---|---|---|
| Parámetros de altura | | |
| **Sa** | 28.8 | um |
| **Sq** | 36.4 | um |
| **Sz** | 352 | um |
| **Ssk** | 0.00559 | |
| **Sku** | 3.25 | |
| **Sp** | 147 | um |
| **Sv** | 205 | um |

Leica Map DCM 3D 6.2.7106




**Rugosidad (Rojo, [R]) y Ondulación (Verde [W])**




| ISO 4287 | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Parámetros de amplitud – Perfil de rugosidad | | | | |
| **Ra** | 8.18 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Media Aritmética del Perfil rugosidad* |
| **Rp** | 19.8 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Máxima Altura Pico Perfil rugosidad* |
| **Rv** | 22.4 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Máxima Profundidad Valle Perfil rugosidad* |
| **Rz** | 42.2 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Máxima del Perfil rugosidad* |
| **Rc** | 29.0 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura media de los elementos del perfil rugosidad.* |
| **Rt** | 42.5 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Total Perfil rugosidad* |
| **Rq** | 10.4 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Raiz-Media-Cuadrática (RMS) Perfil rugosidad* |
| **Rsk** | -0.348 | | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Distorsión del Perfil rugosidad* |
| **Rku** | 2.69 | | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Kurtosis del Perfil rugosidad* |
| Parámetros de relación de material - Perfil rugosidad | | | | |
| **Rmr** | 1.06 | % | *c = 1 um bajo el pico máximo, Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Índice de Material relativo del Perfil rugosidad* |
| **Rdc** | 16.8 | um | *p = 20%, q = 80%, Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Diferencia Altura Secciones Perfil rugosidad* |
| Parámetros de amplitud – Perfil de ondulación | | | | |
| **Wa** | 4.22 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Media Aritmética del Perfil ondulación* |
| **Wq** | 5.10 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Raiz-Media-Cuadrática (RMS) Perfil ondulación* |
| **Wz** | 13.6 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Máxima del Perfil ondulación* |

Leica Map DCM 3D 6.2.7106

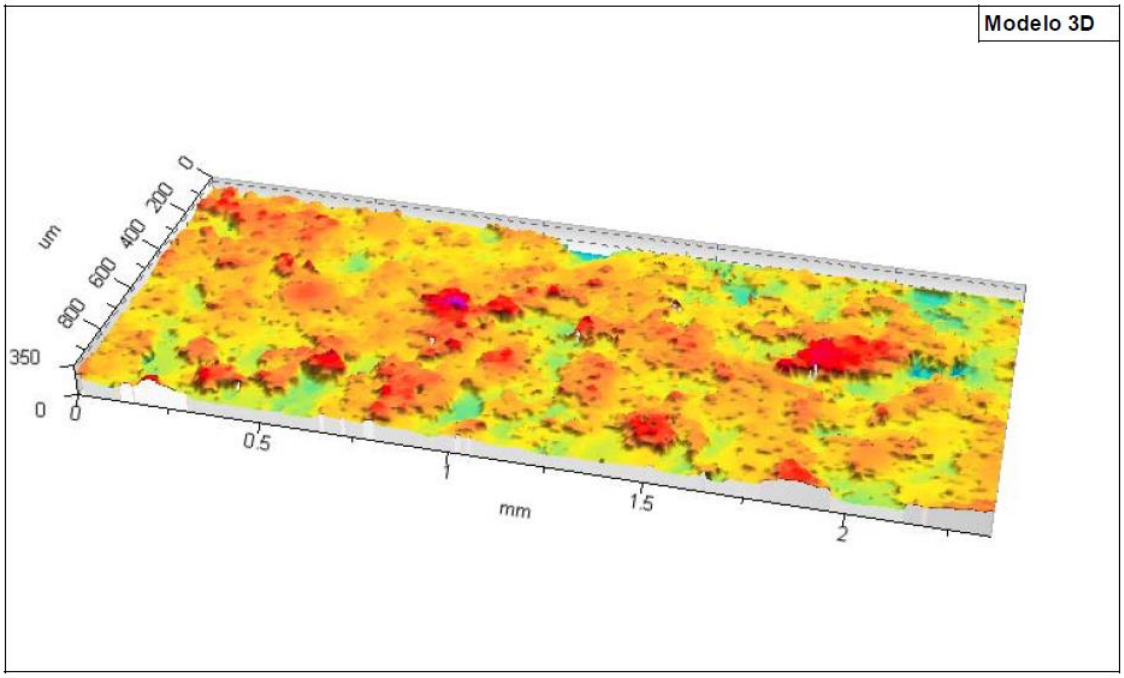



*Figura 129: Calidad AFPA. Informe obtenido mediante microscopía confocal para el ángulo de inclinación de 12º respecto a la vertical.*

Los resultados del análisis realizado sobre los 3 ángulos se resumen en la siguiente tabla.

*Tabla 46. Valores de los parámetros de rugosidad superficial Sa y Ra analizados para cada uno de los ángulos estudiados en la probeta de acero AFPA.*

| Codificación | Sa | Ra |
|---|---|---|
| G 37º | 31.1 | 9.69 |
| M 12º | 28.8 | 8.18 |
| P 8º | 29.5 | 5.42 |

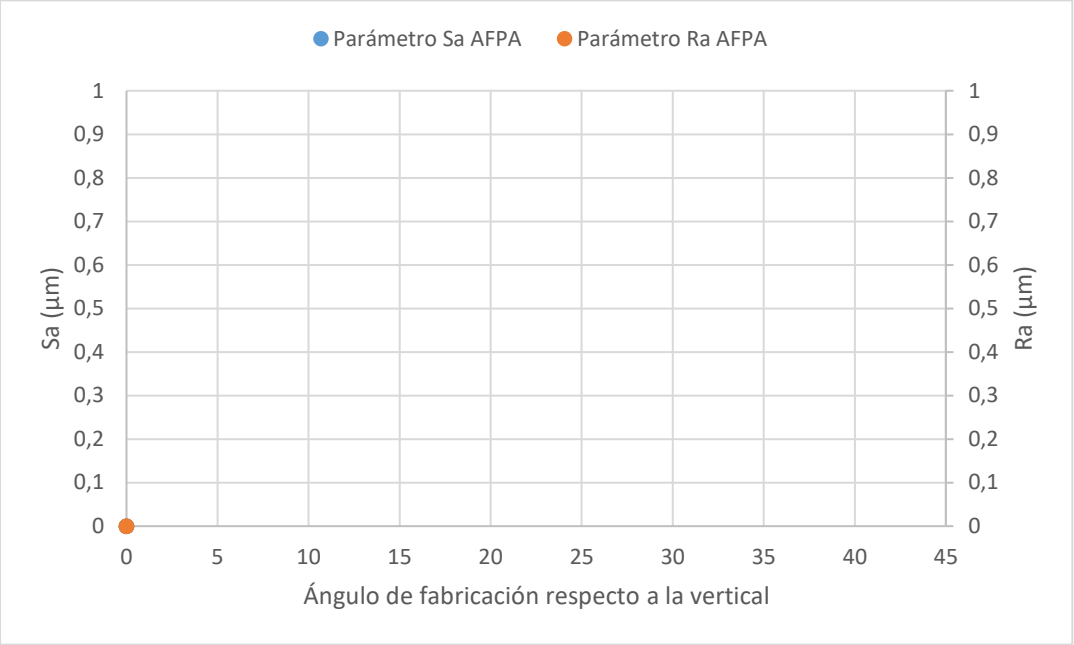



*Figura 130: Calidad AFPA. Resultados Sa y Ra graficados en función del ángulo de fabricación.*

En la representación gráfica de los resultados, obtenidos en función del ángulo de fabricación respecto a la vertical, se observa una clara tendencia a elevar el grado de rugosidad presente en la pared final fabricada a medida que se aleja de la verticalidad (0º). En función de la aplicación objetivo, este incremente ha de ser tenido en cuenta, especialmente en las partes de difícil acceso para un posible post-tratamiento, como son los canales internos. Los datos resultantes son especialmente útiles a la hora de modelizar flujos de refrigeración en piezas que incluyan este tipo de canales internos, uno de los principales nichos de las tecnologías de fabricación aditiva.

## 3.7 CARACTERIZACIÓN DE PROTOTIPOS Y PIEZAS FINALES (hito 5)

En esta parte del proyecto estudiamos el comportamiento de prototipos y piezas finales producidos con los materiales y técnicas seleccionadas a lo largo de las tareas anteriores. Se ha divido el trabajo a realizar en tres tareas distinguibles. En primer lugar, caracterizar las tensiones residuales presentes en un componente concreto. En segundo término, definir y ejecutar de una serie de ensayos sobre el prototipo final que tengan en cuenta el conocimiento generado a lo largo del proyecto. Por último se ejecutará un ensayo de simulación de condiciones reales sobre prototipo o pieza final.

### 3.7.1 Puesta a punto de ensayos para la determinación del nivel de tensiones residuales en piezas elaboradas por fabricación aditiva

A lo largo de esta tarea, se lleva a cabo dos caracterizaciones sobre un componente del material SS PH17-4 diseñado para trabajar en una línea industrial. La primera de ellas para observar las tensiones residuales presentes en el componente y, la segunda, cuyo objetivo es obtener un mapa

de las deformaciones reales sobre el mismo. Se trata de un componente susceptible de fallo por fatiga debido a las vibraciones producidas sobre el mismo y a la rigidez de su conexión.

En primer lugar se ha realizado la puesta a punto el método del agujero ciego. Puesto que las tensiones residuales juegan un papel importante en el comportamiento a fatiga (conjuntamente con otros factores), conocer el estado tensional y desarrollar una correlación con componentes fabricados por LB-PBF resulta clave para avanzar en la industrialización de los mismos.

El método del agujero ciego se emplea para determinar las tensiones residuales cercanas a la superficie en materiales elástico-lineales e isótropos. Para ello, se debe instalar en la zona de ensayo una roseta que dispone de 3 galgas extensométricas, a continuación se realiza un taladro en el punto de intersección de los ejes de las 3 galgas y se miden las deformaciones a medida que se elimina material por mecanizado de un agujero.

El principio de funcionamiento mediante el cual se miden las deformaciones en el material (proporcionales a las tensiones según la ley de Hooke) se basa en el cambio de resistencia eléctrica de un conductor al alargarse o acortarse. Cada rejilla de la galga, íntimamente adherida a la muestra a ensayar, es un conductor arrollado que se comporta como una resistencia eléctrica variable; de modo que al expandirse la muestra a ensayar, el conductor eléctrico incrementa su longitud y disminuye su sección incrementándose por tanto su resistencia eléctrica. Por el contrario, cuando el material se contrae la resistencia del conductor disminuye. Para poder medir con precisión esos cambios de resistencia se emplea el puente de Wheatstone.

Por otra parte, el taladrado del agujero consigue, al retirar material, que las zonas colindantes vean modificado su estado tensional, redistribuyéndose las tensiones para acomodarse a la nueva geometría local. Las variaciones de deformación registradas en las galgas extensométricas durante el proceso de taladrado permiten el cálculo de las tensiones residuales.

En nuestro caso, tanto estas ecuaciones como el método completo de ensayo se hacen de acuerdo a la norma ASTM E837-13 para tensiones no uniformes en el sentido del espesor, para aplicar este método se supone que el espesor en la zona de medida es mayor de 5.13 mm. Se aplica la corrección de Tikhonov y del chaflán de la fresa.

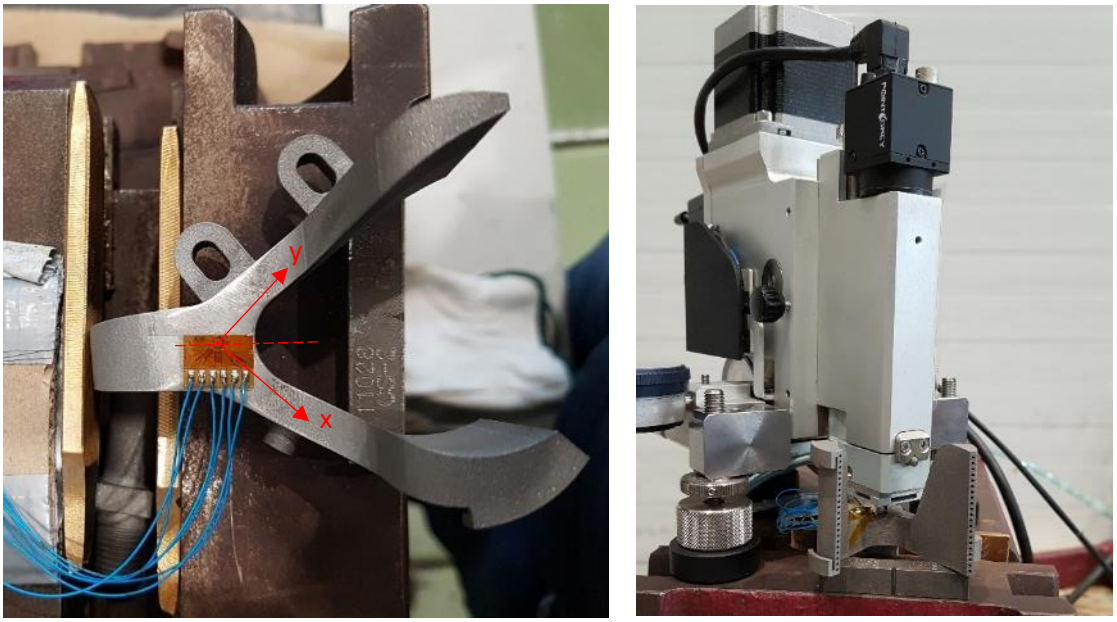
La medida de las tensiones se realiza por medio de rosetas extensométricas de 120 Ω de resistencia, una longitud de rejilla de 1.57 mm y un diámetro del círculo de galgas de 5.13 mm (tipo CEA-06-062UM-120). El acondicionamiento de la superficie y el pegado de las galgas se realizan siguiendo las buenas prácticas en la materia en base a la norma ASTM E1237-93(2009). El cableado de las galgas al equipo de medida se efectúa mediante la técnica denominada “a 3 hilos”. Dicho equipo de medida está compuesto por un sistema de adquisición de datos HBM MGC Plus y un software de tratamiento de los datos Catman 6.0 instalado en un PC.

Las propiedades mecánicas del material empleadas para los cálculos de tensiones fueron las siguientes:

- Módulo elástico: E=196.5 GPa
- Coeficiente de Poisson: v=0.27
- Límite elástico: 570 MPa

El equipo empleado para el mecanizado del agujero ciego es un equipo automático de medida de tensiones residuales MTS3000, de la compañía SINT. Está equipado con una turbina de aire comprimido y para el taladrado se usaron mini-fresas de 1.4 mm de diámetro de fondo plano, montadas con la excentricidad necesarias para generar un agujero de unos 1.8 mm de diámetro, realizándose el mecanizado en pasos de 0.05 mm hasta llegar a una profundidad total de 1 mm.

Se realiza una sola medida en la zona indicada en la figura, en donde el tubo se divide en las dos boquillas en donde hay un cambio geométrico y de espesores.




(a) (b)

*Figura 131: (a) Galga extensométrica colocada sobre la pieza y ejes de coordenadas empleados. (b) Ejecución del ensayo.*

Las tensiones residuales se calculan según la norma ASTM E837-13 por el método de las tensiones no uniformes. La aplicación de este método queda validada con la comprobación de la figura inferior, en donde se observa como los valores registrados no entran en la zona sombreada, requisito para poder considerar tensiones uniformes a lo largo del espesor.

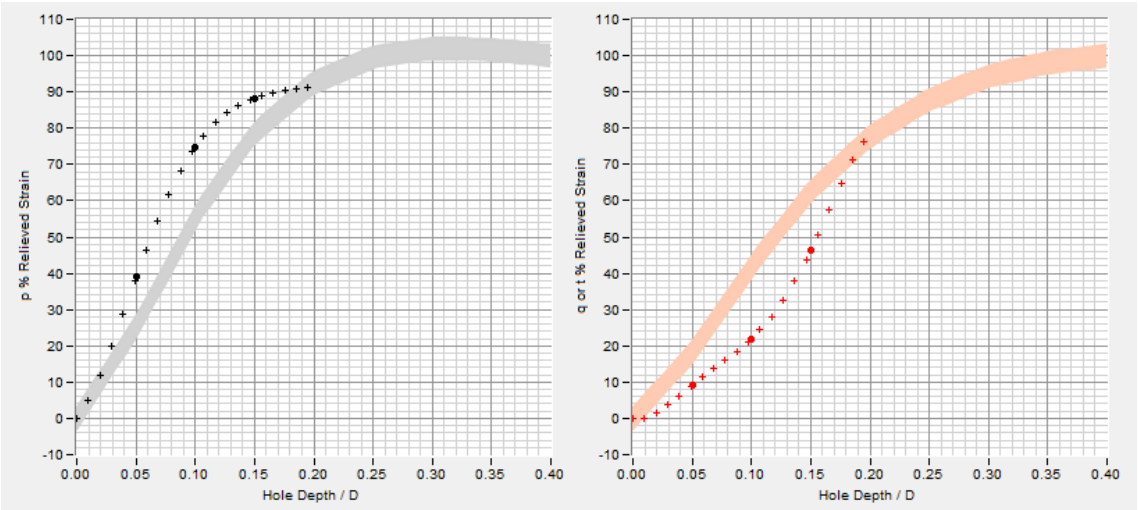



*Figura 132: Comprobación de la no uniformidad de las tensiones según ASTM E837-08.*

El campo de tensiones bidireccional en la superficie de la pieza queda por tanto definido por las tensiones principales máxima y mínima y por el ángulo beta que forma la primera de ellas con el eje x previamente definido (son positivos los ángulos en sentido horario); las tensiones principales máxima y mínima son siempre perpendiculares entre sí. La evolución de las tensiones principales a lo largo del espesor se muestra en la siguiente figura.

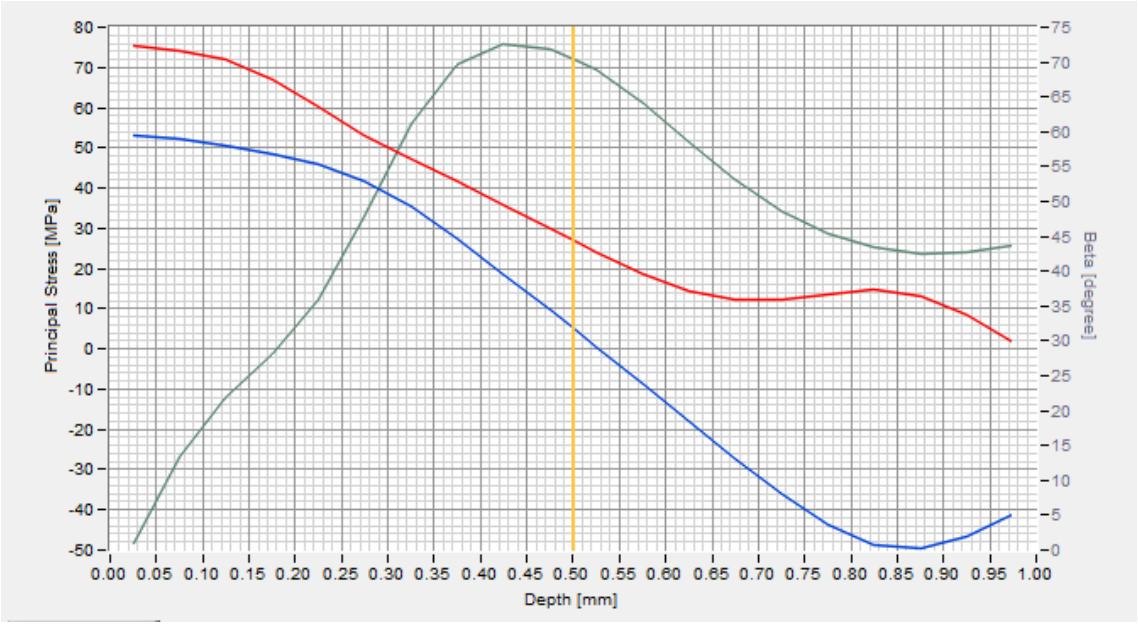
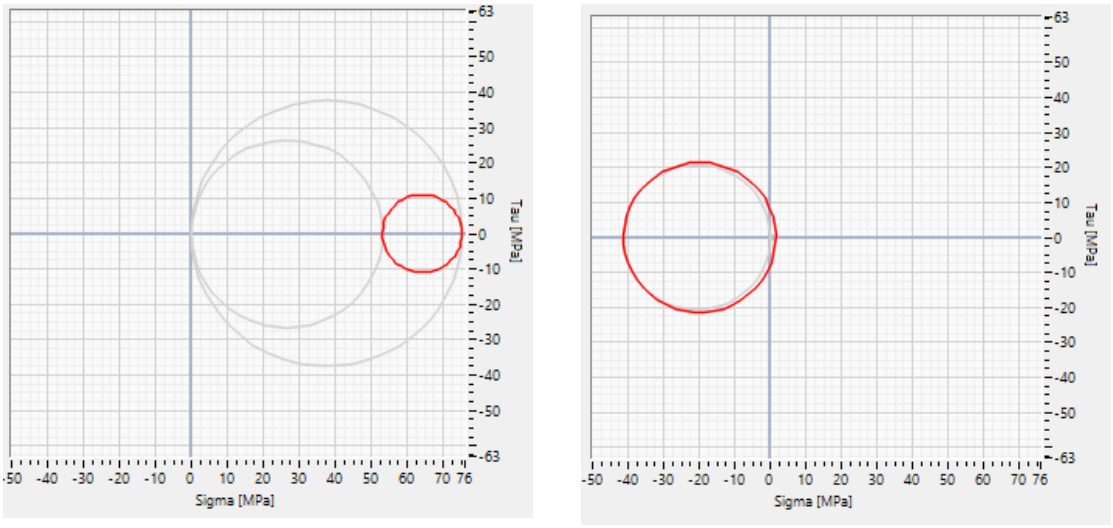



*Figura 133: Evolución de la tensión principal máxima (rojo), mínima (azul) y ángulo de la dirección principal (verde) a lo largo del espesor.*

Como se observa, el campo tensional es de tracción bidireccional en la superficie de la pieza con una tensión máxima de 75 MPa; mientras que a media que profundizamos se transforma aproximadamente en compresión pura (-50 MPa)

En la figura inferior, los círculos de Mohr representan así mismo el campo tensional.




*(b)* *(a)*

*Figura 134: (a) Círculos de Mohr en la superficie de la pieza. (b) Círculos de Mohr a 1 mm de profundidad*



*Figura 135: Pieza tras el ensayo, nótese la posición final del taladrado.*

Para completar esta caracterización se ha procedido a realizar un ensayo mediante un equipo de correlación digital de imagen (DIC). El objetivo es observar el grado de deformación y los valores alcanzados en la zona analizada del componente. De este modo se pueden obtener las deformaciones reales en puntos específicos de componentes concretos.

La técnica experimental de campo completo DIC, permite evaluar desplazamientos y deformaciones producidas durante un ensayo gracias a un par de cámaras estereoscópicas y un tratamiento de pintura de contraste aplicado sobre el componente.



*Figura 136: Montaje de cámaras DIC en un equipo de ensayos universal que con la pieza de SS PH17-4 con la pintura de contraste aplicada y en posición para ensayar.*

El ensayo ha consistido en fijar el componente por la misma zona en la que se asegura en su posición en servicio y aplicarle una carga en el extremo que permita observar las deformaciones que se producen en la zona donde previamente se habían medido las tensiones residuales presentes y en el entorno de la misma. Una vez comenzado el ensayo, este ha proseguido hasta momentos antes de que la zona inferior del componente tocaba con la bancada de la máquina, momento el cual se ha procedido a la descargar del mismo hasta la posición libre de carga, momento en el que se ha finalizado el ensayo.

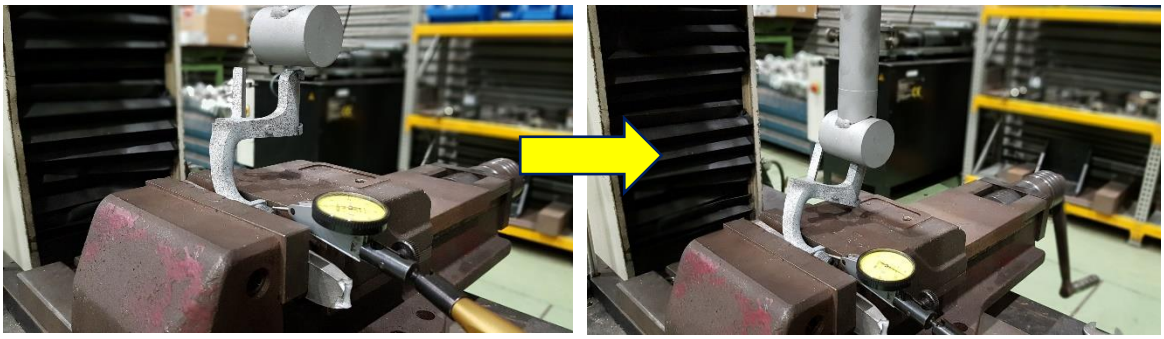
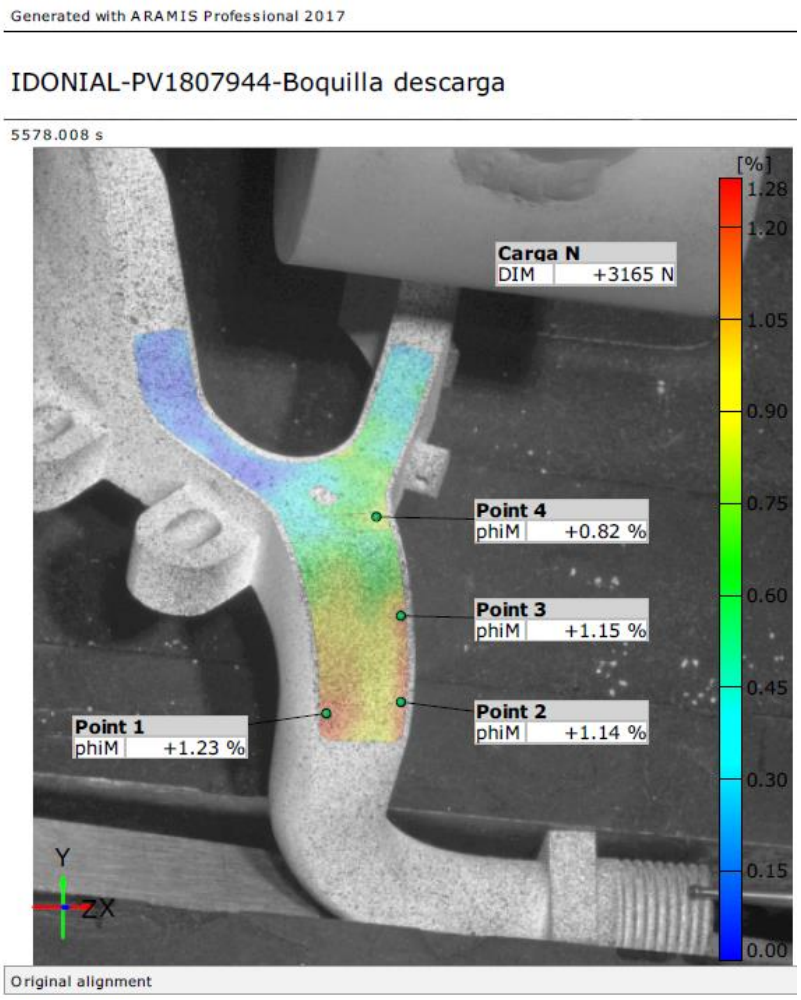
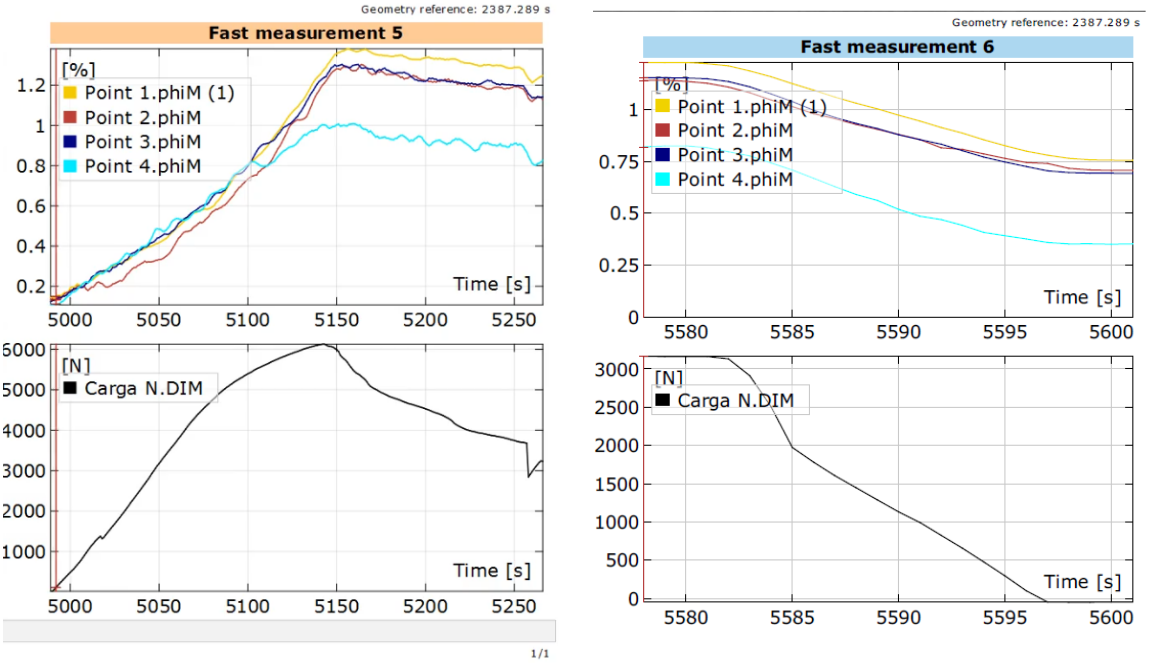


*Figura 137: Imagen tomada al inicio y fin del ensayo del componente.*

El ensayo queda registrado en el programa ARAMIS, el software que utiliza el equipo DIC. En él se observan las deformaciones producidas y se grafican en porcentaje de deformación en varios puntos seleccionados así como la carga registrada por la célula de carga de la maquina universal INTROM, en función del tiempo.




*(a)*




*(b)* (c)

*Figura 138: (a) Mapa de deformaciones, registrado mediante la técnica DIC, de la pieza analizada. (b y c) Graficas de la evolución deformación y de la carga aplicada de los cuatro puntos seleccionados. (b) carga, (c) descarga.*

Estos datos pueden ayudar a detectar zonas con mayor o menor deformación. También puede ser útil como comparativa, en pieza complejas, con la simulación por elementos finitos. En cuyo caso, podrían ayudar a predecir, de una manera mucho más precisa, el comportamiento real de elementos producidos por tecnologías LB-PBF. El grafico de carga versus tiempo, permite analizar además la deformación permanente en los 4 puntos analizados tras el ensayo. Observándose una deformación permanente de aproximadamente 0.75% en los puntos 1, 2 y 3, y cerca de un 0.3% de deformación en el punto 4.

#### 3.7.1.1 Definición y ejecución de ensayos sobre prototipo o pieza final.

Durante esta tarea se ha trabajado en el diseño y fabricación de dos demostradores producidos mediante tecnología LB-PBF y utilizando un material comercial, el acero inoxidable comercial martensítico PH17-4 y la aleación experimental seleccionada AFPA.

Comenzando por la aleación comercial SS PH17-4, se ha diseñado un demostrador de soporte de termopar con un sistema de absorción de vibraciones en uno de sus ejes, de imposible o muy compleja fabricación por tecnologías convencionales. Se ha realizado un modelo 3D del mismo y fabricado con los parámetros estándar para esta aleación. Para ello se ha utilizado una cuba reducida que permite trabajar con menos cantidad de material. Sin embargo tras varios fallos de impresión en el modelo original se ha modificado el mismo para adaptarlo a la capacidad de dispersión de polvo que tiene esta cuba reducida. Con la segunda versión del diseño realizado, se ha observado un problema a la hora de imprimir en la posición originalmente planificada.

Inclinando la pieza en una nueva iteración se han conseguido imprimir dos componentes iguales con éxito.

Este trabajo de iteración pone de manifiesto la enorme cantidad de variables que se han de tener en cuenta en procesos LB-PBF, varios de ellos tratados a lo largo de este proyecto. Desde el polvo inicial al componente final.




*Iteracción 1* *Iteracción 2* *Iteracción 2 + reorientación*

*Figura 139: Modelo de soporte de termopar fabricado el SS PH17-4 tras las iteraciones necesarias para su fabricación.*

Sobre uno de los componentes finales se ha realizado una caracterización de las zonas críticas o de mayor interés. Este ha consistido en un análisis microestructural, un ensayo de dureza y un análisis de la rugosidad.

Las zonas elegidas corresponden a uno de los nervios interiores que actúan como flector para permitir la libertad de movimiento del componente en uno de sus ejes (Zona A) y a una de las zonas laterales del mismo (Zona B).

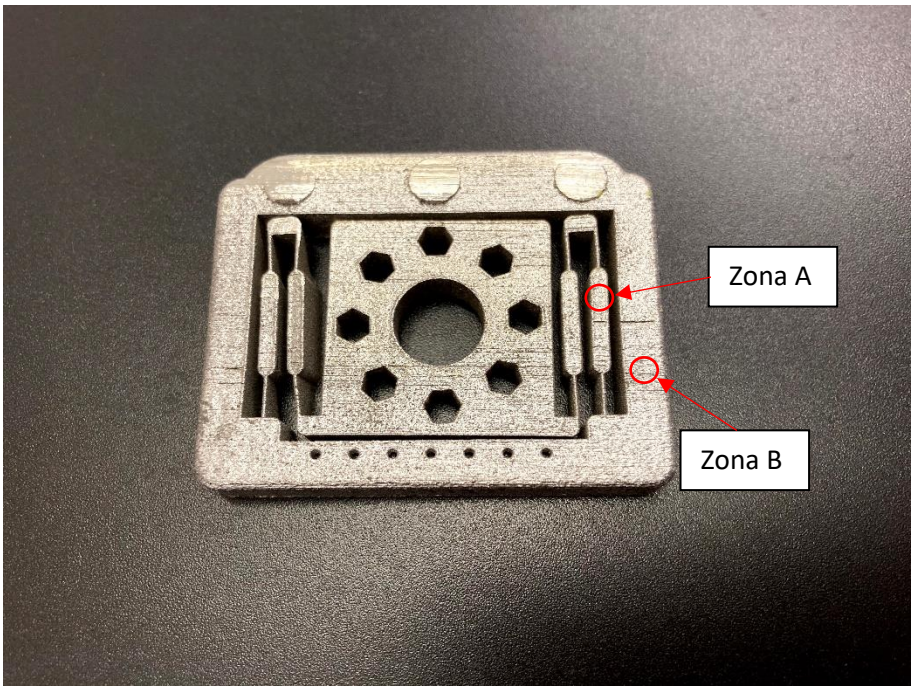


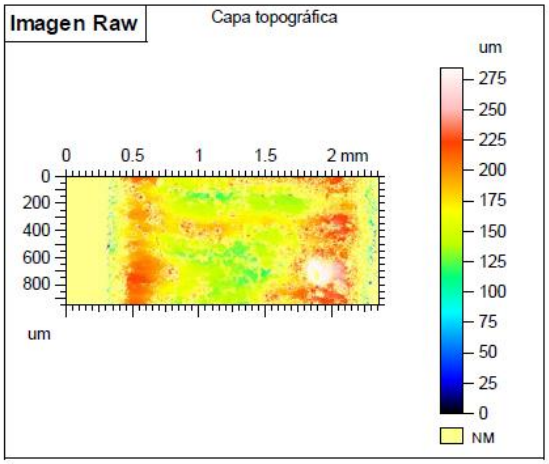

*Figura 140: Zonas seleccionadas para la evolución del componente SS PH17-4*

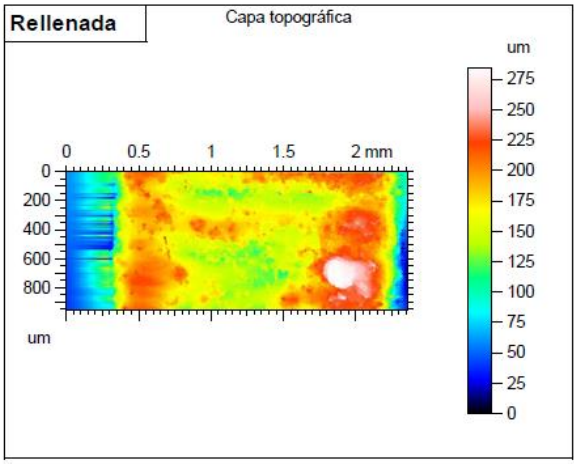
*Tabla 47. Valores de dureza HV10 medidos en cada una de las zonas analizadas.*

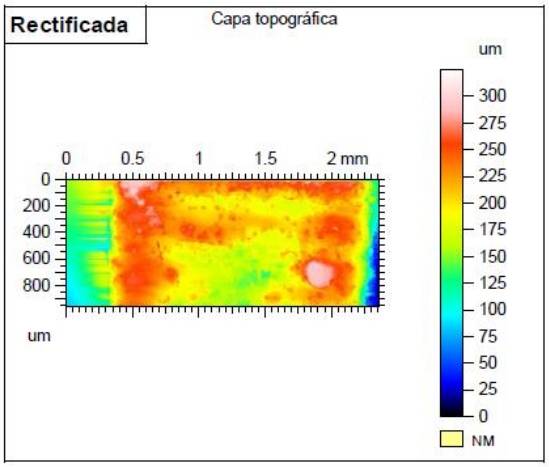
| Zona | Dureza media HV10 |
|---|---|
| A | 291 |
| B | 346 |

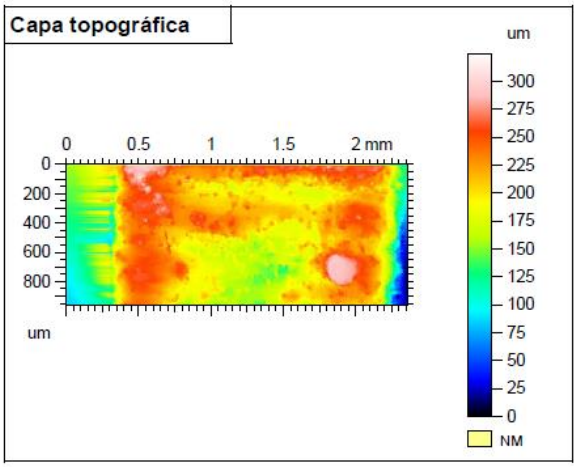
La rugosidad se ha medido en ambas zonas mediante microscopía confocal.

En la zona A, el valor medido Sa ha sido de 37 µm y el valor Ra 2.2 µm.

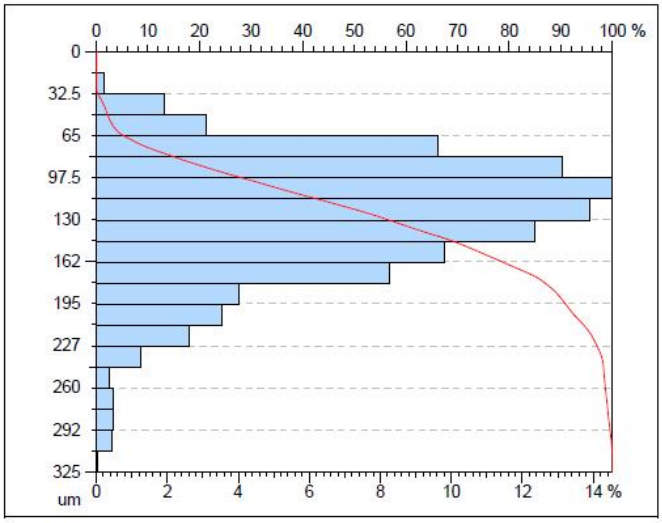


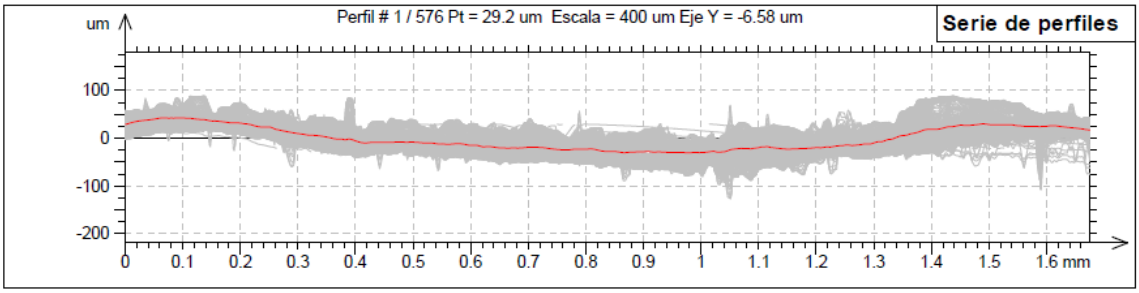



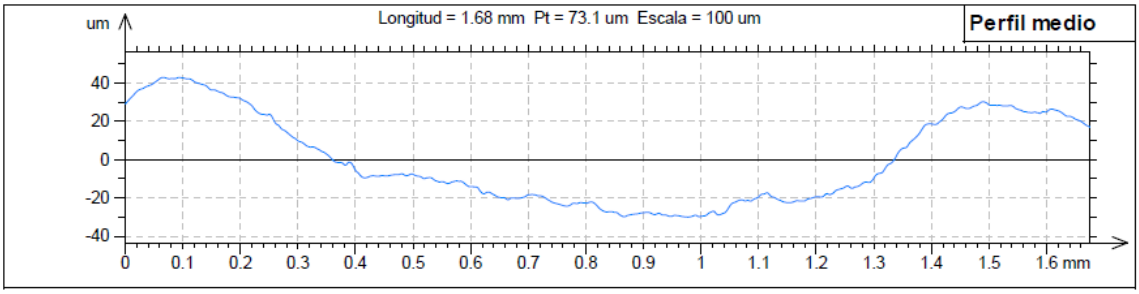

**Curva Abbott-Firestone**

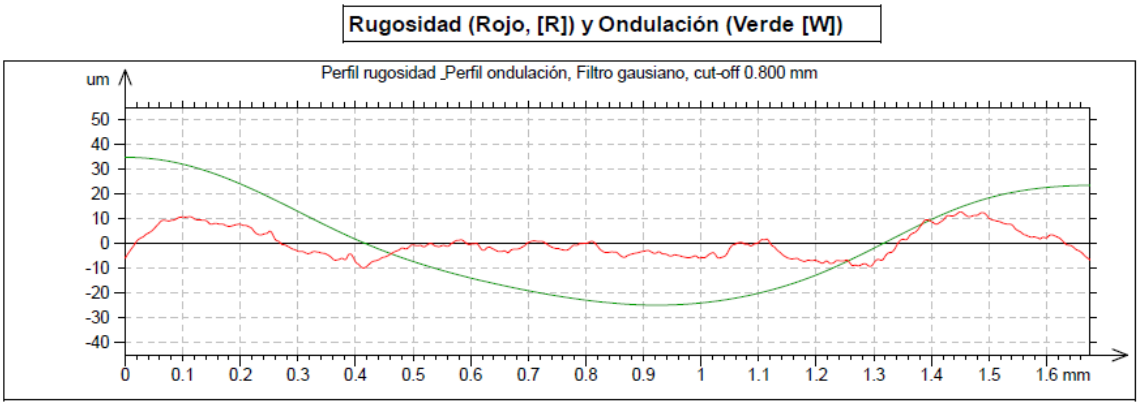



**Parámetros de superficie 3D**

| ISO 25178 | | |
|---|---|---|
| Parámetros de altura | | |
| **Sa** | 37.0 | um |
| **Sq** | 46.9 | um |
| **Sz** | 325 | um |
| **Ssk** | -0.729 | |
| **Sku** | 3.75 | |
| **Sp** | 128 | um |
| **Sv** | 197 | um |



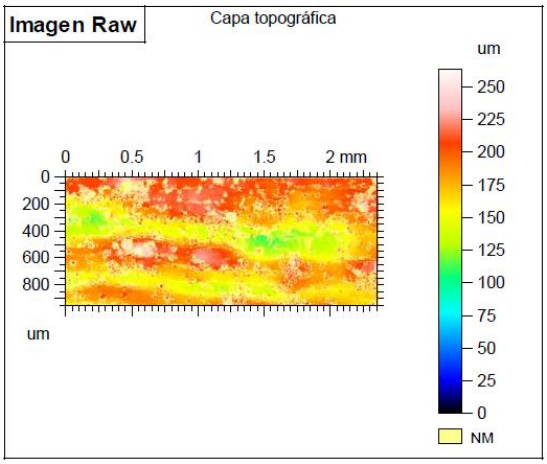



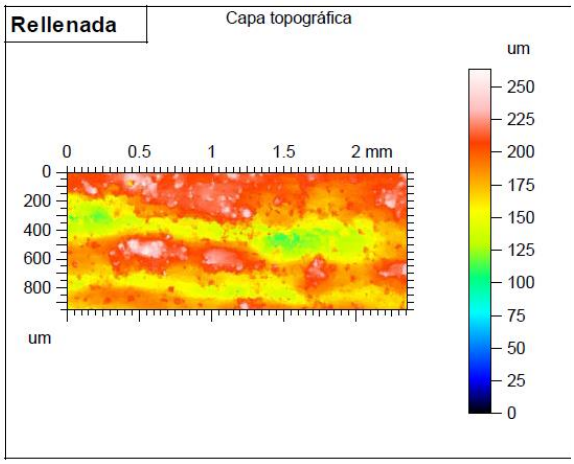



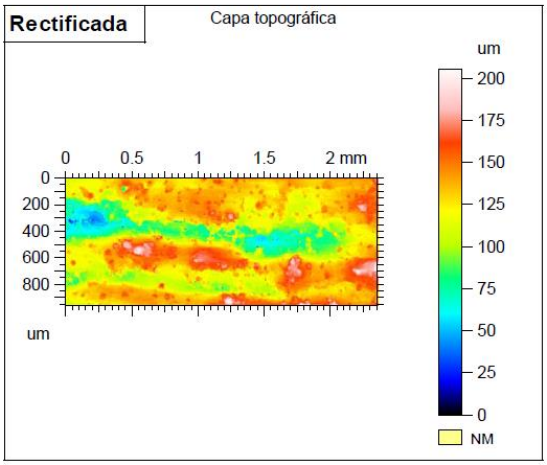

| ISO 4287 | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Parámetros de amplitud – Perfil de rugosidad | | | | |
| **Ra** | 2.22 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Media Aritmética del Perfil rugosidad* |
| **Rp** | 4.95 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Máxima Altura Pico Perfil rugosidad* |
| **Rv** | 6.58 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Máxima Profundidad Valle Perfil rugosidad* |
| **Rz** | 11.5 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Máxima del Perfil rugosidad* |
| **Rc** | 6.98 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura media de los elementos del perfil rugosidad.* |
| **Rt** | 11.5 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Total Perfil rugosidad* |
| **Rq** | 2.63 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Raiz-Media-Cuadrática (RMS) Perfil rugosidad* |
| **Rsk** | 0.138 | | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Distorsión del Perfil rugosidad* |
| **Rku** | 2.19 | | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Kurtosis del Perfil rugosidad* |
| Parámetros de relación de material - Perfil rugosidad | | | | |
| **Rmr** | 7.15 | % | *c = 1 um bajo el pico máximo, Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Índice de Material relativo del Perfil rugosidad* |
| **Rdc** | 5.41 | um | *p = 20%, q = 80%, Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Diferencia Altura Secciones Perfil rugosidad* |
| Parámetros de amplitud – Perfil de ondulación | | | | |
| **Wa** | 6.03 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Media Aritmética del Perfil ondulación* |
| **Wq** | 7.18 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Raiz-Media-Cuadrática (RMS) Perfil ondulación* |
| **Wz** | 26.5 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Máxima del Perfil ondulación* |

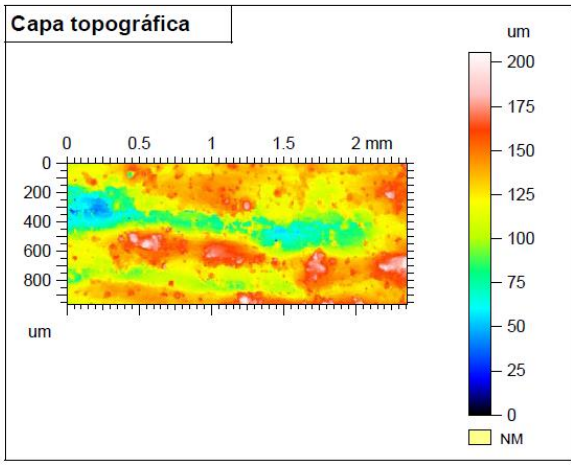
*Figura 141: Informe del análisis superficial de la Zona A. Realizado mediante microscopía confocal.*

En la zona B, el valor medido Sa ha sido de 20.8 µm y el valor Ra 2.5 µm.

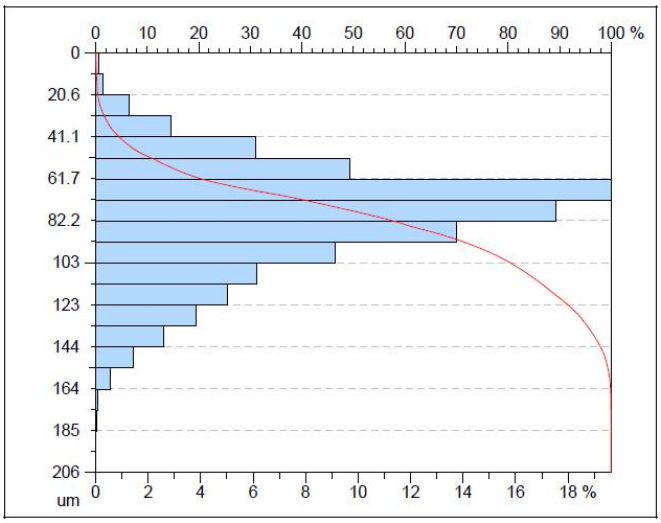


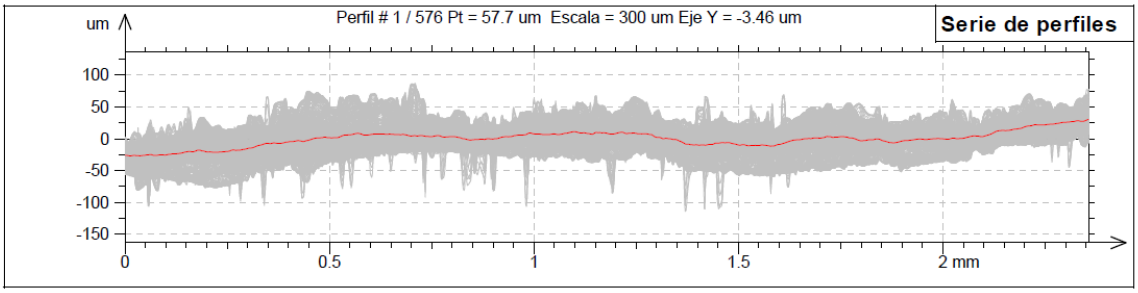



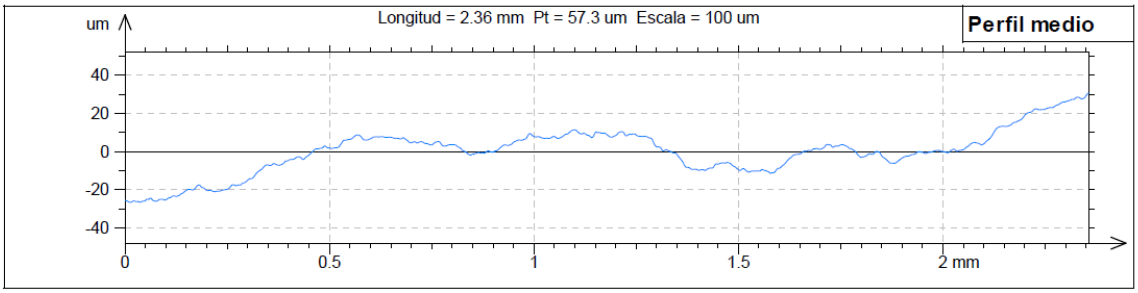

**Curva Abbott-Firestone**

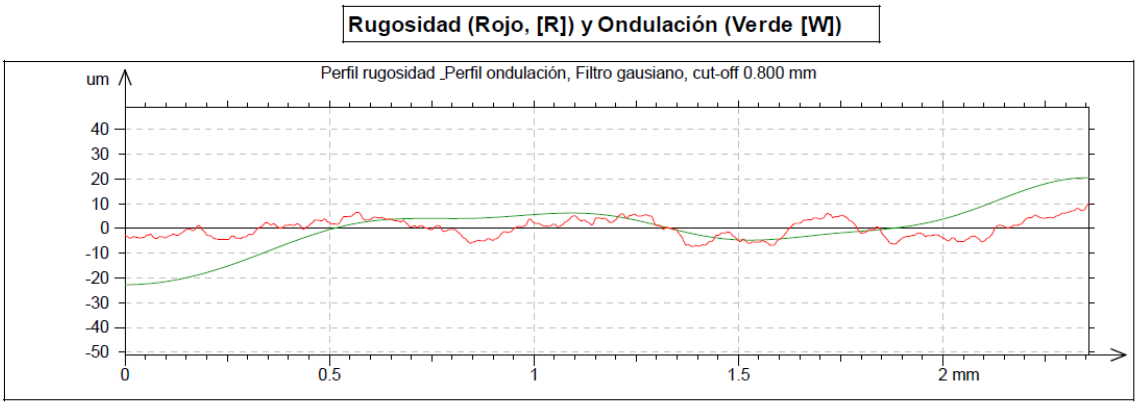



**Parámetros de superficie 3D**

| ISO 25178 | | |
|---|---|---|
| Parámetros de altura | | |
| **Sa** | 20.8 | um |
| **Sq** | 26.6 | um |
| **Sz** | 206 | um |
| **Ssk** | -0.508 | |
| **Sku** | 3.22 | |
| **Sp** | 81.6 | um |
| **Sv** | 124 | um |



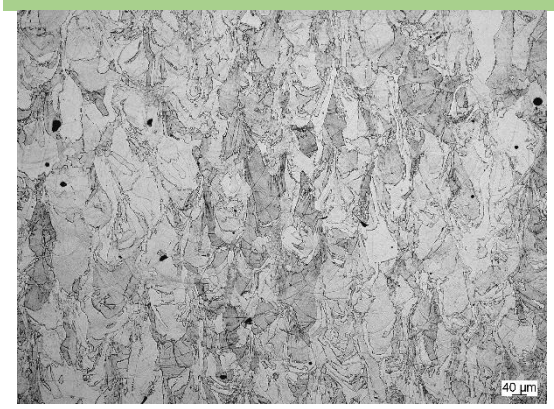
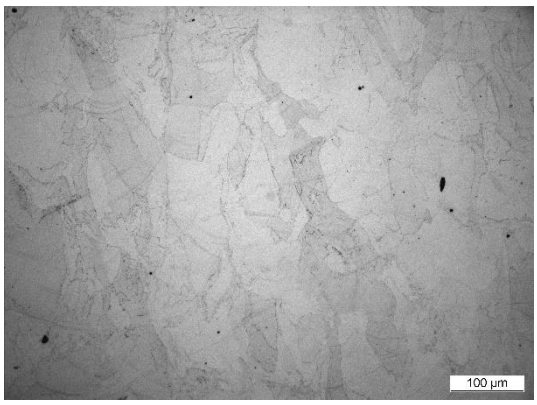
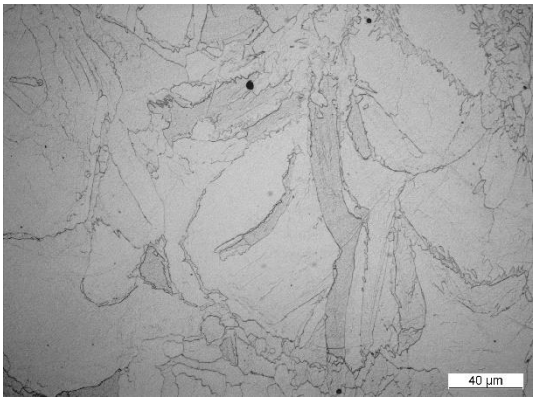
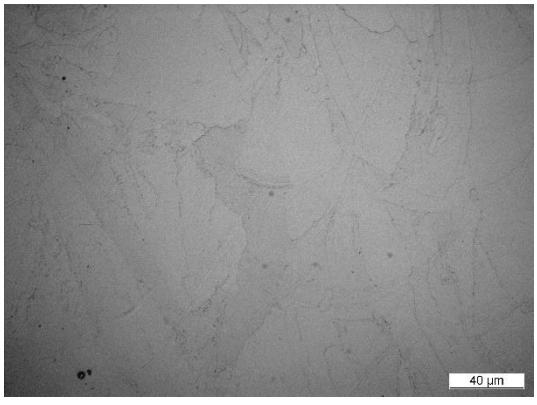




| ISO 4287 | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Parámetros de amplitud – Perfil de rugosidad | | | | |
| **Ra** | 2.53 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Media Aritmética del Perfil rugosidad* |
| **Rp** | 6.25 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Máxima Altura Pico Perfil rugosidad* |
| **Rv** | 6.26 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Máxima Profundidad Valle Perfil rugosidad* |
| **Rz** | 12.5 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Máxima del Perfil rugosidad* |
| **Rc** | 7.44 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura media de los elementos del perfil rugosidad.* |
| **Rt** | 13.8 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Total Perfil rugosidad* |
| **Rq** | 3.02 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Raiz-Media-Cuadrática (RMS) Perfil rugosidad* |
| **Rsk** | 0.280 | | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Distorsión del Perfil rugosidad* |
| **Rku** | 2.12 | | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Kurtosis del Perfil rugosidad* |
| Parámetros de relación de material - Perfil rugosidad | | | | |
| **Rmr** | 3.52 | % | *c = 1 um bajo el pico máximo, Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Índice de Material relativo del Perfil rugosidad* |
| **Rdc** | 7.68 | um | *p = 20%, q = 80%, Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Diferencia Altura Secciones Perfil rugosidad* |
| Parámetros de amplitud – Perfil de ondulación | | | | |
| **Wa** | 3.41 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Media Aritmética del Perfil ondulación* |
| **Wq** | 3.68 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Desviación Raiz-Media-Cuadrática (RMS) Perfil ondulación* |
| **Wz** | 12.0 | um | *Filtro gausiano, 0.8 mm* | *Altura Máxima del Perfil ondulación* |

*Figura 142: Informe del análisis superficial de la Zona B. Realizado mediante microscopía confocal.*

Se ha realizado un corte y preparado metalográficamente una sección de cada una de zonas estudiadas. La sección se ha elegido de tal modo que permita observar un plano contenido en eje

vertical (z) de fabricación. De este modo se podrán observar las diferentes capas de material depositado en cada zona.

| Zona A | Zona B |
|---|---|
|   |   |
| X100 | X100 |
|   |   |
| X200 | X200 |
|   |   |
| X500 | X500 |

Adicionalmente se han realizado una serie de ensayos de tracción sobre probetas adheridas a la propia pieza para comprobar que se mantengan las propiedades del material.

*Tabla 48. Valores obtenidos en el ensayo de tracción de la aleación comercial PH17-4.*

| Muestra | Codificación | Límite elástico 0.2% (MPa) | Tensión máxima (MPa) | Alargamiento % |
|---|---|---|---|---|
| SS PH17-4 Termopar | T1 | 826 | 901 | 10.5 |
| | T2 | 837 | 938 | 10.0 |
| | T3 | 831 | 930 | 15.5 |
| | **Media** | 831 | 923 | 12 |
| SSPH17-4 | Referencia comercial | 630 | 960 | 35 |

Los resultados muestran unos valores de alargamiento notablemente inferiores a los de referencia. Esta reducción en la ductilidad del material mientras se mantiene su carga de rotura, viene comúnmente debida a la presencia de pequeños defectos que son capaces de coalescer durante la fase de plastificación y reducen el porcentaje de alargamiento del material. Algunos de estos defectos pueden observarse en las micrografías anteriores. Estos pueden ser debidos a gases atrapados, faltas de fusión o defectos en la homogeneidad de la cama de impresión.

A continuación, se ha llevado a cabo un ensayo de small punch sobre 3 probetas extraidas del componente. Se ha utilizado la metodología descrita en la puesta a punto del ensayo en la tarea T4.3. Los coeficientes $\alpha_1$ y $\beta_1$ se han calculado de forma empírica partiendo de los resultados obtenidos en el ensayo de tracción. Los valores de estos coeficientes ha resultado ser; para $\alpha_1 = 0.68$ y para $\beta_1 = 0.168$. Los valores de limite elástico y carga de rotura se presentan en la siguiente tabla, junto con las gráficas obtenidas para cada una de las 3 probteas medidas.

*Tabla 49. Valores obtenidos en el ensayo SPT para la aleación comercial PH17-4.*

| Muestra | Codificación | Límite elástico 0.2% (MPa) | Tensión máxima (MPa) |
|---|---|---|---|
| SS PH17-4 SPT | Probeta 1 | 834 | 922 |
| | Probeta 2 | 842 | 883 |
| | Probeta 3 | 536 | 992 |
| | **Media** | 737 | 932 |
| SSPH17-4 Traccion | Media ensayo tracción | 831 | 923 |

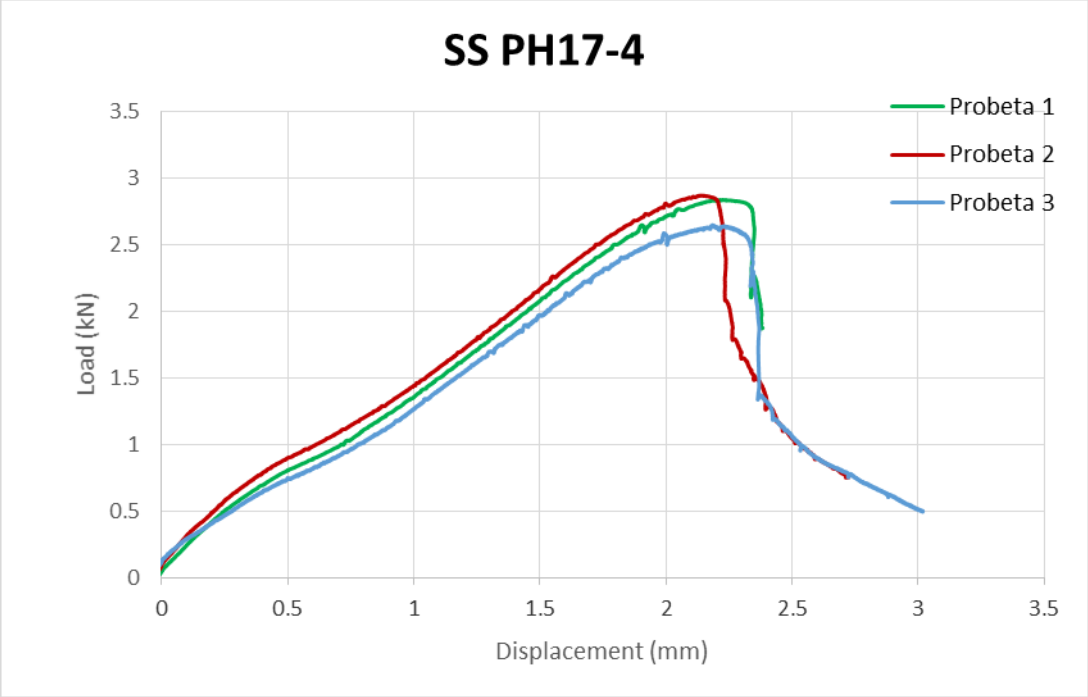



*Figura 143: Graficas de las 3 probetas analizadas en el ensayo SPT del material SS PH17-4.*

Otro de los puntos más sensibles en los componentes producidos por tecnología LB-PBF es su tendencia a acumular grandes tensiones residuales. Estas se producen debido a los enormes gradientes térmicos generados por el láser a medida que va consolidado el material. Además el proceso produce un enfriamiento heterogéneo en cada capa, enfriando primer las zonas exteriores y por último las zonas centrales del área sinterizada. Por esta razón, cuanto mayor es el área por capa, mayores serán las tensiones residuales acumuladas en la misma.

Para medirlas se ha utilizado el método del agujero ciego. Sin embargo, la modificación del diseño de la pieza y su tamaño, ha imposibilitado medirlos sobre el diseño final puesto que es necesario una superficie plana de al menos 1cm$^2$ para instalar las rosetas con galgas extensiométricas. En consecuencia se ha optado por utilizar la pieza inicial fallida. Esta dispone del área libre necesaria y los parámetros y el material son idénticos a los del componente con el diseño final.

El método del agujero ciego se emplea para determinar las tensiones residuales cercanas a la superficie en materiales elástico-lineales e isótropos. Para ello, se debe instalar en la zona de ensayo una roseta que dispone de 3 galgas extensométricas, a continuación se realiza un taladro en el punto de intersección de los ejes de las 3 galgas y se miden las deformaciones a medida que se elimina material por mecanizado de un agujero.

El principio de funcionamiento mediante el cual se miden las deformaciones en el material (proporcionales a las tensiones según la ley de Hooke) se basa en el cambio de resistencia eléctrica de un conductor al alargarse o acortarse. Cada rejilla de la galga, íntimamente adherida a la muestra a ensayar, es un conductor arrollado que se comporta como una resistencia eléctrica variable; de modo que al expandirse la muestra a ensayar, el conductor eléctrico incrementa su longitud y disminuye su sección incrementándose por tanto su resistencia eléctrica. Por el contrario, cuando

el material se contrae la resistencia del conductor disminuye. Para poder medir con precisión esos cambios de resistencia se emplea el puente de Wheatstone.

Por otra parte, el taladrado del agujero consigue, al retirar material, que las zonas colindantes vean modificado su estado tensional, redistribuyéndose las tensiones para acomodarse a la nueva geometría local. Las variaciones de deformación registradas en las galgas extensométricas durante el proceso de taladrado permiten el cálculo de las tensiones residuales.

En nuestro caso, tanto estas ecuaciones como el método completo de ensayo se hacen de acuerdo a la norma ASTM E837-13 para tensiones no uniformes en el sentido del espesor. Se aplica la corrección de Tikhonov y del chaflán de la fresa.

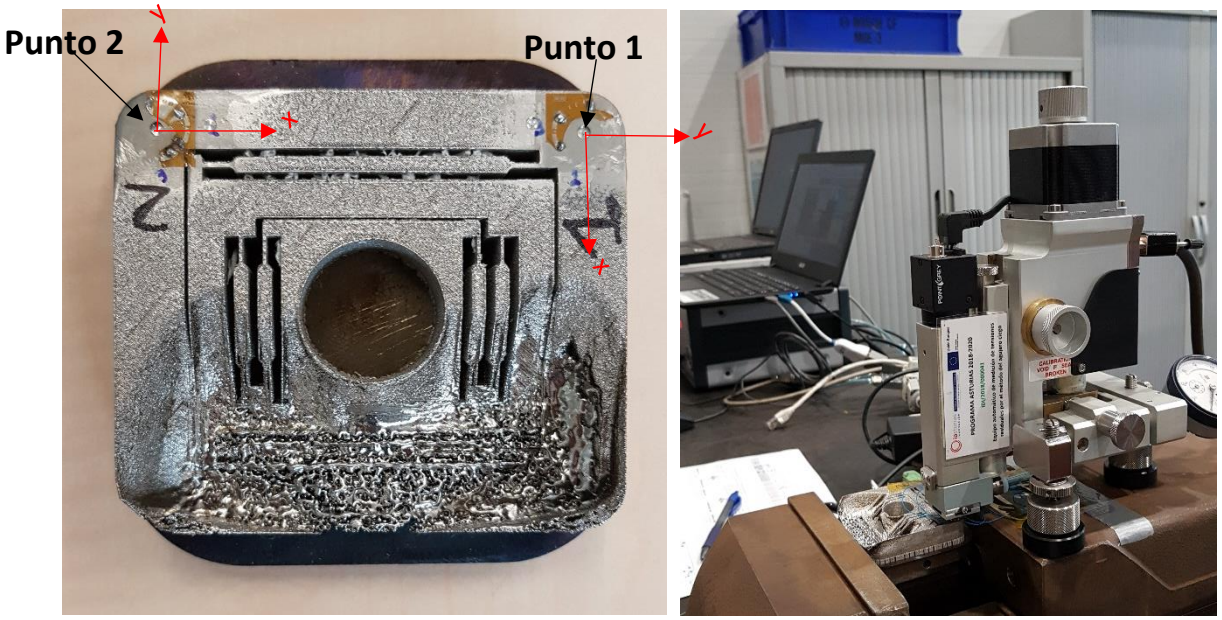
La medida de las tensiones se realiza por medio de rosetas extensométricas de 120 Ω de resistencia, una longitud de rejilla de 1.57 mm y un diámetro del círculo de galgas de 5.13 mm (tipo EA-06-062RE-120). El acondicionamiento de la superficie y el pegado de las galgas se realizan siguiendo las buenas prácticas en la materia en base a la norma ASTM E1237-93(2009). El cableado de las galgas al equipo de medida se efectúa mediante la técnica denominada “a 3 hilos”. Dicho equipo de medida está compuesto por un sistema de adquisición de datos HBM MGC Plus y un software de tratamiento de los datos Catman 6.0 instalado en un PC.

Las propiedades mecánicas del material empleadas para los cálculos de tensiones fueron las siguientes:

- Módulo elástico: E=170 GPa
- Coeficiente de Poisson: v=0.27
- Límite elástico: 570 MPa

El equipo empleado para el mecanizado del agujero ciego es un equipo automático de medida de tensiones residuales MTS3000, de la compañía SINT. Está equipado con una turbina de aire comprimido y para el taladrado se usaron mini-fresas de 1.4 mm de diámetro de fondo plano, montadas con la excentricidad necesarias para generar un agujero de unos 1.8 mm de diámetro, realizándose el mecanizado en pasos de 0.05 mm hasta llegar a una profundidad total de 1 mm.

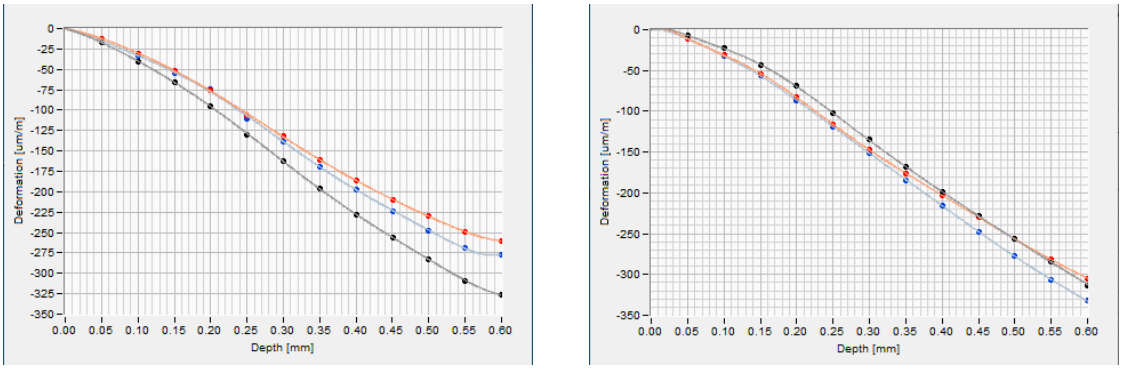
Se realizan dos medidas en los puntos indicados en la siguiente figura ya que son las únicas zonas lo suficientemente planas con tamaño suficiente para alojar una galga de tamaño estándar y mantener una distancia adecuada a los bordes y otras irregularidades geométricas de la pieza.




(a) (b)

*Figura 144: (a) Galgas extensométricas colocadas sobre la pieza y ejes de coordenadas empleados. (b) Ejecución del ensayo.*

Sin embargo, en el Punto 1 el ensayo se interrumpe al alcanzar 0.6 mm de profundidad, presumiblemente por un fallo en la turbina (bloqueo por impureza o aflojamiento del porta-fresas) por lo que este resultado se debe de descartar, si bien sirve de validación del resultado del Punto 2 al comparar la evolución de las medidas de las galgas hasta el momento del fallo. En la figura inferior se observa como la evolución es similar, lo que arrojaría un resultado del ensayo en el mismo rango.




(a) (b)

*Figura 145: Evolución de los registros de las galgas hasta el momento de fallo del taladrado del Punto 1 (a) Punto 1. (b) Punto 2*

Las tensiones residuales se calculan según la norma ASTM E837-13 por el método de las tensiones no uniformes. La aplicación de este método queda validada con la comprobación de la figura inferior, en donde se observa como los valores registrados no entran en la zona sombreada, requisito para poder considerar tensiones uniformes a lo largo del espesor.

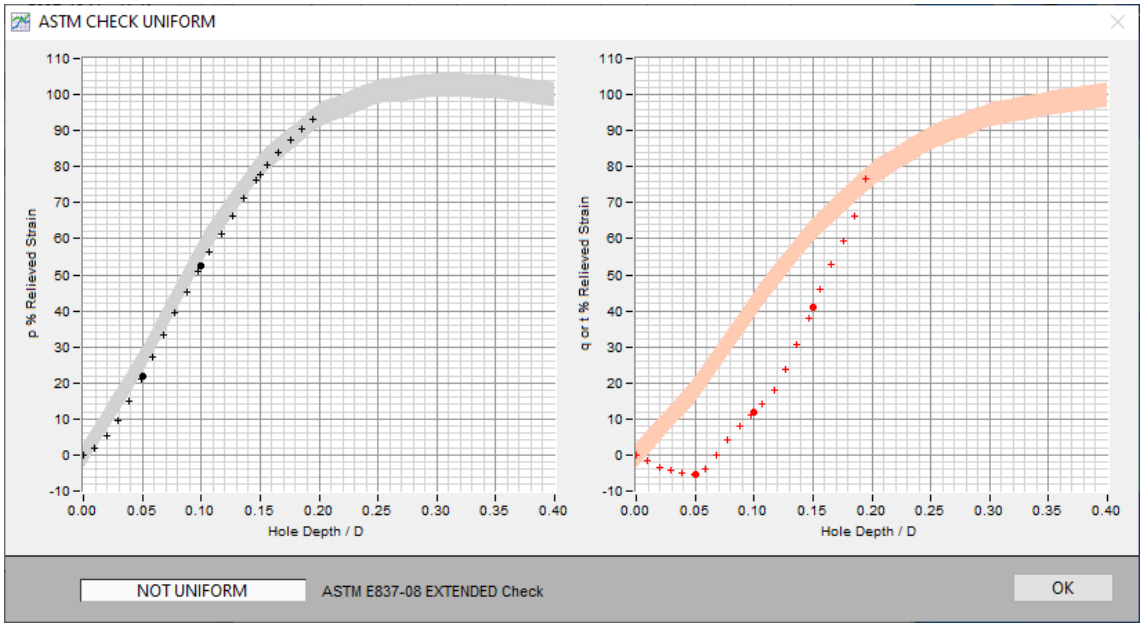



*Figura 146: Comprobación de la no uniformidad de las tensiones según ASTM E837-08.*

El campo de tensiones bidireccional en la superficie de la pieza queda por tanto definido por las tensiones principales máxima y mínima y por el ángulo beta que forma la primera de ellas con el eje x previamente definido (son positivos los ángulos en sentido horario); las tensiones principales máxima y mínima son siempre perpendiculares entre sí. La evolución de las tensiones principales a lo largo del espesor se muestra en la siguiente figura.

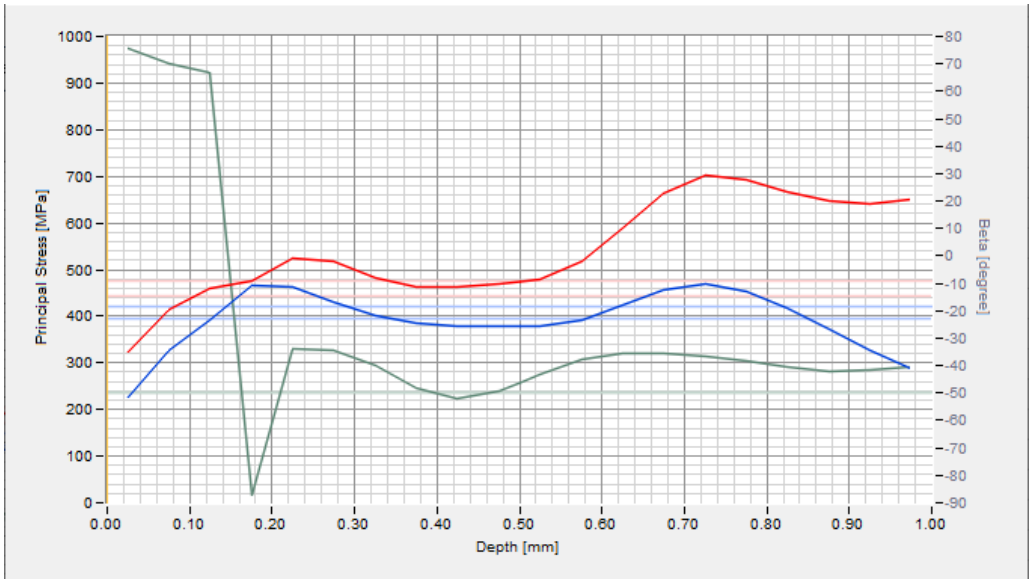
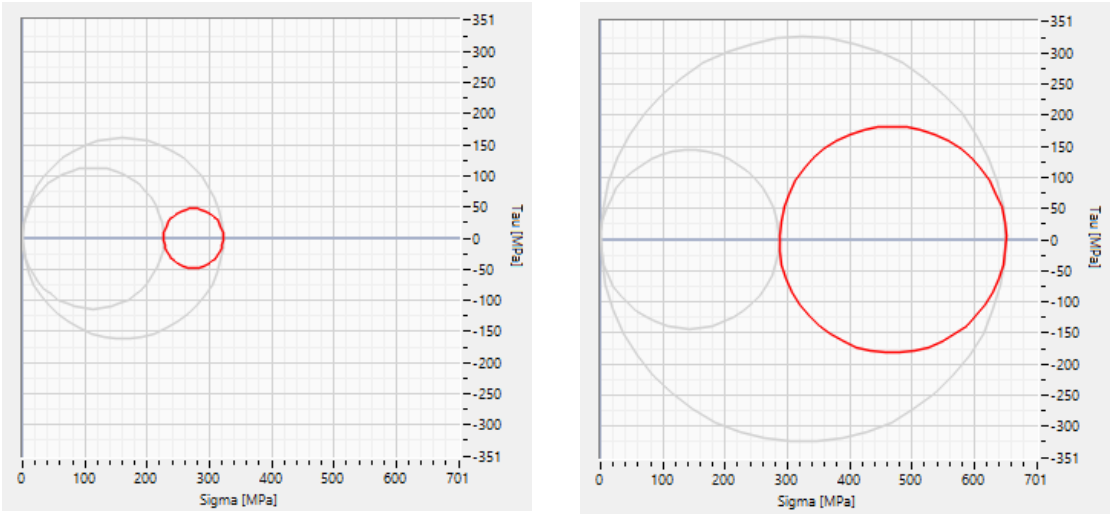



*Figura 147: Evolución de la tensión principal máxima (rojo), mínima (azul) y ángulo de la dirección principal (verde) a lo largo del espesor. Punto 2.*

Como se observa, el campo tensional es en todo momento de tracción bidireccional, incrementándose desde los 325/225 MPa de la superficie a unos valores máximos de 700/475 MPa para profundidades de 0.75 mm. Dado que los valores máximos superan el límite elástico del material, dicho resultado ha de tomarse con reservas.

En la figura inferior, los círculos de Mohr representan así mismo el campo tensional.




*(b)* *(a)*

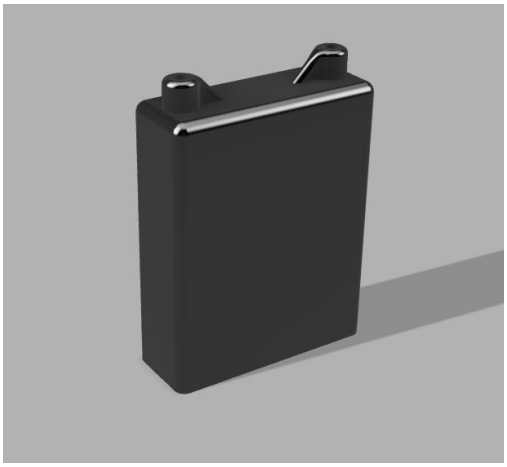
*Figura 148: (a) Círculos de Mohr en la superficie de la pieza. (b) Círculos de Mohr a 1 mm de profundidad. Punto 2.*



*Figura 149: Pieza durante el ensayo, nótese la posición final del taladrado.*

La caracterización realizada muestra la necesidad de homogeneizar el material y reducir las elevadas tensiones residuales que aparecen en el mismo. Especialmente a la hora de fabricar componentes que cuenten con un importante área por capa. Además, indica la necesidad de situar correctamente y aumentar la cantidad de soportes de fabricación para este material. Recordando que un tratamiento térmico podría reducir las tensiones tras la fabricación, pero no durante el proceso mismo.

Como segunda parte de esta tarea, se ha trabajado con el material experimental AFPA. El primer paso ha consistido en realizar el modelo 3D del *mockup* o demostrador de la placa de refrigeración originalmente utilizada en ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor). La placa original tiene un tamaño de 178 x 178 $mm^2$, con un espesor de 6.5 mm y con canales internos en forma de "U" con unas dimensiones de 4x4.5 $mm^2$ separados por paredes de 1.5 mm. En el caso del demostrador se ha tenido que reducir su tamaño y adaptar el diseño al volumen de la cuba reducida donde se ha fabricado y a la cantidad de material disponible. Para poder fabricar el demostrador ha sido necesario realizar una nueva fusión de la aleación original Asturfer®, en el horno de fusión por inducción en vacío (VIM) que dispone fundación Idonial en su planta de fusiones, además de una nueva atomización del material. Con ello se han obtenido 8kg de polvo AFPA. Este material se ha utilizado para fabricar el demostrador que nos ocupa y parte de las probetas asociadas a las tareas de caracterización descritas.



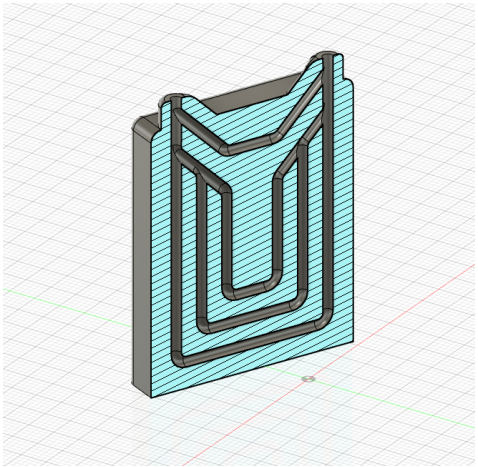
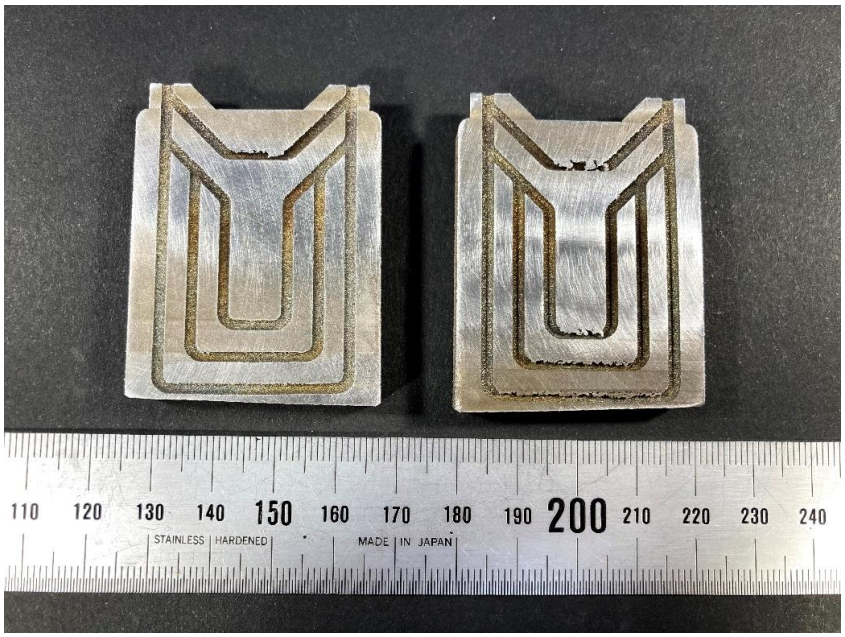




*Figura 150: Modelo 3D y demostrador fabricado en el acero experimental AFPA.*

El proceso de fabricación se ha llevado a cabo según lo previsto y atendiendo a los parámetros optimizados para este material experimental. Una vez obtenido el demostrador, este se ha separado de la placa de impresión mediante corte por sierra y se ha procedido a realizar la caracterización pertinente. Esta ha consistido en una validación de la calidad metalúrgica del componente, ensayos de tracción y *small punch* de las probetas testigo, así como una medida de las tensiones residuales presentes en el mismo.

En primer lugar se ha realizado un corte por electroerosión que ha dividido la probeta por su sección central longitudinal, permitiendo observar los canales internos presentes en la misma.



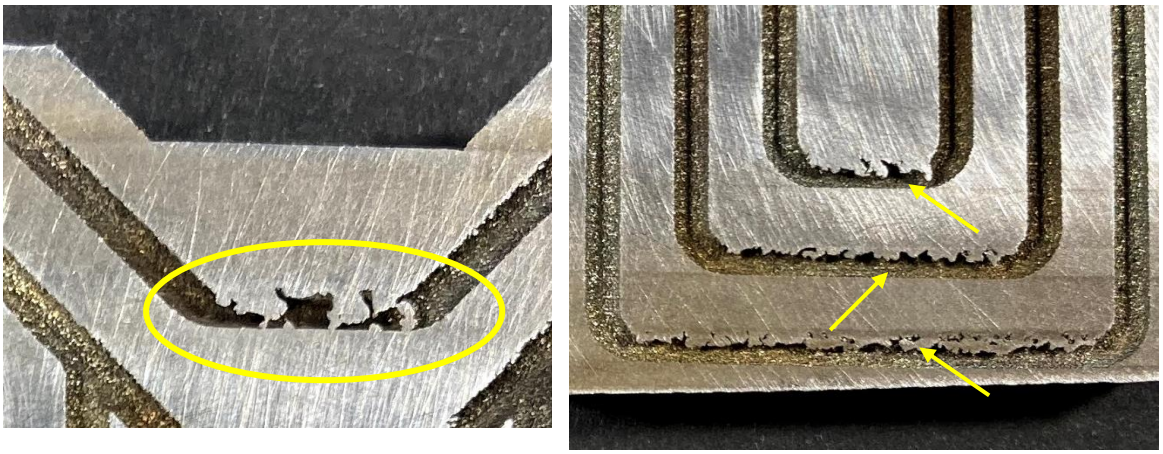
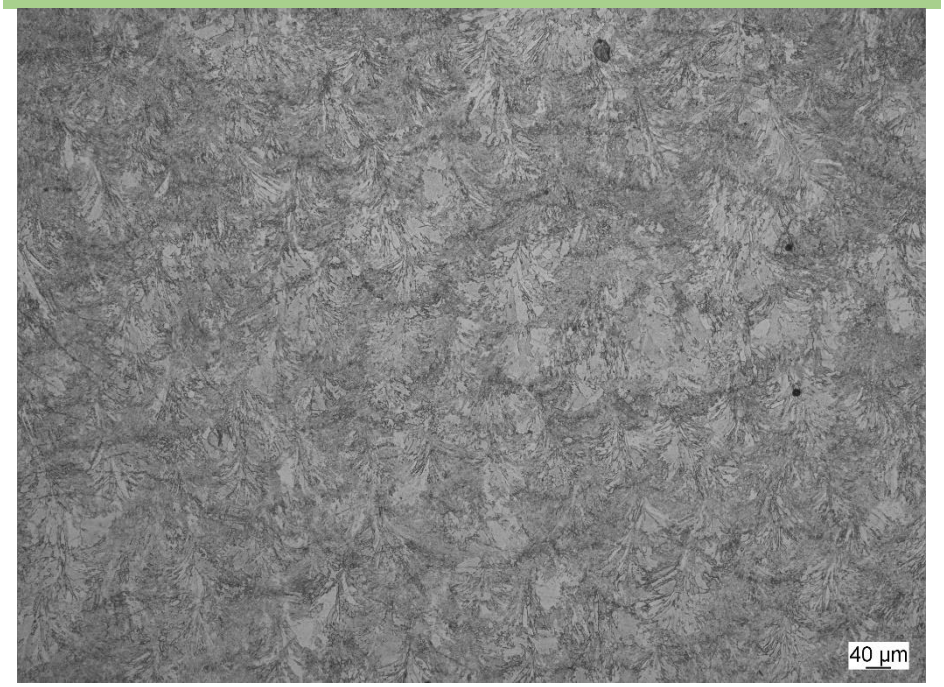


*Figura 151: Sección del demostrador fabricado en el acero experimental AFPA.*

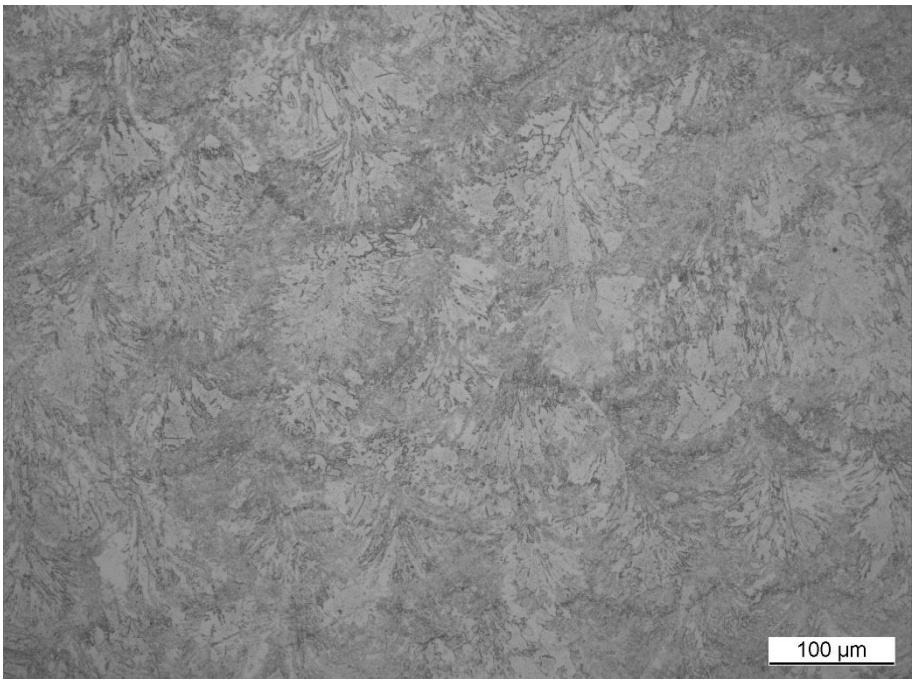
Tras el corte se ha podido observar el interior de los conductos. En las secciones paralelas a la base del componente, y puesto que este fue impreso en posición vertical, existe un cierto descuelgue del material producido durante la impresión del mismo. Se trata de un defecto conocido y que se produce al imprimir una capa sobre otra anterior de polvo sin sinterizar. Cuanto mayor es el diámetro del canal que discurra paralelo a la base, mayor será el descuelgue, en función de diversos factores se pueden establecer tamaños máximos admisibles en estos canales. En el caso del demostrador fabricado en AFPA, se ha limitado el diámetro de los canales internos y si bien se produce cierto descuelgue, no llega a bloquear el canal por completo en ningún caso. Una modificación del diseño, por ejemplo utilizando formas romboidales en lugar de esféricas en los canales, o la modificación del ángulo de impresión del componente, pueden mejorar notablemente el descuelgue de material que presenten estas zonas críticas. Se demuestra la importancia de cuidar estos detalles de diseño a la hora de fabricar un componente por tecnologías LB-PBF independiente del material que se utilice.

Puesto que no existen importantes cambios de sección susceptibles de alterar la ruta de enfriamiento y por tanto la microestructura en zonas concretas del componente, la calidad metalúrgica ha sido inspeccionada exclusivamente en una zona lateral del componente.

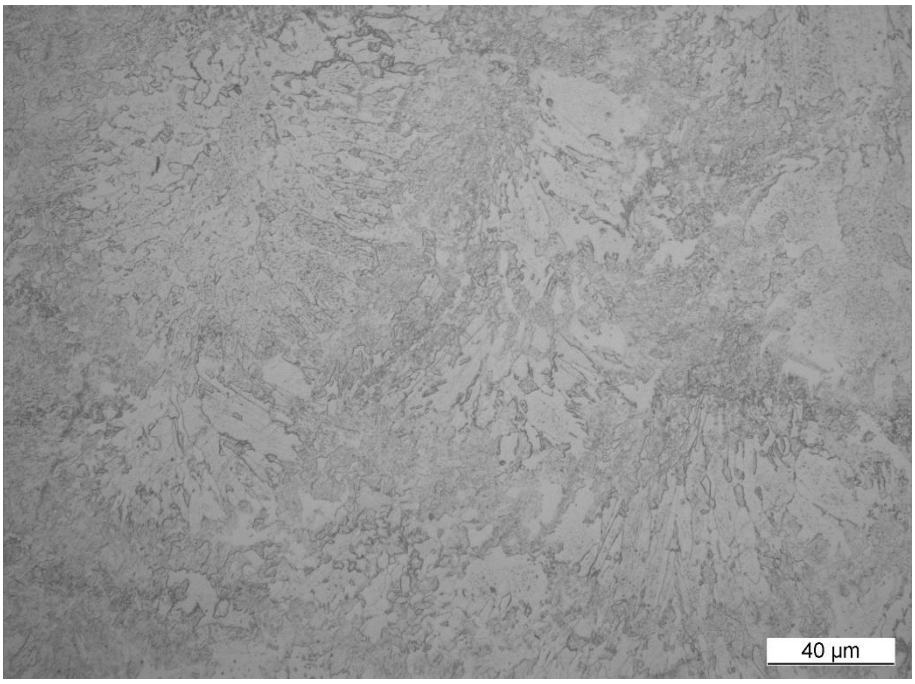
**Zona A**




X100




X200




X500

*Figura 152: Microestructura AFPA en estado As-built*

*Tabla 50. Valores obtenidos en el ensayo de tracción de la aleación experimental AFPA en estado As-built.*

| Probeta | Codificación | Límite elástico 0.2% (MPa) | Tensión máxima (MPa) | Alargamiento % |
|---|---|---|---|---|
| AFPA Demostrador (as-built) | T1 | 1180 | 1284 | 13 |
| | T2 | 1143 | 1288 | 15 |
| | Media | 1162 | 1286 | 14 |
| Valores de referencia | ASTURFER Bruto colada | 427 | 580 | 19 |
| | ASTURFER + TT convencional | 514 | 665 | 21 |
| | AFPA + TT convencional | 560 | 711 | 30 |

El enfriamiento ultra rápido que se produce en un proceso de fabricación aditiva como es el LB-PBF produce un estructura martensítica extremadamente fina. Las sucesivas pasadas pueden producir cierto grado de revenido sobre esta martensita al evacuar el calor aportado por el láser principalmente hacia las capas inferiores previamente sinterizadas. Esta microestructura explica el importante incremento observado tanto en el límite elástico como en la carga de rotura respecto al resto de valores de referencia, tanto para la calidad convencional de Asturfer®, como para su versión de fabricación aditiva (AFPA). En contrapartida al incremento anterior, se observa una reducción importante en la ductilidad del material en estado *as-built*. Siento aproximadamente la mitad del porcentaje alcanzado en la caracterización realizada la anualidad anterior tras el tratamiento térmico aplicado. Nótese, sin embargo, que el material impreso tiene, tras el tratamiento térmico, unas propiedades superiores a las del material convencional sometido al

mismo tratamiento térmico: mayor límite elástico, mayor carga de rotura y mayor ductilidad; algo que se puede explicar en virtud de la configuración microestructural tan fina asociada al proceso de fabricación aditiva.

#### 3.7.1.2 Diseño de ensayo para simulación de condiciones reales

Es habitual es uso de programas de simulación para predecir el comportamiento de un componente en servicio. Son muchos los parámetros que se pueden tener en cuenta a la hora de realizar estas simulaciones; temperatura, propiedades mecánicas, condiciones de contorno, esfuerzos mecánicos, tensiones internas, etc. Sin embargo, estas simulaciones se basan en los datos experimentales obtenidos para el componente en concreto y en la experiencia previa sobre el método de fabricación, el tipo de material, el ambiente en el que opera, etc. Por eso, cuando sea posible, es aconsejable realizar ensayos experimentales sobre el propio componente, que ayuden a recabar mayor información y corroboren las simulaciones realizadas con ayuda de programas de elementos finitos. Esto cobra mayor importancia al hablar de tecnologías como la que nos ocupa, LB-PBF, donde la experiencia previa es limitada y más si se trata de un material de nuevo diseño.

El primer paso a la hora de simular en el laboratorio las condiciones en servicio de un componente consiste en conocer las mismas y decidir cuáles son susceptibles de simularse en el laboratorio, cuales es necesario simplificar y cuales no pueden reproducirse. En caso de que no se conozcan las condiciones en las que trabaja un componente, se pueden instalar sensores (termopares, galgas extensiométricas, etc) en el componente original o en la zona de trabajo. En esta ocasión, y debido a las restricciones de acceso causadas por la situación sanitaria, los accesos a ciertas instalaciones se han visto muy limitados. Este hecho ha propiciado que optásemos por extraer información indirecta de las condiciones en las que suele trabajar un soporte de termopar en una línea de fabricación de chapa fina. En base a esta información se ha realizado un ensayo sobre el componente impreso en el acero inoxidable PH17-4 y fabricado por tecnología LB-PBF.

Este soporte contiene en su diseño un sistema *shock-absorber* destinado a reducir el impacto de las vibraciones en uno de sus ejes. Se ha observado que en una línea de laminación de chapa fina, la propia estructura de la línea provoca que las vibraciones y esfuerzos principales tengan un componente longitudinal a esta línea. Esta dirección prioritaria de los esfuerzos que sufre el componente, coincide con el eje que alberga el sistema de absorción shock-absorber del componente diseñado. Este diseño, junto a una serie de canales internos haría muy complejo o imposible su fabricación por cualquier método convencional de fabricación.

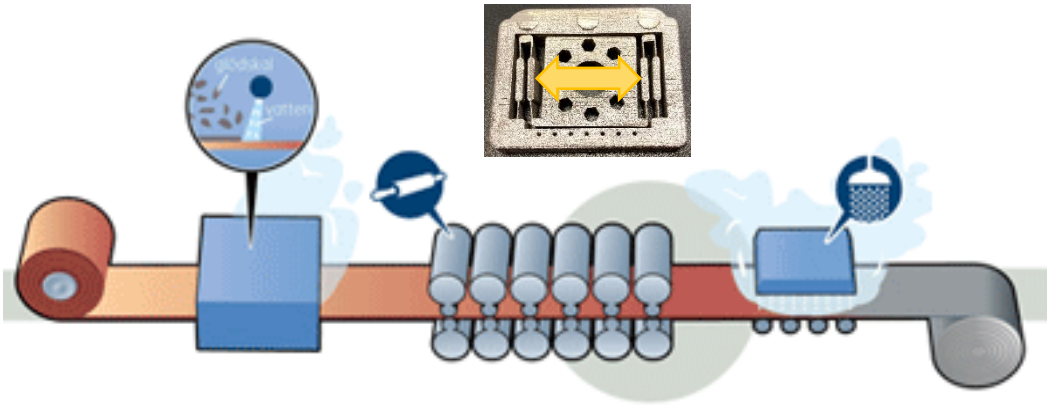


*Figura 153: Esquema de una línea de laminación de chapa fina cuya dirección coincide con el eje de absorción del componente (indicado mediante una flecha bidireccional amarilla).*

Los datos indirectos obtenidos para este tipo de instalaciones indican unas temperaturas de trabajo de entorno a los 120ºC en las zonas protegidas donde se albergan este tipo de soportes para sensores. Por otro lado, el tipo de vibraciones y esfuerzos que sufren estos componentes suelen presentar una combinación de vibraciones de baja amplitud, correspondiente al funcionamiento habitual de la línea, así como otros puntuales de mayor amplitud, correspondientes a transiciones, arranques u otros procesos no continuos.

Teniendo estos datos en cuenta, se ha fabricado un utillaje para acomodar el componente a estudiar en una máquina universal de ensayos INSTROM. Además, el conjunto se ha introducido en una cámara de alta temperatura con el objetivo de simular las condiciones de trabajo del componente a 120ºC.

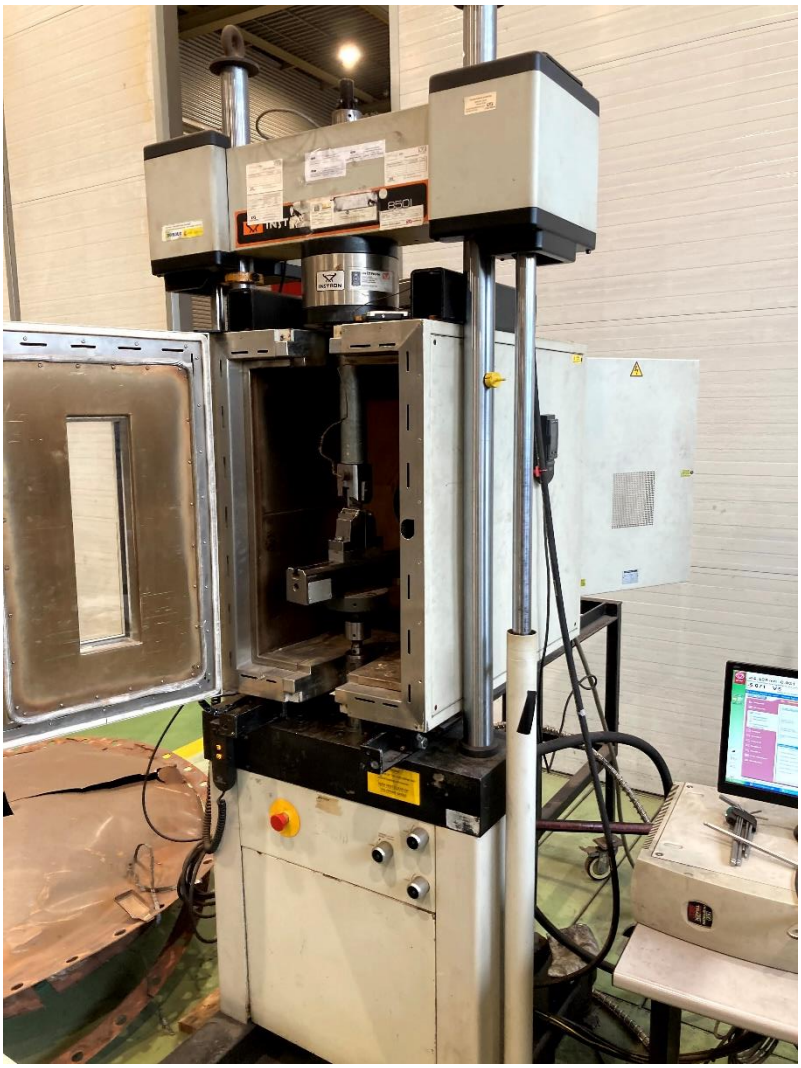






*Figura 154: Utillaje y componente dentro de la cámara para simular las condiciones de elevada temperatura montado sobre el equipo universal de ensayos INSTROM.*

Se ha establecido un ciclo de simulación de las condiciones de carga que a su vez se ha anidado sobre otro ciclo que repite este patrón una y otra vez para evaluar la resistencia del componente a lo largo del tiempo simulando las condiciones de trabajo.

El ciclo principal obtenido del equipo de ensayo se representa a continuación.

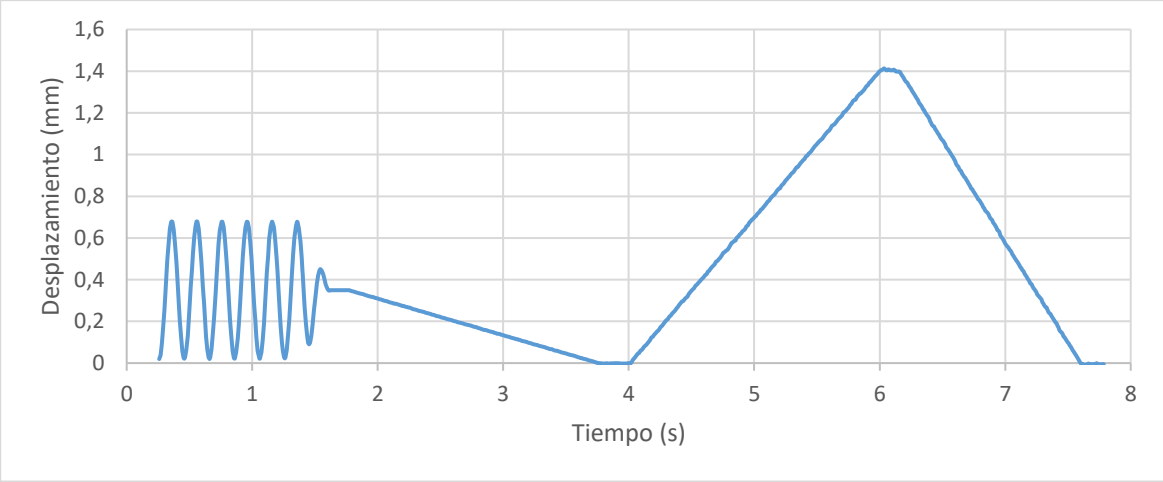



*Figura 155: Ciclo principal el cual ha sido repetido durante el ensayo.*

Este ciclo se ha repetido 10.000 veces a lo largo de 23 horas de ensayo. No se ha producido ningún fallo de la pieza durante el ensayo. Posteriormente ha sido retirada del utillaje y examinada visualmente, no presentando grietas ni defectos apreciables. Lo que indica un buen comportamiento tanto del material como del diseño optimizado para fabricación aditiva. Este ejemplo, sirve para demostrar que la libertad de diseño inherente a las tecnologías de fabricación aditiva puede ser aprovechada a la hora de acomodar ciertos esfuerzos que pudieran comprometer el componente original fabricado por tecnologías convencionales.

## 3.8 Diseño de un protocolo de caracterización integral para fabricación aditiva (Hito 6)

A medida que la fabricación aditiva se expande más allá de sus orígenes, como sistema de fabricación de piezas de prototipado, hacia una producción más industrial de componentes de uso final, la necesidad de un protocolo de caracterización que asegure unos estándares de calidad que cubran todos los aspectos de la tecnología se vuelve más importante. Mientras algunas normas y especificaciones de fabricantes documentan ciertos aspectos del proceso de fabricación, estas siguen evolucionando y en muchas ocasiones aún se encuentran en estado de desarrollo y acumulación de datos o evidencias por parte de las organizaciones internacionales de desarrollo de normativa. Una laguna especialmente importante en cuanto a normativa se encuentra en las propiedades críticas de los materiales de fabricación aditiva. Mientras estas propiedades se encuentran perfectamente documentados para diversos procesos convencionales de fabricación de componentes metálicos como moldeo o laminación, muy pocas normas se encuentran disponibles para evaluar de forma sistemática estas propiedades en componentes producidos por tecnologías como LB-PBF.

A lo largo de este proyecto, entre otras cuestiones, se han testado o desarrollado diferentes técnicas de caracterización que abarcan toda la cadena de fabricación de un componente producido

por tecnología LB-PBF. Esta va desde el polvo inicial a la pieza o componente final. Durante esta tarea, la T6.1, se ha realizado un protocolo de caracterización integral atendiendo al conocimiento adquirido en cuanto a caracterización y control de calidad para componentes fabricados por esta tecnología aditiva.

En el diagrama siguiente resume en 8 pasos, las características principales a tener en cuenta a la hora de asegurar la obtención de un componente de calidad mediante un proceso de fabricación aditiva en cama de polvo. El tiempo y coste de fabricación son a su vez dos factores de gran importancia de cara la a industrialización de un componente, pero puesto que no han sido estudiados durante el proyecto, se dejarán aparte para futuros estudios. Además, esta tarea se centra en los aspectos que más tienen que ver con el material y el componente, partiendo de un diseño dado. El software y hardware de la máquina de impresión también suele venir fijado y mantenido por el fabricante, por tanto no entraremos en su evaluación.

A modo de resumen, los aspectos a tener en cuenta en el protocolo de caracterización integral para fabricación aditiva son los siguientes: materia prima, preparación del proceso, geometría del componente, proceso de impresión y post-procesos. Estos mismos aspectos se ven remarcados en rojo en el diagrama siguiente. La disposición de cada etapa no implica que todos los procesos vayan a llevarse a cabo en ese orden, por ejemplo, la selección del material será uno de los primeros aspectos a considerar. Esta disposición se ha establecido a modo de guía para el protocolo de caracterización.

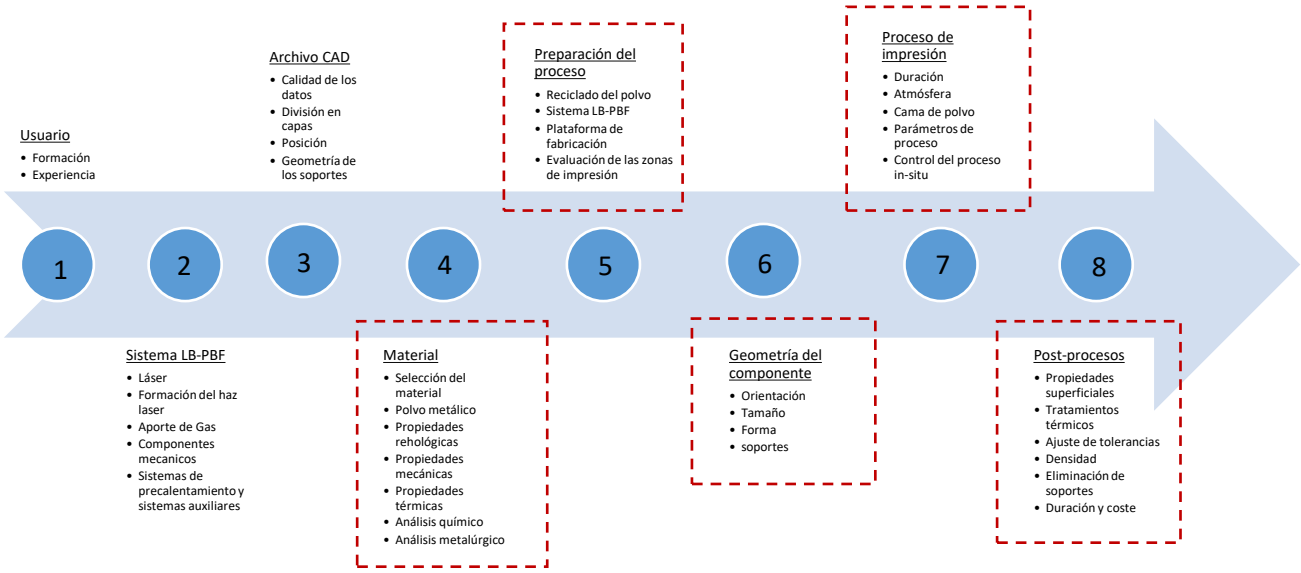



*Figura 156: Sección del demostrador fabricado en el acero experimental AFPA.*

- Material:

En un proceso LB-PBF, al tiempo que se genera la geometría del componente se le genera también el material, que es fundamentalmente distinto al polvo inicial de partida. Esta característica de construir material y componente en el mismo proceso obliga a tener muy en cuenta las características del proceso y como se relacionan estas con el material de partida. Para ello, el primer punto a tener en cuenta en el protocolo de caracterización integral para fabricación aditiva consistirá en una selección adecuada del material y una caracterización exhaustiva del polvo metálico seleccionado.

Para la selección del material se ha establecido el siguiente diagrama de flujo.

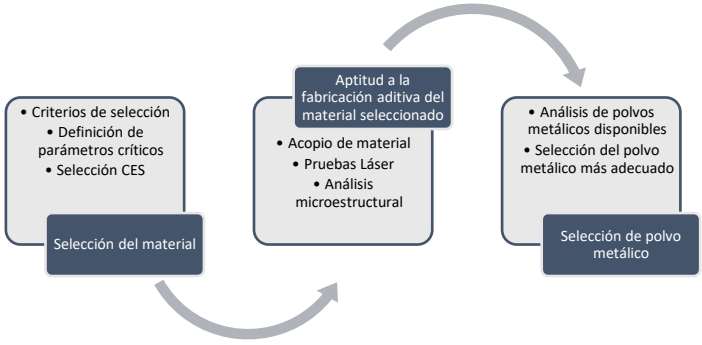



*Figura 157: Diagrama de flujo para la selección del material.*

En un primer punto se establecen unos criterios de selección junto a unos parámetros críticos. En función de si el objetivo del componente es sustituir uno convencional por otro con ciertas propiedades mejoradas, o crear uno totalmente nuevo, habrá que tener en cuenta los criterios del diseño original o analizar los que demanda la nueva pieza.

En este punto se debe estudiar si alguno de los materiales comerciales disponibles para el proceso LB-PBF cumple con los requisitos seleccionados. Trabajar con un material comercial ha de ser una prioridad siempre que sea posible, y suele ser preferible una modificación del diseño para adaptarlo a las propiedades que ofrecen los materiales disponibles comercialmente antes que plantearse el desarrollo de un nuevo material. Esto se debe a que los materiales comerciales vienen acompañados de unos parámetros establecidos, un conocimiento asociado al comportamiento del mismo cuando se produce por tecnologías de fabricación aditiva y una disponibilidad de este en el formato adecuado a precios competitivos respecto a una producción ad-hoc.

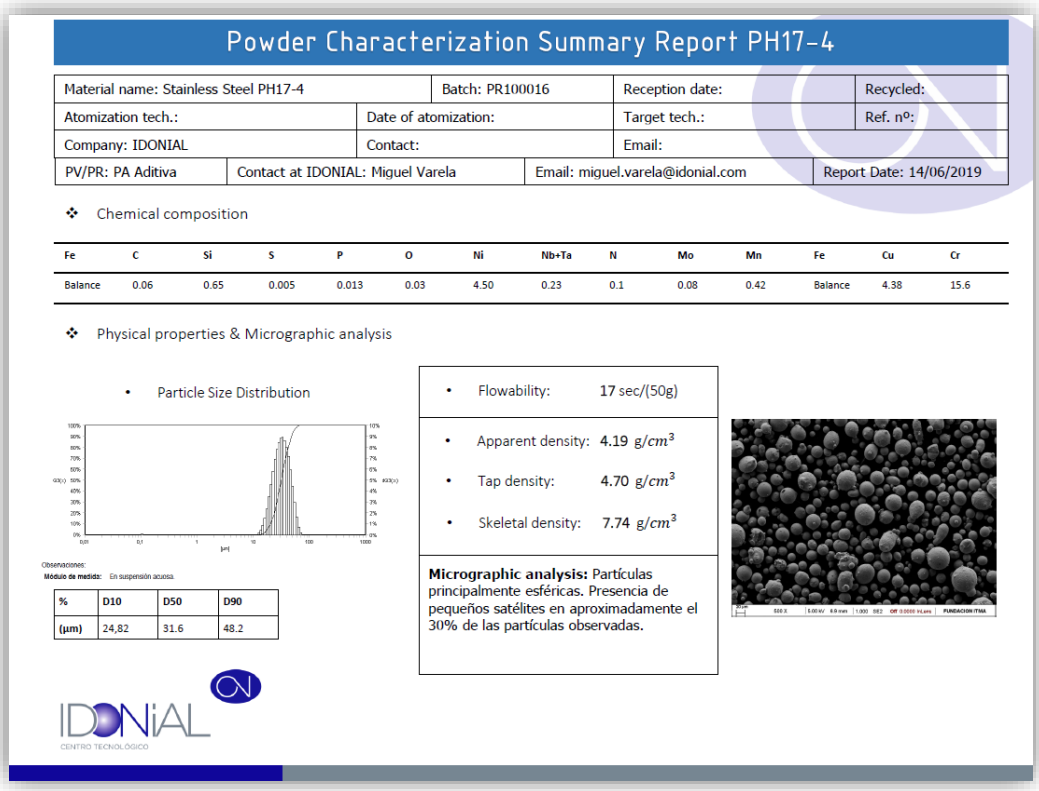
Cuando los requisitos del componente no puedan satisfacerse utilizando un material disponible comercialmente se llevará a cabo una selección del material teniendo en cuenta las características críticas en servicio. Esta selección puede venir asistida por una base de datos de materiales como la aplicación CES (Cambridge Engineering Selector). La selección ha de tener en cuenta la aptitud a la fabricación aditiva, por ejemplo realizando caracterizaciones mediante *single tracks* y pruebas a escala laboratorio, previas a la atomización.

Una vez se dispone del polvo metálico del material seleccionado, bien sea comercial o de nuevo desarrollo, comenzaría a aplicarse el protocolo de caracterización integral para fabricación aditiva.

En primer lugar se realizará una caracterización del polvo de partida. Al menos esta ha de consistir en un análisis químico de la muestra, una medida de su fluidez, distribución de tamaño de partícula

y densidad, así como los datos correspondientes a fecha de producción, método y gas de atomización.

Estos datos se deben recoger en una ficha como la realizada para el material comercial PH17-4 analizado durante el proyecto y que se muestra a continuación.



Powder Characterization Summary Report PH17-4

| | | | |
|---|---|---|---|
| Material name: Stainless Steel PH17-4 | Batch: PR100016 | Reception date: | Recycled: |
| Atomization tech.: | Date of atomization: | Target tech.: | Ref. nº: |
| Company: IDONIAL | Contact: | Email: | |
| PV/PR: PA Aditiva | Contact at IDONIAL: Miguel Varela | Email: miguel.varela@idonial.com | Report Date: 14/06/2019 |

❖ Chemical composition

| Fe | C | Si | S | P | O | Ni | Nb+Ta | N | Mo | Mn | Fe | Cu | Cr |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Balance | 0.06 | 0.65 | 0.005 | 0.013 | 0.03 | 4.50 | 0.23 | 0.1 | 0.08 | 0.42 | Balance | 4.38 | 15.6 |

❖ Physical properties & Micrographic analysis

• Particle Size Distribution

Observaciones:
Módulo de medida: En suspensión acuosa

| % | D10 | D50 | D90 |
|---|---|---|---|
| (µm) | 24,82 | 31.6 | 48.2 |

- Flowability: 17 sec/(50g)
- Apparent density: 4.19 $g/cm^3$
- Tap density: 4.70 $g/cm^3$
- Skeletal density: 7.74 $g/cm^3$

**Micrographic analysis:** Partículas principalmente esféricas. Presencia de pequeños satélites en aproximadamente el 30% de las partículas observadas.

*Figura 158: Ficha de ejemplo de la caracterización recomendada para un polvo metálico.*

En caso del desarrollo de un material nuevo para fabricación aditiva o encontrar defectos sin un origen claro en el material impreso, la caracterización del polvo puede extenderse e incluir técnicas específicas como la desarrollada en la tarea T3.1 *Desarrollo de un procedimiento de preparación metalográfica de polvo metálico*. En ella de desarrolló una nueva técnica de preparación metalográfica de polvo metálico en dos pasos, para observar mediante microscopía electrónica una sección del polvo. De este modo se pueden descartar posibles problemas con exceso de porosidad atrapada durante la atomización, además de observar la microestructura del mismo.

Una vez se obtiene el material impreso, es necesario realizar, al menos, una caracterización básica consistente en una serie de ensayos de tracción sobre probetas testigo o extraídas del mismo componente. Teniendo en cuenta la zona de impresión (a tenor de lo que se describirá en siguiente apartado de preparación del proceso). Así como un ensayo de densidad y dureza.

En función de la responsabilidad del componente será necesario avanzar en una caracterización enfocada al servicio y requerimientos planteados para el mismo. En general para todos los componentes con una mínima responsabilidad, los aspectos principales a tener en cuenta en piezas producidas por tecnología LB-PBF serán el análisis de su tenacidad al impacto mediante un

ensayo Charpy y un ensayo de vida a fatiga. Se ha observado durante el proyecto, que estas dos propiedades son especialmente sensibles al tipo de tecnología de fabricación aditiva. La caracterización especifica enfocada al servició puede ser similar a la realizada para un componente producido por tecnología convencional, teniendo en cuenta características como la resistencia a la corrosión, resistencia a alta temperatura, comportamiento a fractura, etc.

- Preparación del proceso:

Es habitual la reutilización o reciclado del polvo sobrante en sucesivas fabricaciones. Además es una de las ventajas respecto a los procesos de fabricación sustractivos convencionales. Pero hay que tener en cuenta que el polvo metálico puede evolucionar a lo largo del tiempo y los sucesivos ciclos de fabricación. Distinto materiales bajo distintos tipos de fabricación pueden comportarse de manera diferente. En la mayor parte de los casos, los equipos de impresión llevan asociados otros equipos auxiliares dedicados al procesamiento y filtrado del polvo antes de su reutilización. El principal objetivo de estos equipos es el filtrado de partículas de gran tamaño producidas o bien por el efecto *spattering* durante el proceso de impresión o por aglomeraciones de partículas, todo bajo un gas protector para evitar la oxidación del polvo.

Sin embargo, otros aspectos han de ser tenidos en cuenta para cada material en concreto. Desde la absorción de gases como el nitrógeno que puedan alterar la microestructura resultante de la pieza final y por ende sus propiedades, a la cantidad de óxido presente que pueda generarse durante su transporte o almacenamiento.

Otro aspecto a controlar es la morfología de las partículas. Si esta se ve alterada, se observará un descenso en la fluidez del polvo, lo cual supondrá obtener un lecho de polvo no homogéneo en cada capa que extienda el *recoater* y con una densidad que no será la adecuada. Una deficiente cama de polvo provocará defectos en la pieza final sinterizada que afectarán con toda probabilidad a sus propiedades finales. Por tanto, se recomienda realizar al menos el siguiente seguimiento para materiales comerciales.

- Un análisis previo del *batch* donde se caracterice su fluidez mediante un ensayo utilizando el aparato de Hall, comprobando que los valores se encuentran dentro de lo recomendado por el fabricante.
- Al menos para los materiales comerciales analizados en el proyecto (SS PH17-4 y AISI 316L), no se ha observado alteraciones importantes en su fluidez tras diez ciclos de fabricación (con el equipamiento y condiciones ensayadas). Por tanto, para estos materiales se recomienda un seguimiento cada, al menos, estos diez ciclos. Para el resto de materiales, se recomienda caracterizar la fluidez del polvo siguiendo un procedimiento similar al realizado durante el proyecto con el fin de establecer el protocolo de calidad adecuado.
- De igual modo, para los materiales comerciales estudiados, la estabilidad química ha sido buena en los diez primeros ciclos. La recomendación es similar a la anterior.
- En caso de detectarse problemas en el material que puedan tener origen en el polvo de partida, el análisis ha de ser exhaustivo e incluir una caracterización completa como la indicada en el apartado para el material.

Es importante además, conocer cómo afectan las características de la cámara de fabricación del equipo a las propendes finales de los componentes producidos. A este respeto, al menos se tendrán en cuenta los siguientes aspectos:

- En función del tamaño, posición y número de piezas, así como el material y parámetros utilizados, la fabricación generará unas tensiones residuales que han de ser soportadas por la placa de fabricación, la cual debe tener unas dimensiones adecuadas para ello.
- En función de los requisitos de rugosidad superficial demandados a ciertas zonas de la pieza, puede optarse por situar la misma en una zona concreta que mejore este acabado superficial tras la impresión. En la imagen inferior se observa en color verde cuales serían estas zonas en función del flujo de gas y la posición del recoater.

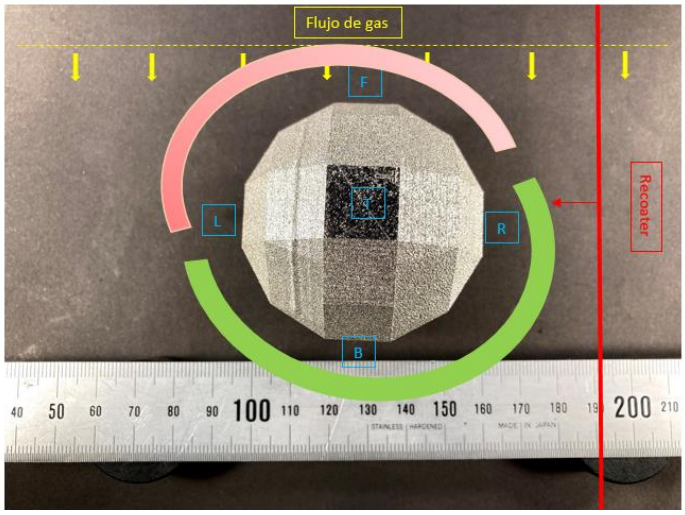



*Figura 159: Rugosidad superficial en función de la posición del componente en la cámara de fabricación.*

- La posición dentro de la zona de fabricación tiene una importante influencia sobre los defectos presentes en la pieza y por ende en las propiedades del componente en esa zona. Puesto que estas zonas y variaciones dependen completamente del equipo utilizado, se recomienda realizar un estudio previo que permita distinguir qué zonas son estas y cuál es la influencia sobre las propiedades más importantes.

❖ Geometría del componente:

A lo largo del proyecto se ha analizado cómo la geometría del componente puede afectar a sus propiedades. Se han diseñado y ensayado probetas con importantes cambios geométricos que representan distintas rutas de evacuación de calor y por tanto distinto historial térmico en cada zona estudiada.



*Figura 160: Probetas especiales para la evaluación de cambios geométricos.*

Los estudios realizados han permitido observar las variaciones que se producen en estas zonas. Estas pueden ser de carácter microestructural o, incluso en ocasiones, la energía aportada en estos puntos puede salirse de la zona óptima de fabricación y producir defectos internos concentrados en las zonas de transición. Esto es especialmente peligroso al tratarse precisamente de zonas de transición geométrica, con la debilidad inherente que tienen de por si estas zonas cuando actúan como concentradores de tensión.

Es por tanto recomendable prestar especial atención a estas zonas de grandes transiciones geométricas a la hora de diseñar y fabricar un componente. Deben de ser lo más progresivas posible y en caso de ser obligatorio para su función el salto geométrico, esta zona debe estudiarse con atención. En estos casos, y cuando se trate de piezas de responsabilidad, es recomendable fabricar demostradores de estas zonas concretas que permitan, a partir de ellos, mecaniza probetas y caracterizar estas zonas. Asegurando de este modo la integridad de la pieza o componente final.

Al mismo tiempo, la orientación del componente resulta clave a la hora de reducir la cantidad de soportes necesarios en una pieza, modifica el ángulo de las pareces, y por tanto su acabado superficial, y permitir un buen funcionamiento del recoater. La experiencia del técnico de fabricación juega un punto clave a la hora de seleccionar la orientación óptima en función de la geometría o geometrías de los componentes a fabricar. Como recomendaciones generales será evitar que el recoater incida simultáneamente con grandes áreas del componente o de los componentes. Es preferible que la incidencia se produzca gradualmente sobre ellos colocándolos, por ejemplo, en forma de flecha en oposición a una línea paralela al recoater.

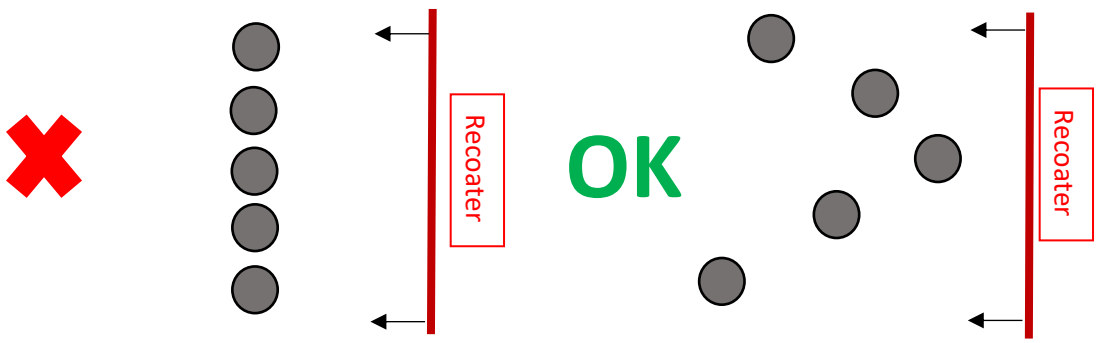



*Figura 161: Colocación óptima de las piezas respecto al recoater para la tecnología LB-PBF.*

❖ Proceso de impresión:

Durante el proceso de impresión se han de aplicar una serie de parámetros que, habitualmente para materiales comerciales, vienen aportados por el fabricante del equipo y aseguran ciertas propiedades básicas como dureza, carga de rotura, alargamiento, etc. Sin embargo, las propiedades indicadas por el fabricante vienen asociadas a las condiciones en las que han sido mediadas. Esto suele ser en la zona central de la placa de impresión y con un bajo índice de empaquetamiento, lo que se traduce en un bajo área de material impreso por capa respecto al total de la zona de impresión. Estos dos factores resultan clave a la hora de extrapolar las propiedades indicadas por el fabricante a la generación de piezas reales y pueden dar lugar a resultados indeseados y que sorprendan al usuario final.

Resulta clave por tanto la implantación de un control de calidad que compruebe, previamente o al mismo tiempo de la impresión final del componente, las propiedades que se alcanzarán en sus condiciones de impresión. Esto puede realizarse con la fabricación de probetas testigo y/o demostradores a escala que se fabriquen junto con el componente final. Cuando el índice de empaquetamiento sea elevado en el área de fabricación, habrá que tener en cuenta su efecto sobre las propiedades de los componentes impresos, además de las zonas de impresión descritas en el apartado “preparación del proceso”.

Otro punto a tener en cuenta será el tipo de gas de protección a utilizar en función del material con el que se trabaje. Se ha observado como, por ejemplo para el acero comercial inoxidable PH17-4, si el proceso de atomización se produce en atmósfera de nitrógeno y el proceso de fabricación se realiza también en esta misma atmósfera, la microestructura final obtenida se ve enriquecida en este gas desviando las curvas de transformación de fase y obteniéndose una microestructura con propiedades menores a las esperadas. Esto pone de manifiesto la necesidad de controlar el proceso de impresión en su conjunto y establecer un control de calidad donde se realicen al menos las siguientes caracterizaciones:

- Una caracterización mecánica.
- Un análisis metalúrgico del material impreso.
- Mediad de la densidad del material impreso mediante el método de Arquímedes.

Este control de calidad debe aplicarse al menos por cada material, parámetros de impresión y rango de densidad de empaquetamiento.

❖ Post-proceso:

El último de los aspectos que tiene en cuenta el protocolo de caracterización integral para fabricación aditiva es el correspondiente al post-presado. Y como primer punto a tener en cuenta en este aspecto será el tratamiento térmico.

Puesto que la mayor parte de los materiales comerciales vienen heredados de aleaciones disponibles para tecnologías convencionales de fabricación, es habitual pretender aprovechar los tratamientos térmicos tradicionales para ellas. Pero hay que tener en cuenta que el proceso LB-PBF genera una microestructura que muy poco tiene que ver con las habituales microestructuras que

presentan estos materiales, por ejemplo en estado de recocido previo al tratamiento térmico. Debido a los enormes gradientes térmicos que se producen durante el proceso de fusión láser localizada, es habitual encontrar grandes contrastes en sus microestructuras. Subestructuras de enfriamiento muy finas, segregación y tamaños de grano muy variables que van desde un grano muy fino que nace en el borde de la *melt-pool* y crece hacia su interior disminuyendo el tamaño de los mismos a medida que se acercan a la parte superior y central de esta, hasta un grano que crece de forma epitaxial entre las diferentes capas, pudiendo alcanzar los centenares de micras en la dirección principal de evacuación del calor (vertical hacia la base).

A modo de ejemplo, se muestra en la imagen siguiente, extraída de los trabajos de Köhnen et Al. [3]., cómo varia el tamaño de grano de un acero austenítico producido por tecnología LB-PBF en función de los parámetros de proceso aplicados.

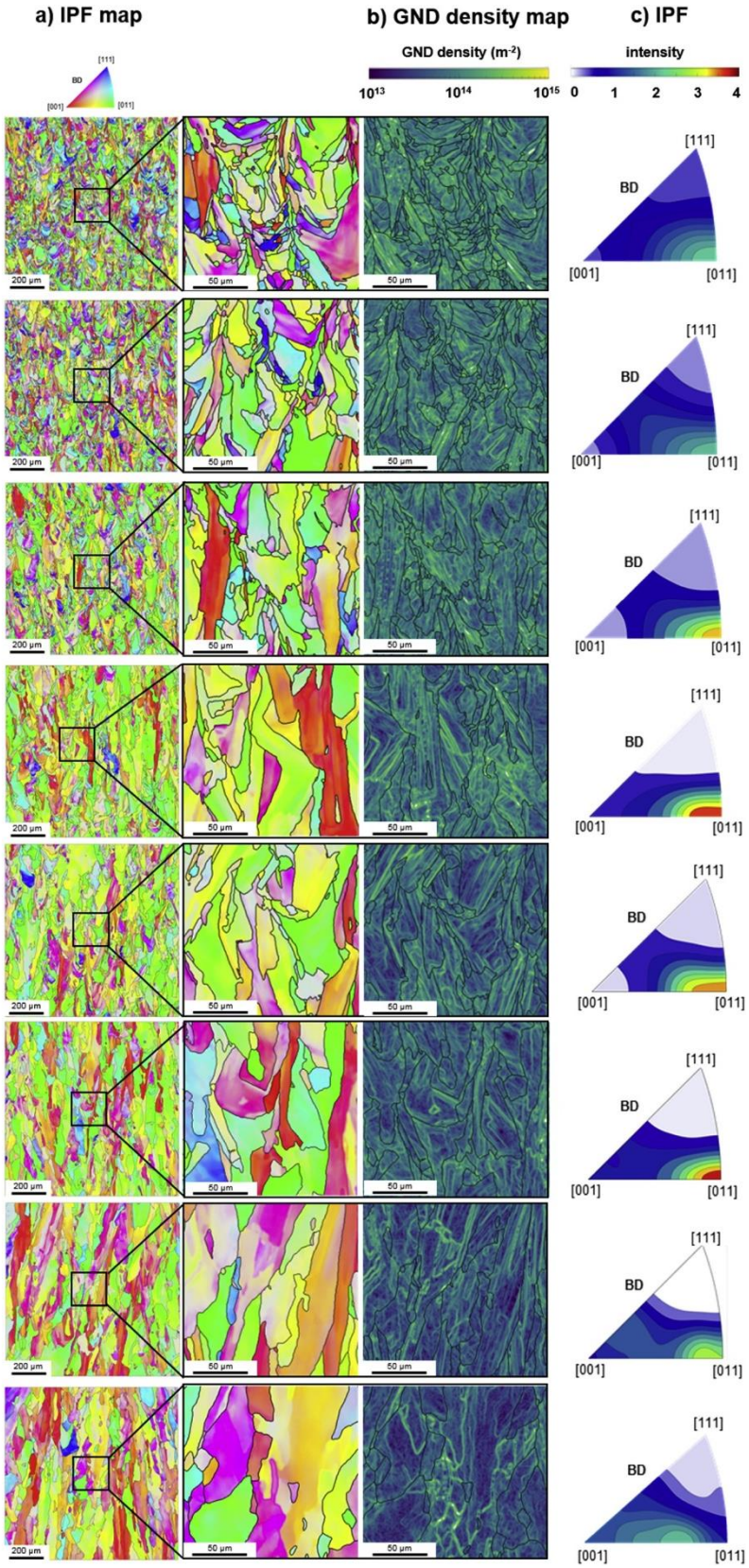



*Figura 162: Diferencia en el tamaño de grano registrado para un material fabricado por tecnología LB-PBF en función de los parámetros utilizados. Extraído del* trabajo de *Köhnen et Al. [3].*

Esta heterogeneidad dentro del proceso LB-PBF entre diferentes materiales o incluso para el mismo material utilizando distintos parámetros, junto con los cambios composicionales que pueden producirse durante el proceso de fabricación, por evaporación de aleantes, captación de gases, etc, demuestran la necesidad de adaptar o diseñar desde cero los tratamientos térmicos para los componentes producidos por tecnología LBPBF. Al igual que con las propiedades mecánicas indicadas por el fabricante del equipo, los tratamientos térmicos indicados en la hoja de especificaciones del material pueden ser validos bajo ciertas circunstancias, pero solo un correcto control de calidad y una evaluación previa, podrán asegurar que serán adecuados para el uso final específico del componente y las propiedades demandadas. En caso de no serlo, será necesario el diseño de un tratamiento térmico a medida mediante técnicas dilatométricas y un análisis metalúrgico.

Otro punto de gran importancia en un proceso de fabricación aditiva donde se producen grandes gradientes térmicos es el correspondiente a las tensiones residuales tras el proceso de impresión. Ya se ha hablado de la importancia de situar una serie de soportes sobre el componente que eviten la deformación o despegue del mismo de la placa de fabricación. Sin embargo, estos soportes, una vez retirados, pueden no impedir que la pieza final se deforme y las desviaciones dimensionales no sean aceptables para las tolerancias objetivo. Incluso en ocasiones puede llegar a la rotura del mismo. En este caso, se recomienda por un lado conocer lo mejor posible cuales son estas tensiones residuales. Como se ha demostrado en este proyecto, esto puede llevarse a cabo de manera fiable mediante el método del agujero ciego. Con ello podremos observar en qué casos es necesario aplicar un tratamiento de alivio de tensiones o incluso dimensionar los soportes a situar en el componente.



*Figura 163: Método del agujero ciego, utilizado para la medida de las tensiones residuales en componentes producidos por tecnología LB-PBF.*

*[3] Patrick Köhnen, Maike Létang, Maximilian Voshage, Johannes H. Schleifenbaum, Christia Haase, Understanding the process-microstructure correlations for tailoring the mechanical*

*properties of L-PBF produced austenitic advanced high strength steel, Additive Manufacturing, Volume 30, 2019, 100914, ISSN 2214-8604, https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100914.*

# 4 CONCLUSIONES

La realización de este proyecto ha permitido identificar los aspectos más relevantes a tener en cuenta a la hora de generar un protocolo de caracterización que tuviese en cuenta toda la cadena de producción de un componente generado por tecnología LB-PBF. Esta información ha sentado las bases del hito 5 y 6, donde se caracterizaba ya un componente final, el cual era sometido, en el laboratorio de fundación Idonial, a una simulación del entorno real en el que está destinado a trabajar.

La experiencia e información recopilada ha permitido establecer un protocolo de caracterización que describe los aspectos más significativos a tener en cuenta y establece unas pautas básicas para llevar a cabo una fabricación exitosa de un componente fabricado por tecnología aditiva LB-PBF.

Este protocolo, como es lógico, ha de adaptarse a las circunstancia de cada caso, pero el desarrollo del proyecto ha permitido establecer una escala capaz de analizar la influencia de cada uno de los factores que afectan a las propiedades de un componente producido por esta tecnología. Esto resulta clave a la hora de extender la industrialización de los mismos. Conocer por ejemplo, cómo influye la geometría o posición de un componente, qué zonas son críticas y como analizarlas, o cómo y de qué manera asegurar que un polvo metálico cumple con las características necesarias para una óptima producción, son aspectos que han sido descifrados a lo largo del proyecto. Otro ejemplo es la elevada presencia de tensiones residuales, en función del material, observadas a lo largo del proyecto. Todos estos aspectos se incluyen en el protocolo de caracterización, que como se ha dicho, ha de adaptarse al tipo de material, en función de si es o no comercial, a los requerimientos del componente, los equipos de fabricación, etc. Pero que sirve como base para que las empresas que opten por aprovechar algunas de las ventajas que esta tecnología ofrece, puedan beneficiarse del conocimiento adquirido, reduciendo costes y facilitando el proceso de introducción de esta tecnología en nuevos sectores y adquieran la seguridad necesaria para la implementación de soluciones basadas en el empleo de esta tecnología de fabricación.

Otro de los aspectos remarcables del proyecto ha sido el éxito en el desarrollo de un nuevo material como es el AFPA, basado en la experiencia previa del acero Asturfer®, un acero ferrito-martesítico de activación reducida y con unas características muy interesantes, no sólo en procesos de fusión, sino también en otros sectores donde se trabaje a elevada temperatura. Este material se ha desarrollado desde la fusión del lingote inicial, que posteriormente fue atomizado para obtener el polvo metálico con las características necesarias, hasta la producción de un demostrador final del componente. Esto no sólo ha supuesto un éxito respecto al desarrollo de un interesante material sin competencia directa dentro de los comercialmente disponibles, sino que ha servido para demostrar la capacidad de desarrollo de materiales dentro de la fundación Idonial. Este proceso requiere de un gran conocimiento, desde el aspecto metalúrgico al tecnológico. Con una importante serie de etapas que requieren de recursos y conocimiento multidisciplinar, y permite abrir una nueva línea de actividad dentro del centro tecnológico.

Uno de los objetivos sobre los que se hacía hincapié al inicio del proyecto, es el de comprender cómo varían las propiedades, localmente dentro de un componente, en función de diferentes factores como son su geometría, orientación o posición. A lo largo del proyecto se ha revelado la importancia de identificar zonas críticas dentro de una pieza fabricada por tecnología LB-PBF. Se ha demostrado que manteniendo los parámetros de fabricación estables, la incidencia de esta energía aportada puede ser diferente en según en qué zonas del componente se aplique. Como ejemplo, se ha observado como grandes cambios geométricos suelen producir un sobrecalentamiento que incita una modificación microestructural en ciertas zonas. En función de lo limitada que sea la zona óptima de parámetros de fabricación, en estos puntos podría ser que la incidencia energética se desplazase de esa zona óptima de fabricación llegando a provocar defectos en la misma. Si bien estos no se han llegado a encontrar en el material en las condiciones analizadas durante el proyecto, la evidencia de un cambio microestructural obliga a que no pueda descartarse que bajo ciertas circunstancias puedan ocurrir. En todo caso, lo que no cabe duda es que son zonas que merecen especial atención y cuya posible modificación en propiedades ha de tenerse en cuenta en aquellos casos que lo exijan los requerimientos del componente.

Otra de las conclusiones obtenidas a partir del estudio realizado, se refiere a la extrapolación de post-procesos como son los tratamientos térmicos o la extrapolación de propiedades, en materiales comerciales, desde su versión para tecnologías de fabricación convencionales a las piezas producidas por tecnología aditiva. Se ha observado una tendencia común en el mercado a utilizar estas extrapolaciones, sin embargo, como se ha demostrado a lo largo del proyecto, las características inherentes a los procesos de fusión láser localizada hacen que el material obtenido poco o nada tenga que ver con su versión para tecnologías sustractivas o convencionales. Un estudio previo, como los planteados en el protocolo de caracterización, además de la aplicación de un control de calidad adecuado ha demostrado ser elementos fundamentales a la hora de asegurar una producción de componente LB-PBF con la mayor calidad y menor descarte de piezas defectuosa.

La realización de este proyecto ha permitido por tanto establecer las conexiones entre materia prima, material impreso y pieza final, tanto en lo que respecta al desarrollo de un material como en lo que se refiere a establecer un protocolo de caracterización y un control de calidad que aseguren la fabricación de componentes industriales por tecnología LB-PBF.