

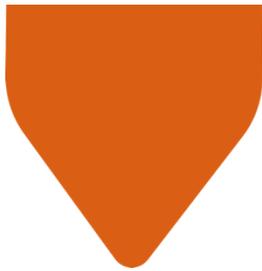
Interreg



Sudoe

ADDITool

European Regional Development Fund



D 2.1. REPORT ON MATERIAL FOR MAM

DATE: 22/02/2023

www.additool.eu

INDEX

1. INTRODUCCION	3
2. OBJETIVOS.....	3
3. DESCRIPCION.....	3
4. RESULTADOS	3
Pilot FR1-LAUAK	4
Pilot PT1-MOLDETIPO	17
Pilot SP1-MEUPE/INESPASA	31
Pilot FR2-SOMOCAP	43
Pilot PT2-VIDRIMOLDE	69
5. CONCLUSIONES.....	75
6. REFERENCIAS	75

1. INTRODUCCION

El Paquete de Trabajo 2 (WP2) del proyecto ADDITool con Título: *Transferencia de tecnología MAM al sector del utillaje* proponía desarrollar y fabricar 5 pilotos para transferir las tecnologías de fabricación aditiva (FA) a las PYMES del sector del utillaje en el SUDOE.

Este informe recoge la descripción de la fabricación y caracterización de materias primas, ensayo de fabricación 3D, post-procesado y caracterizaciones obtenidas en la Actividad 2.1: *Materiales para fabricación aditiva metálica*, y Actividad 2.2: *Fabricación, post-procesado y caracterización de demostradores*.

2.OBJECTIVOS

El principal objetivo de este entregable es recoger los resultados de la caracterización de los diferentes materiales utilizados en los cinco pilotos.

3.DESCRIPCION

Tabla 1. Tipo de caracterización realizada por los socios en cada piloto.

PILOTOS	Material inicial	CARACTERIZACIÓN					
		Microestructura	Mecanización	Conductividad Térmica	Conductividad Eléctrica	Dilatometría y DTA	Tomografía
FR1 LAUAK	CEIT	ENIT & LOR-TEK	ENIT & LOR-TEK				
PT1 MOLDE TIPO	CEIT					ENIT	
SP1 MEUPE/INESPASA		CEIT & ENIT		CEIT	ENIT		
FR2 SOMOCAP	ENIT & LOR-TEK	CEIT & ENIT	LORTEK & ENIT			ENIT	FADA-CATEC & UPV/EHU
PT2 VIDRIMOLDE	CEIT						

4.RESULTADOS

La caracterización se basará para cada piloto, en la caracterización de la materia prima, las propiedades microestructurales, químicas y mecánicas de los materiales tras la fabricación aditiva y también después del post-procesamiento (tratamientos térmicos). Además, se analizarán las propiedades de conductividad térmica y eléctrica para el piloto SP1 MEUPE/INESPASA y se realizarán pruebas NDT mediante análisis de tomografía computarizada en varios pilotos.

Pilot FR1-LAUAK

Caracterización material de partida

El material original, 40CMD8, no es soldable. Por ello, se ha seleccionado un material con propiedades mecánicas similares y que se pueda obtener en formato polvo y formato hilo.

Tabla 2. Especificaciones del material original y el seleccionado en este trabajo.

	Designation	Re (Mpa)	Rm (Mpa)	A5 (%)
Original	40CMD8 (40CrMnMoS8-6)	850	1000	11
Proposal	EN4334 (15CrMnMoV5-4-9-3) // AIR 9117 : 15CDV6	930	1080 - 1280	10

En la planta piloto de atomización de CEIT se atomizó con gas un lote de 10 kg de polvo 15CDV6 (AIR 9117). El polvo se tamizó para obtener el rango de tamaño de polvo requerido para el proceso LMD, +44-106 μm con un tamaño promedio de 73 μm , Tabla . El polvo es esférico con alta esfericidad (cerca de uno) y muy baja cantidad. de satélites, que lo hacen apto para tecnologías de fabricación aditiva, Figura 1 y Figura 2.

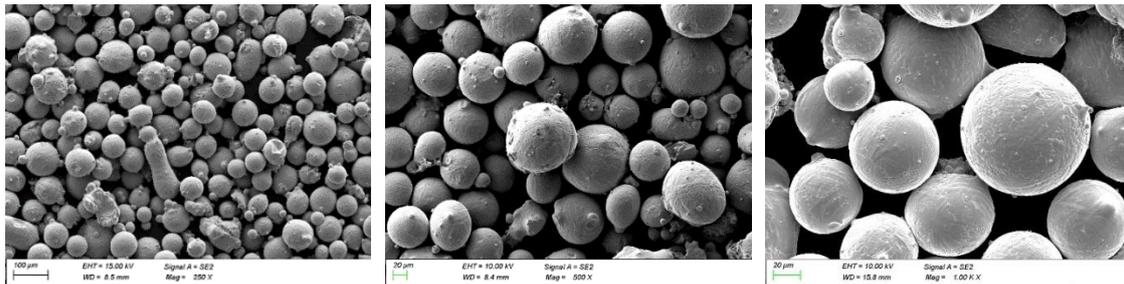
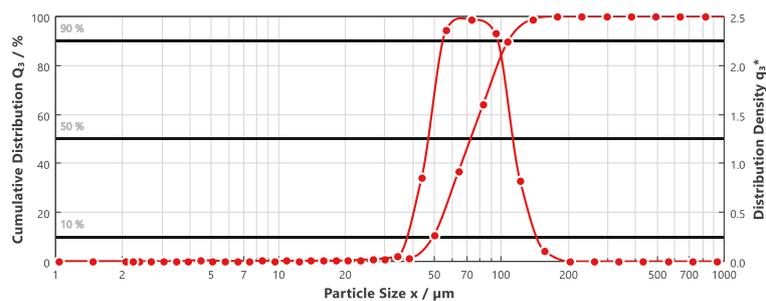


Figura 1 Imágenes FEG-SEM del polvo 15CDV6 atomizado

Tabla 3. Distribución de tamaño de partícula y esfericidad del polvo 15CV6

Dv(10) (μm)	49.00	S (10)	0.74
Dv(50) (μm)	73.31	S (50)	0.84
Dv(90) (μm)	107.68	S (90)	0.93



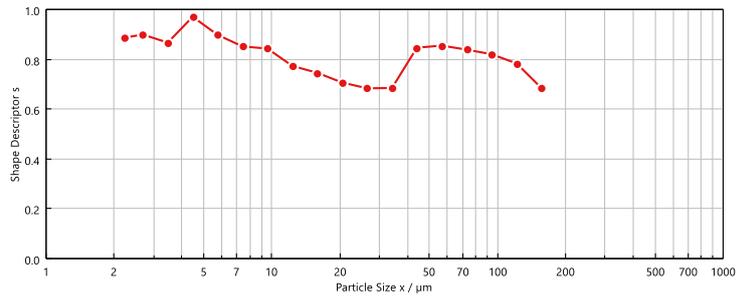


Figura 2. Distribución del tamaño de partícula (arriba) y factor de forma (abajo) en función del tamaño de partícula del polvo 15CDV6.

Las propiedades físicas de este polvo, fluidez y densidad, también estuvieron dentro de los rangos esperados, Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades físicas del polvo 15CDV6.

Flow rate (s/50g)	Apparent density (g/cm ³)	Tap density (g/cm ³)	Pycnometer density (g/cm ³)
0.33	4,31	4,54	7,68

Se analizaron imágenes de la sección transversal del polvo, Figura 3. Imágenes FEG-SEM y análisis EDS del polvo 15CDV6.

. No hubo presencia de poros internos y las partículas estaban enriquecidas con Si, V, Mo y Mn.

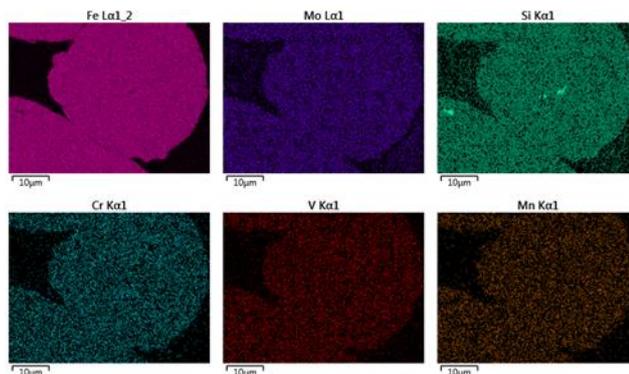
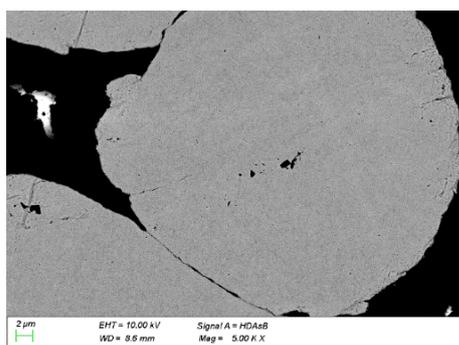
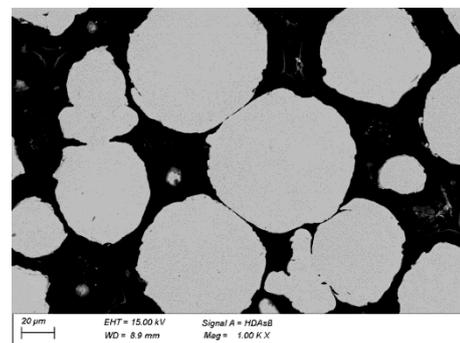
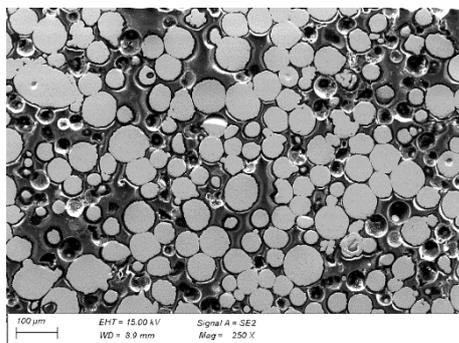


Figura 3. Imágenes FEG-SEM y análisis EDS del polvo 15CDV6.

La composición química del polvo medida por ICP y el contenido intersticial por LECO se recogen en la Tabla 3.

Tabla 3. Composición química del polvo 15CDV6.

Element	Mn	Si	Cr	Mo	V	P	C	O	S	N	Fe
(%wt.)	1.01	0.150	1.57	0.94	0.287	N.D.	0,122	0,0126	0,0049	0,0014	95.8
Min-Max	0.8-1.1	Max. 0,2	1,25-1,50	0,80-1,00	0,20-0,30	Max. 0,02	0,12-0,15	-	Max.0.0015	-	-

Caracterización Microestructural

Material procesado con DED-Wire laser (LMD-W)

Se estudió el estado metalúrgico y las propiedades mecánicas de cuatro paredes, Figura 4.

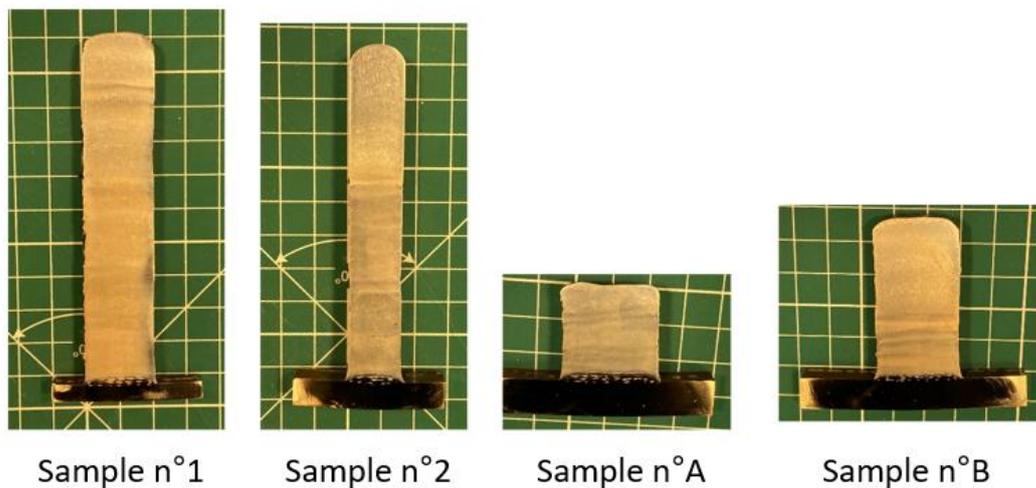


Figura 4. Secciones metalográficas de los diferentes muros de WLAM 15CrMoV6.

La composición de las paredes se determinó por espectrometría de chispa UV. Se analizaron varias zonas en la altura de los muros (Figura 5). Los resultados de los análisis se presentan en la Tabla 4. La composición de las paredes es homogénea; correspondiéndose bien con un 15CrMoV6 estándar de baja aleación.

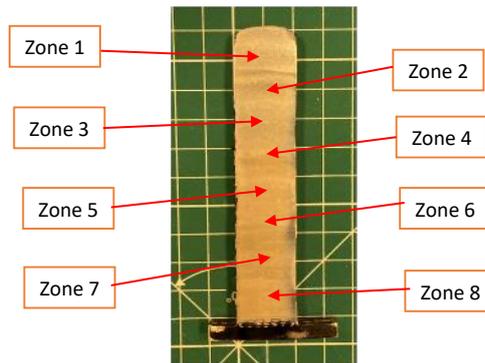


Figura 5. Localización de diferentes zonas de análisis (muestra 1).

Tabla 4. Composición de diferentes áreas medidas por espectrometría de chispa UV.

	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V
Zone 1	95,92	0,127	0,162	0,85	0,006	-	1,4	0,92	0,187	0,246
Zone 2	95,99	0,12	0,148	0,85	0,006	-	1,397	0,91	0,182	0,237
Zone 3	95,94	0,127	0,149	0,85	0,006	-	1,401	0,92	0,183	0,24
Zone 4	95,99	0,131	0,147	0,85	0,006	-	1,394	0,91	0,185	0,24
Zone 5	95,99	0,113	0,15	0,85	0,006	-	1,403	0,91	0,188	0,243
Zone 6	95,97	0,121	0,148	0,84	0,005	-	1,398	0,91	0,185	0,241
Zone 7	95,99	0,123	0,142	0,837	0,006	-	1,404	0,89	0,187	0,238
Zone 8	95,95	0,127	0,149	0,85	0,0061	-	1,426	0,9	0,205	0,241
316L	Bal.	<0,03	<0,75	<2	<0,045	<0,03	16-18	2-3	10-14	
15CrMoV6		0.12- 0.18	0.2	0.8-1	<0.02	<0.015	0.25- 1.5	0.8-1		0.2-0.3

La microestructura de los muros se analizó por microscopía óptica según su dirección de fabricación. La Figura 6 y la Figura 7 muestran las diferentes micrografías obtenidas para la muestra 1. Sin observarse defectos en el material (porosidad, grietas). La estructura fina corresponde a martensita o incluso bainita. No se observó evolución de la microestructura a lo largo de la dirección de fabricación.

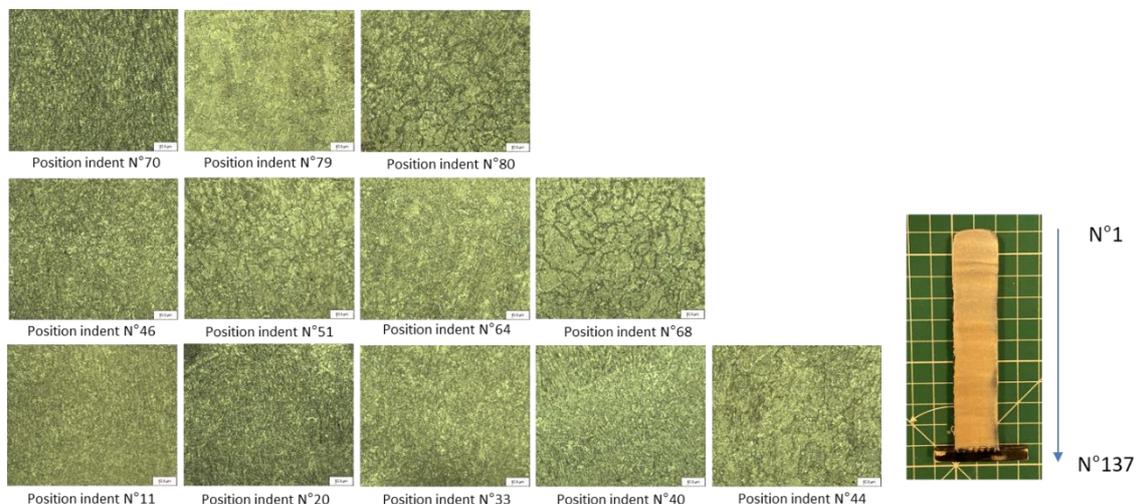


Figura 6. Imágenes de óptica mostrando la microestructura en la parte superior del muro 1

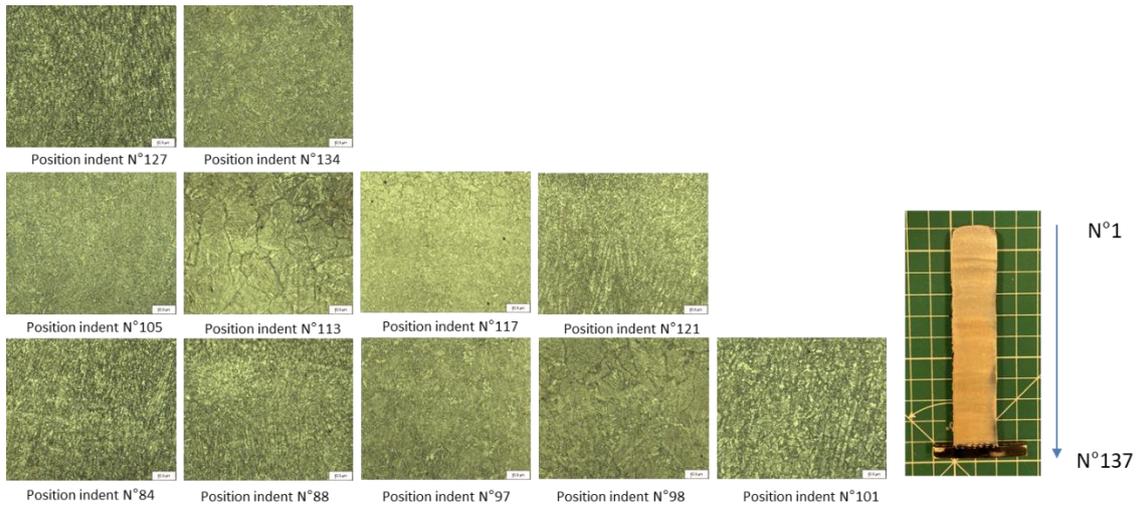


Figura 7. Imágenes de óptica mostrando la microestructura en la parte superior del muro 1

La microestructura en la interfaz entre la pared de acero de baja aleación 15CrMoV6 y el sustrato de acero inoxidable 316L se muestra en la Figura 8. Las zonas de diferentes contrastes, tras atacar las muestras con Nital, conforman esta zona, como lo corroboran las micrografías de la Figura 8.

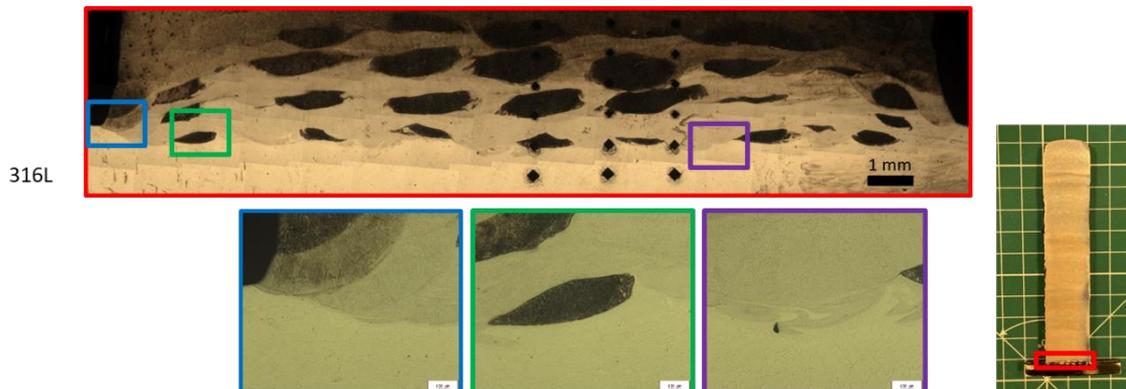


Figura 8. Micrografías de óptico de la interfaz entre la pared (15CrMoV6) y el sustrato (316L).

Estas zonas corresponden a áreas con diferentes composiciones químicas (Figura 9 y Figura 10). Las áreas oscuras y claras corresponden a regiones con composición de acero 15CrMoV6 y acero inoxidable 316L, respectivamente.

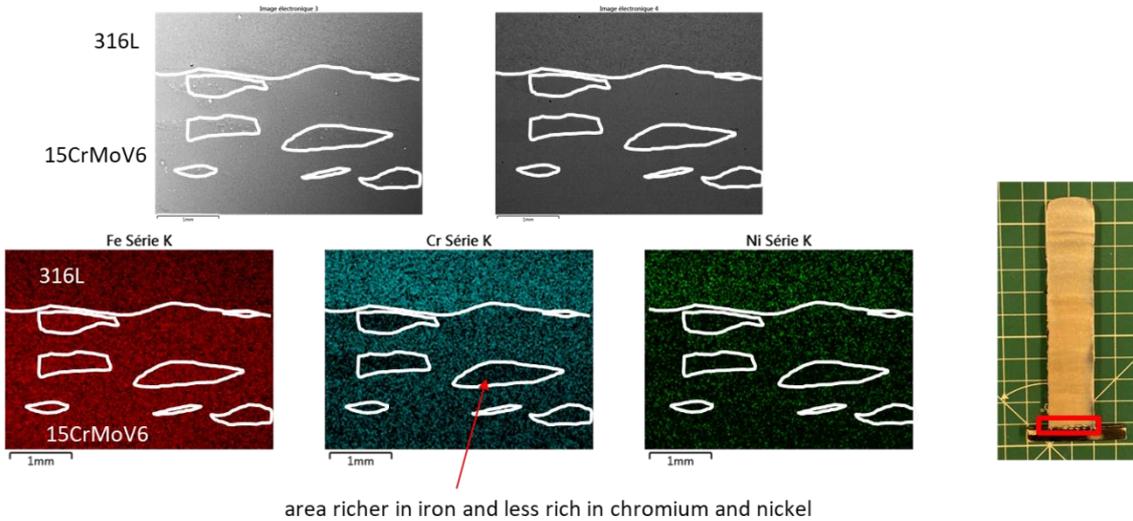


Figura 9. Mapas EDS de las zonas interfaciales entre la pared y el sustrato.

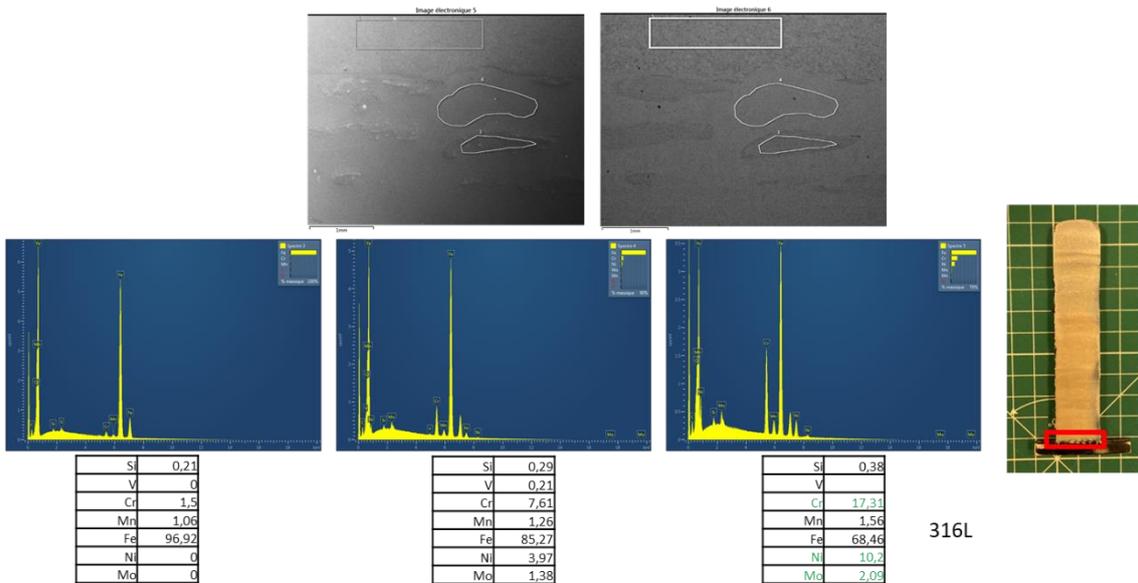


Figura 10. Análisis EDS de las zonas interfaciales entre la pared y el sustrato.

Material Procesado con DED wire arc (WAAM)

Se examinaron la geometría y solidez de los cordones de soldadura para seleccionar los mejores parámetros de procesamiento, Figura 11. Para ello, se analizaron las secciones transversales de los cordones de soldadura en el microscopio óptico. El cordón de soldadura seleccionado tenía un espesor de 7.08 mm y una altura de 2.5 mm.

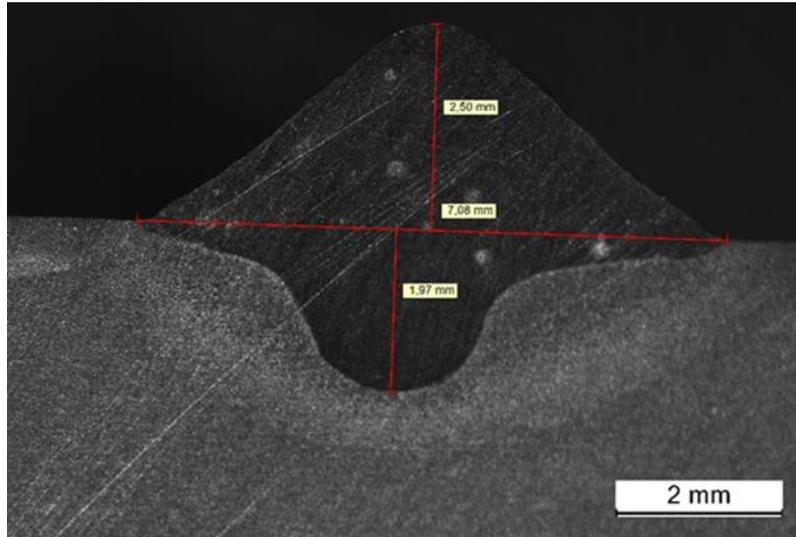


Figura 11. Imagen de cordón de soldadura depositado.

Además, también se analizaron las secciones transversales de las piezas pequeñas para seleccionar las mejores estrategias para crecer en altura. Se analizaron muros formados por dos cordones de soldadura superpuestos y estrategias circulares.

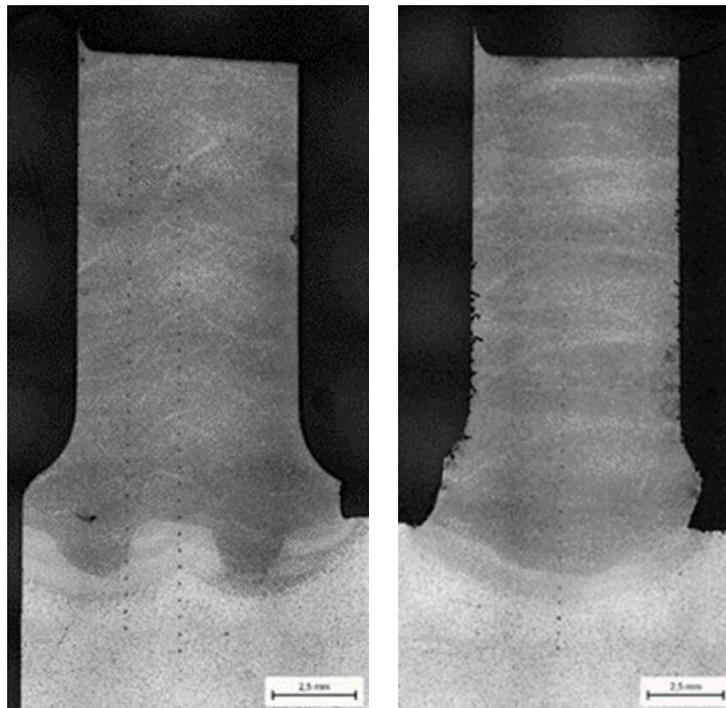


Figura 12. Sección transversal de muro y su microestructura. Izquierda: dos cordones de soldadura superpuestos. Derecha: cordón de soldadura individual mediante círculos.

Como se puede observar en la Figura 13, se encontró una microestructura casi homogénea sin granos columnares con ambas estrategias. Sin embargo, las zonas afectadas por el calor (HAZ) con los dos cordones de soldadura superpuestos muestran formas más complejas que la estrategia circular con un solo cordón de soldadura por capa.

A mayores aumentos, se encontró la microestructura esperada para ambas estrategias, compuesta por granos pequeños y equiaxiales con orientación no preferencial.

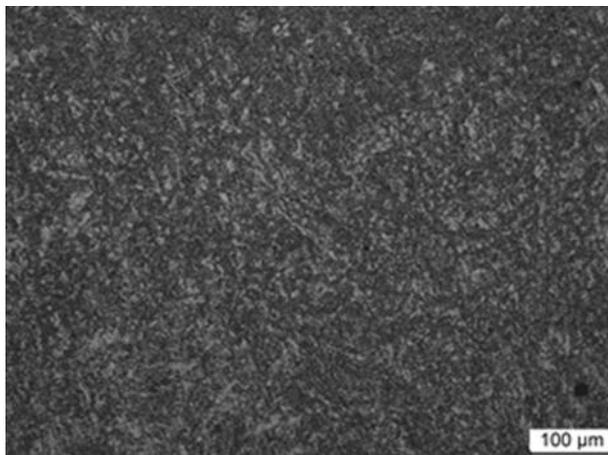


Figura 13. Mayor aumento de la microestructura del material depositado compuesta por granos pequeños y equiaxiales orientados no preferencialmente.

Caracterización mecánica

Material procesado con DED-Wire laser (LMD-W)

Se realizaron más de cien mediciones de dureza Vickers HV10 sobre la altura del muro. Variando entre 300 y 350 HV10. Estos valores corresponden a una estructura bainítica o a una estructura martensítica templada. Por otro lado, no se observó evolución de la dureza en la altura de la muestra. Las mediciones de dureza con cargas más bajas se realizaron en la interfaz, Figura 14 y Figura 15. Se observa un gradiente de dureza entre la pared y el sustrato. Observable también entre las zonas ricas en acero inoxidable 15CrMoV6 y 316L.

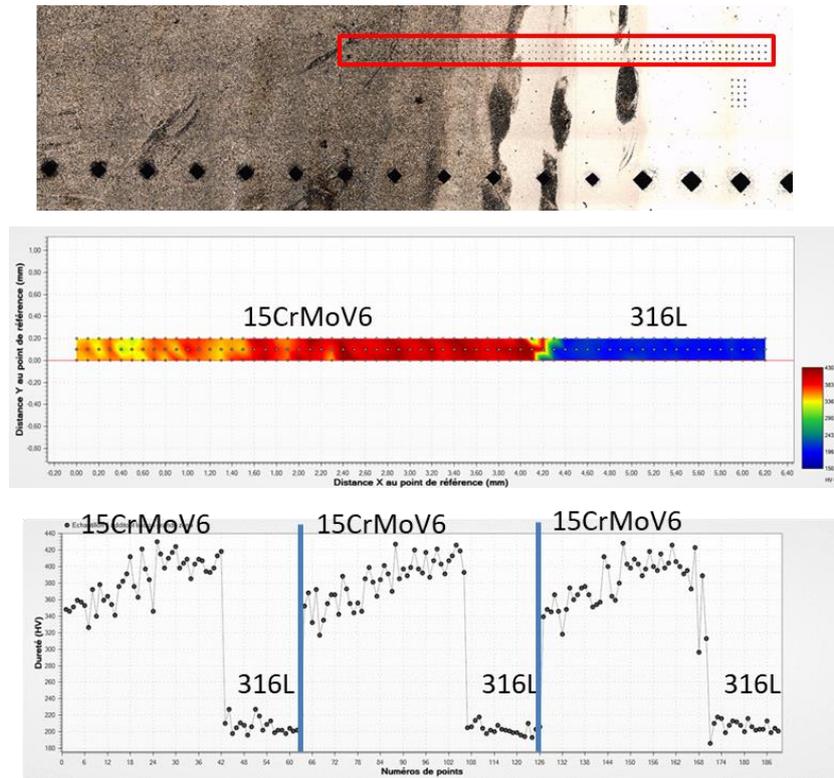


Figura 14. Evolución de la dureza en la interfaz pared/sustrato.

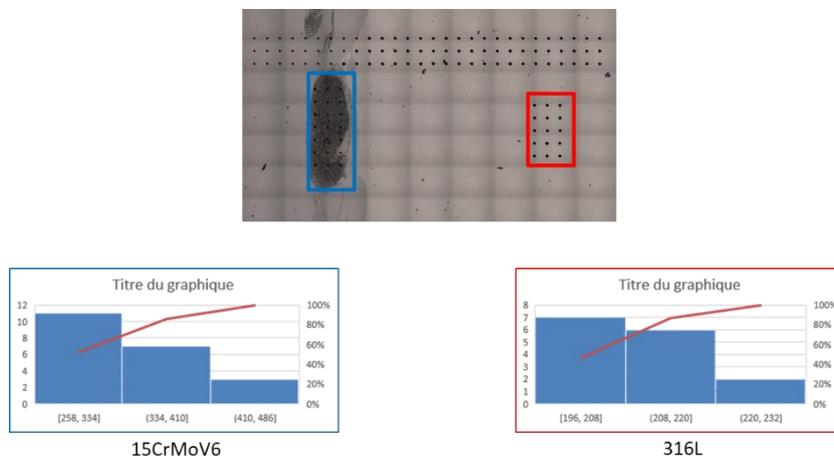


Figura 15. Valores de dureza de zonas con diferentes composiciones químicas en la interfase.

El comportamiento a tracción del material de la pared también se determinó mediante ensayos de tracción. Las pruebas se realizaron a temperatura ambiente a una velocidad de desplazamiento impuesta de 2 mm/min. Las curvas de tracción se muestran en la Figura 16.

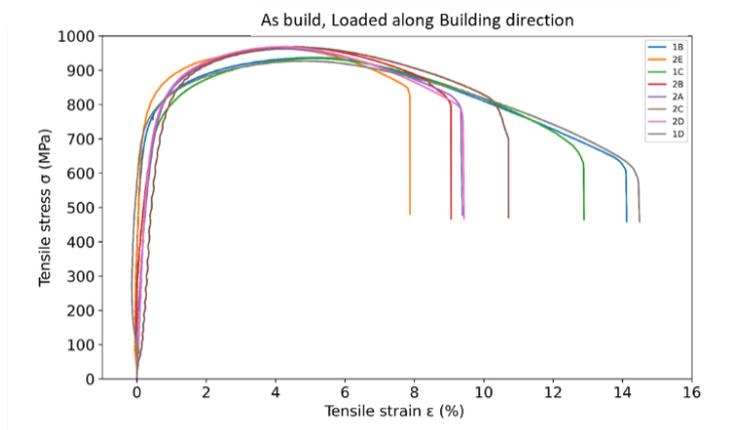


Figura 16. Curvas de tracción de muestras verticales tomadas de paredes de wire-DED.

Los valores de límite elástico, resistencia máxima y elongación se dan en la Tabla 5.

Tabla 5. Propiedades mecánicas de las paredes de acero 15CrMoV6.

	YS	UTA	A%
Wall 1	747	936	13
Wall 2	782	966	9

Los campos de deformación de las probetas durante el ensayo de tracción también se midieron mediante correlación de imágenes digitales. La máxima deformación de la probeta aparece en una zona de reanudación de la fabricación del muro tras una parada voluntaria de la fabricación (Figura 17).

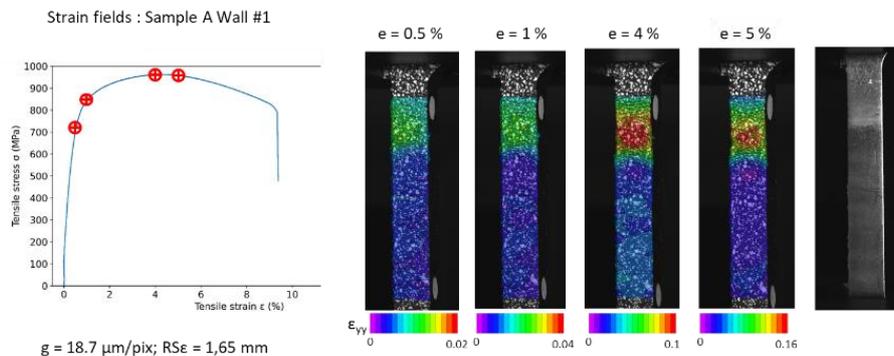


Figura 17. Campos de deformación determinados por correlación de imágenes digitales.

Las observaciones fractográficas de las zonas fracturadas confirman los altos alargamientos en la ruptura. Mostrando numerosas cúpulas, que indican un comportamiento dúctil, Figura 18.

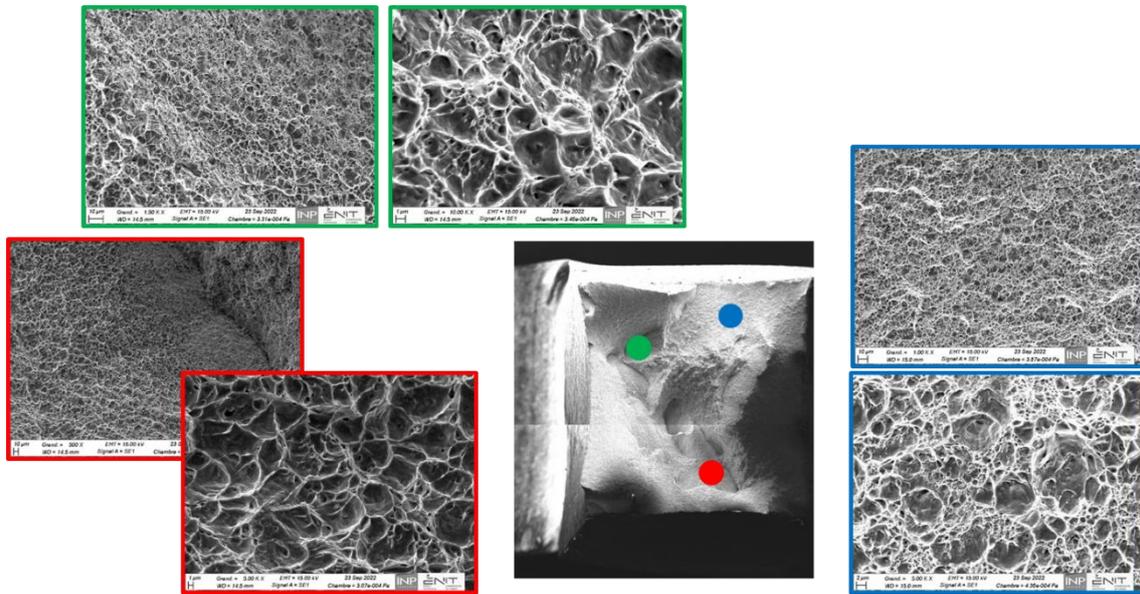


Figura 18. Observaciones fractográficas de especímenes de tracción después de falla.

Material procesado con DED wire arc (WAAM)

Se extrajeron de los muros probetas de tracción en dos orientaciones siguiendo la norma ASTM E8.



Figura 19. Posición y geometría de probetas de tracción ASTM E8 extraídas del muro WAAM.

Las propiedades mecánicas obtenidas de los ensayos de tracción a temperatura ambiente se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6. Propiedades de tracción.

Orientation	Limite elastico (MPa)	UTS (MPa)	Elongación (%)
Vertical	777.8 ± 8.5	1005.8 ± 7,5	12.3 ± 2.4
Horizontal	774.4 ± 5.9	1031.8 ± 11.4	11.9 ± 3.7

No se detectó anisotropía entre orientaciones. En comparación con las especificaciones y el material original de la pieza realizada con procesos convencionales (40CMD8), los resultados obtenidos fueron muy cercanos.

En cuanto a la microdureza, se encontró una transición esperada entre la base metálica y la pieza WAAM. La pieza WAAM obtuvo una dureza media de 330 HV1, que se pudo mejorar con un tratamiento térmico posterior. Las oscilaciones se deben a las diferencias entre capas y cordones de soldadura.

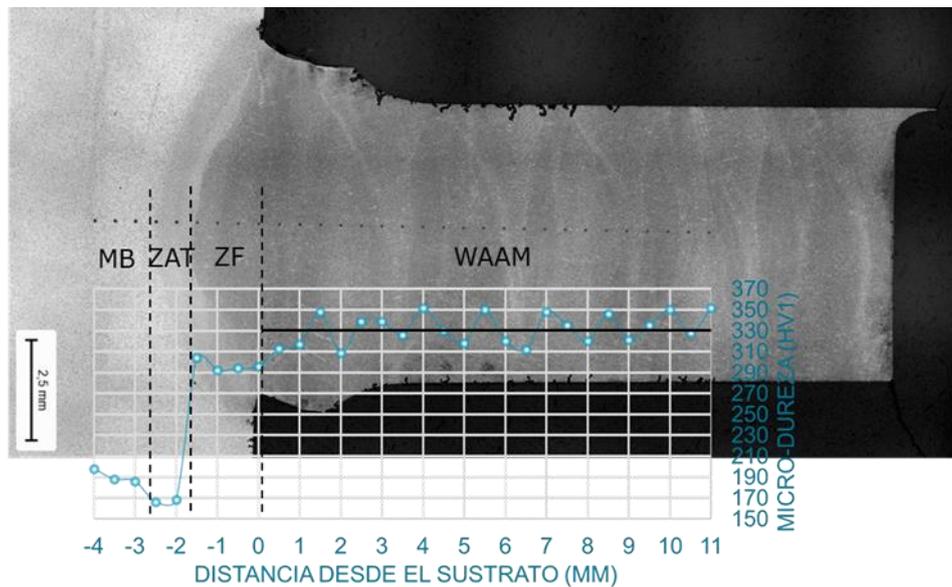


Figura 20. Imagen de la pared con la microdureza HV1 medida desde el sustrato hasta la pared.

La evolución de la dureza en la interfaz entre el sustrato y la pared se confirmó mediante pruebas de dureza de baja carga (Figura 21 y Figura 22).

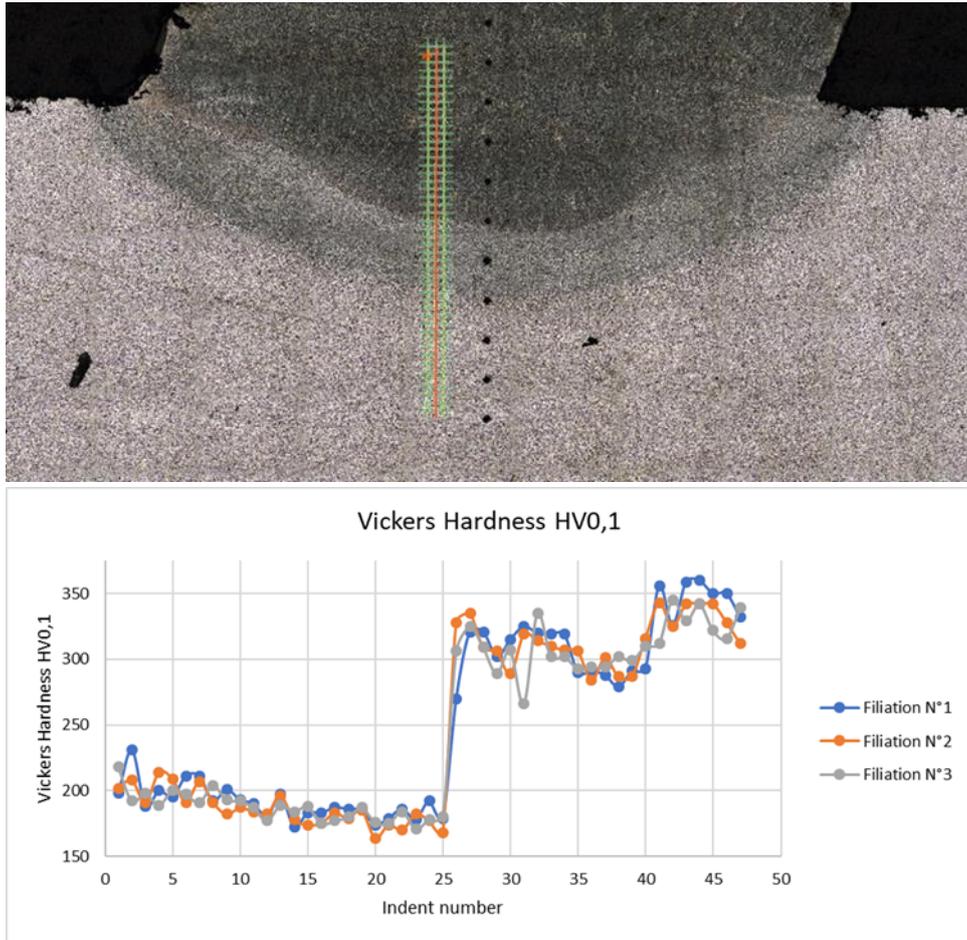
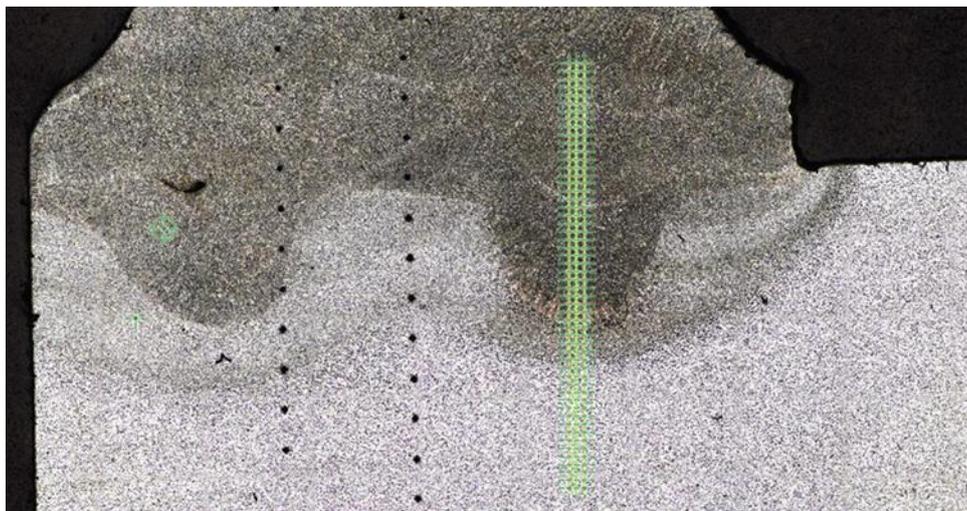


Figura 21. Imagen de la pared con microdurezas HV1 medidas desde el sustrato hasta la pared.



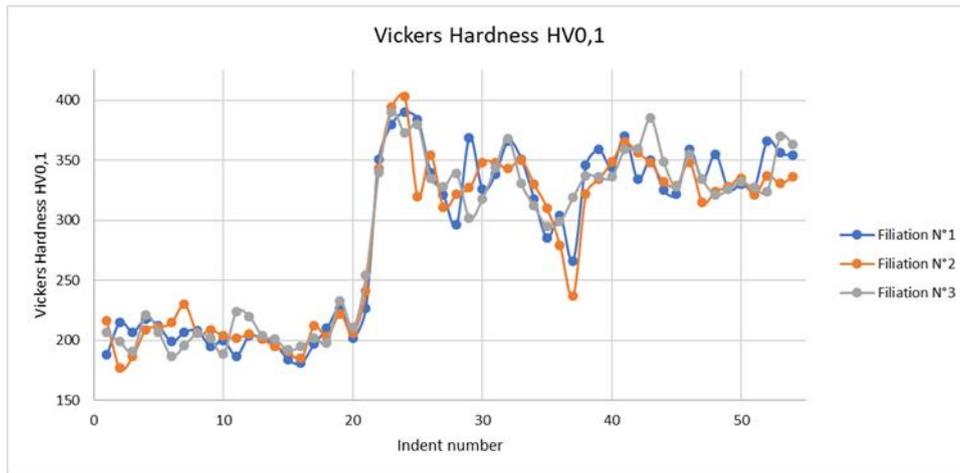


Figura 22. Evolución de la microdureza en la interfaz entre el sustrato y la pared (dos cordones de soldadura superpuestos)

Pilot PT1-MOLDETIPO

Caracterización material de partida

Las propiedades físicas y la composición química del polvo W360 con un tamaño de partícula de +20-45 μm se recopilan a continuación, Tabla 7 y Tabla 8.

Tabla 7. Propiedades físicas del polvo W360

Fluidez (s/50g)	Densidad Aparente (g/cm^3)	Densidad Tap (g/cm^3)	Pycnometría (g/cm^3)
No Flow	3.78	4.43	7.74

Tabla 8. Composición química del polvo W360.

Elementos	C	S	Mn	Cr	Mo	V	O	N	C	S
(%wt.)	0,50	0,20	0,20	4,50	3,00	0,55	0.280	0.004	0.481	0.0007

Las imágenes de microscopía electrónica (SEM) muestran un polvo típico atomizado por gas con forma generalmente esférica y con la presencia de varios satélites y algún splat, Figura 23.

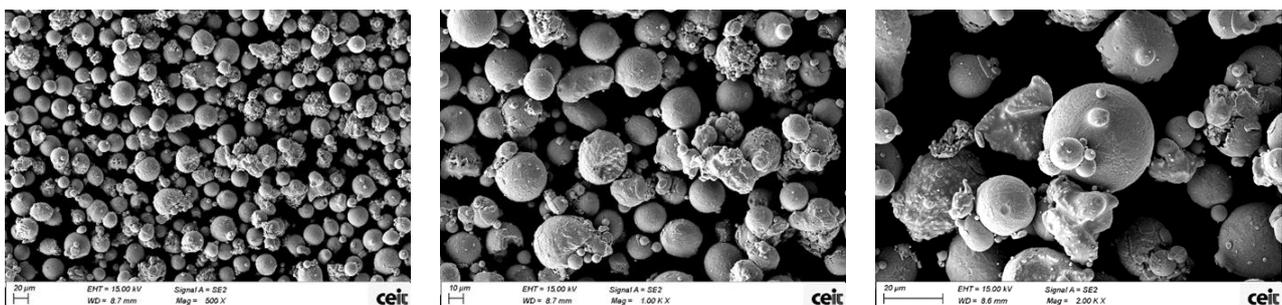


Figura 23. Imágenes FEG-SEM del polvo W360. Morfología esférica que muestra algunos satélites.

Se han analizado imágenes de secciones transversales de polvo pulido. No hay presencia de porosidad interna y los análisis EDS muestran una distribución homogénea de S, V, Mo y Mn (Figura 24).

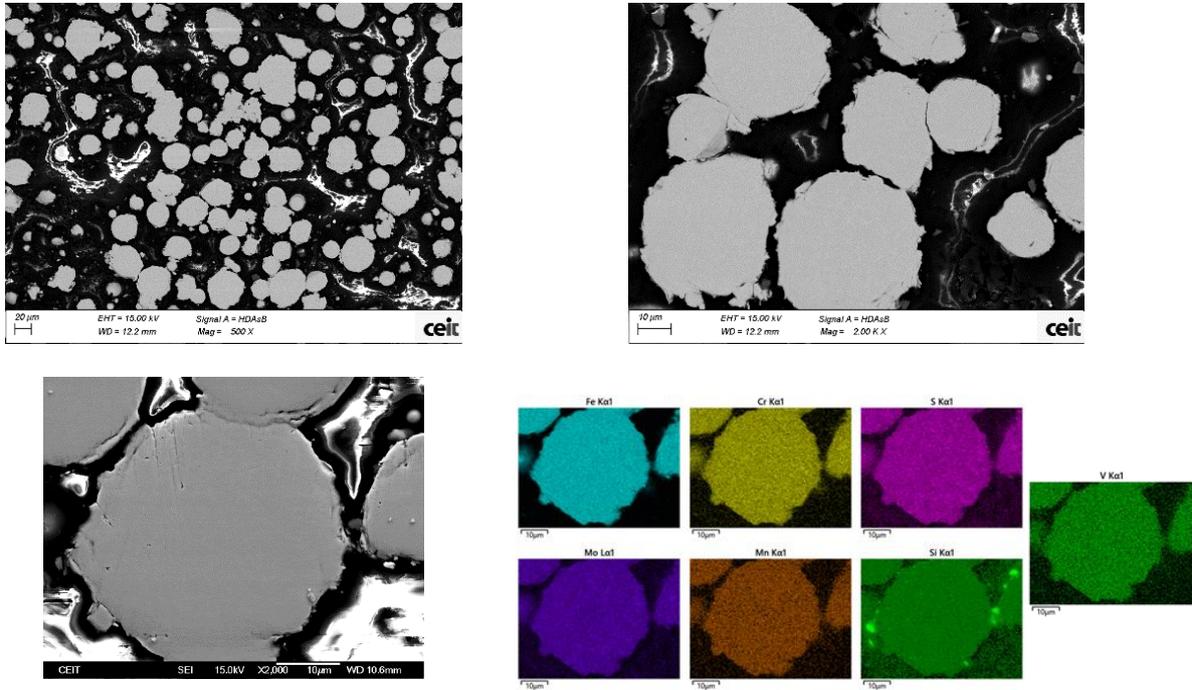
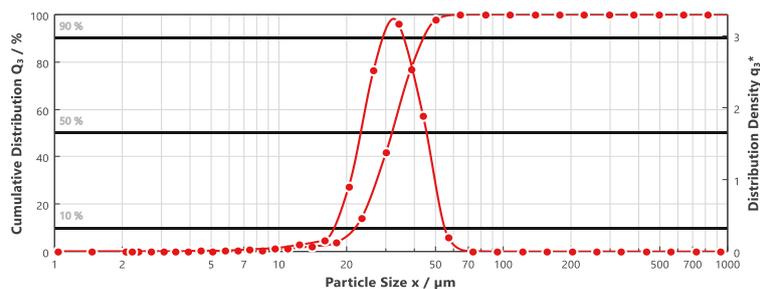


Figura 24. Imágenes FEG SEM y análisis EDS (abajo) del polvo W360

La distribución del tamaño de partícula y la esfericidad del polvo se midieron utilizando un equipo Sympatec QIPIC/L02 con Rodos y Vibri como módulos de dispersión y los resultados se recopilan en la Figura 25 y la Tabla 9. Se puede afirmar que ambos cumplen con los requisitos para ser depositados por la tecnología aditiva LPBF, con una esfericidad cercana a uno y con un tamaño medio de partícula de polvo de 32 μm .

Tabla 9. Distribución granulométrica y esfericidad del polvo del W360.

Dv(10) (μm)	21.25	S (10)	0.66
Dv(50) (μm)	32.05	S (50)	0.81
Dv(90) (μm)	45.77	S (90)	0.90



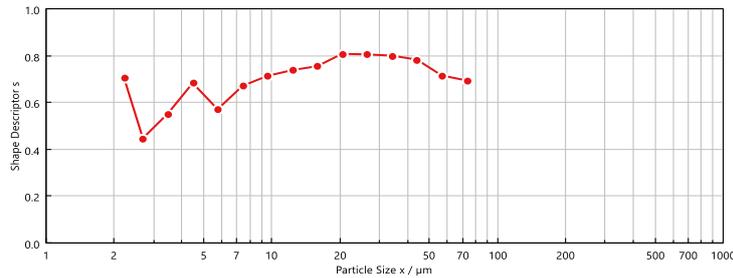


Figura 25. Distribución del tamaño de partícula (arriba) y factor de forma (abajo) en función del tamaño de partícula del polvo del W360.

Caracterización Microestructural

En esta parte, se investigará el primer defecto de producción mediante la rugosidad superficial y el análisis de defectos internos, después se analizarán la macro y la microestructura.

Métodos

La rugosidad de la superficie se midió usando un microscopio numérico (Keyence) con el modo de mapeo 3D. Para la caracterización de la microestructura y la salud del material, se observaron las secciones transversales de las muestras utilizando un microscopio óptico Olympus PMG3 y un microscopio electrónico de barrido (SEM) ZEISS EVO HD15LS junto con un sistema de dispersión de energía de rayos X (EDX; Oxford). La preparación de las muestras constó de varios pasos, comenzando con el pulido mecánico automático (Mecatech 334) y finalizando con lijas P4000 SiC. Los pasos finales de pulido se realizaron utilizando soluciones de diamante coloidal (3 µm, 1 µm) y soluciones de pulido de óxido (OPS). El ataque químico con Nital (97 ml de etanol, 3 ml de ácido nítrico) reveló la microestructura. El análisis cuantitativo de imágenes se realizó con el software de análisis de imágenes de Fiji [1]. Los espectros XRD se registraron utilizando el equipo Philips X'PERT, con radiación Cu-Kα con una longitud de onda de 1.540598 Å y dispositivo sensible a la posición (PSD) (adquisición en un ángulo circular de 8 °). Las muestras se escanearon de 20° a 90° con un tamaño de paso de 0.022° y 2000 s por paso.

Resultados: Composición

La composición de la muestra construida se midió con un espectrómetro Foundry Master spark OES (Oxford). Se realizaron 6 mediciones y el resultado se muestra en la Tabla 10. Excepto por la presencia de tungsteno, la composición es consistente con la dada por Böhler para el polvo.

Tabla 10. Composición del material (porcentaje en peso).

(w%)	Fe	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	W
Powder (Böhler data)	Bal.	0.5	0.2	0.25	4.5	3	0.55	/
Isobloc (Böhler data)	Bal.	0.5	0.2	0.25	4.5	3	0.6	/
As-built LPBF (exp)	91.05 ±0.02	0.459 ±0.004	0.181 ±0.003	0.207 ±0.002	4.42 ±0.02	2.83 ±0.01	0.582 ±0.002	0.128 ±0.004

Resultados: salud material

Rugosidad superficial

Las muestras se construyeron con una estrategia de escaneo de ajedrez. En la Figura 26 se muestra un ejemplo de la medida de la rugosidad en una isla (capa superior). Los resultados dan un promedio de $S_a = 17,4 \mu\text{m}$. Este valor está bastante superior que el rango de la literatura y puede reducirse cambiando la estrategia y optimizando los parámetros de láser [2]–[6].

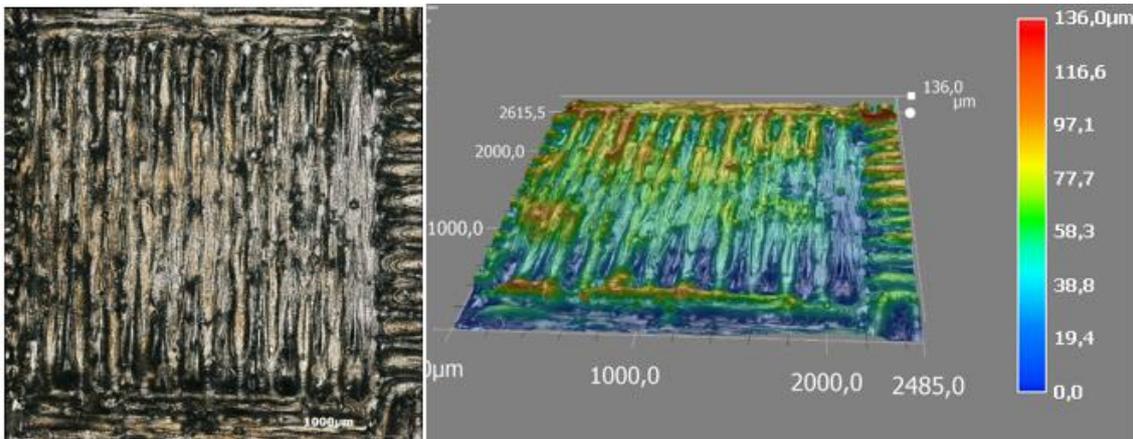


Figura 26. Micrografía de superficie (izquierda), análisis de superficie 3D (derecha).

Análisis cualitativo de defectos

Se observaron superficies pulidas para investigar la salud de los materiales. El resultado de esta investigación se muestra en la Figura 27. Algunos poros son visibles en la parte central y algunos están alineados en las direcciones de construcción. Estos últimos pueden ser explicados por una estrategia de contorno [7][8]. Además, se observan algunas microfisuras en la zona superior, especialmente en la última capa. Se sabe que el acero para herramientas, como AISI M2 y AISI M50, con una composición cercana a la de W360, es propenso a agrietarse. Para evitar el agrietamiento, se reduce el gradiente térmico mediante el precalentamiento de la placa de construcción [9]–[11]. La fisura observada en la última capa puede deberse al diferente historial térmico en comparación con el área total. Debido al efecto “upskin” y de contorneado, los defectos se eliminarán mediante el mecanizado; por lo tanto, no se espera que sean dañinos.

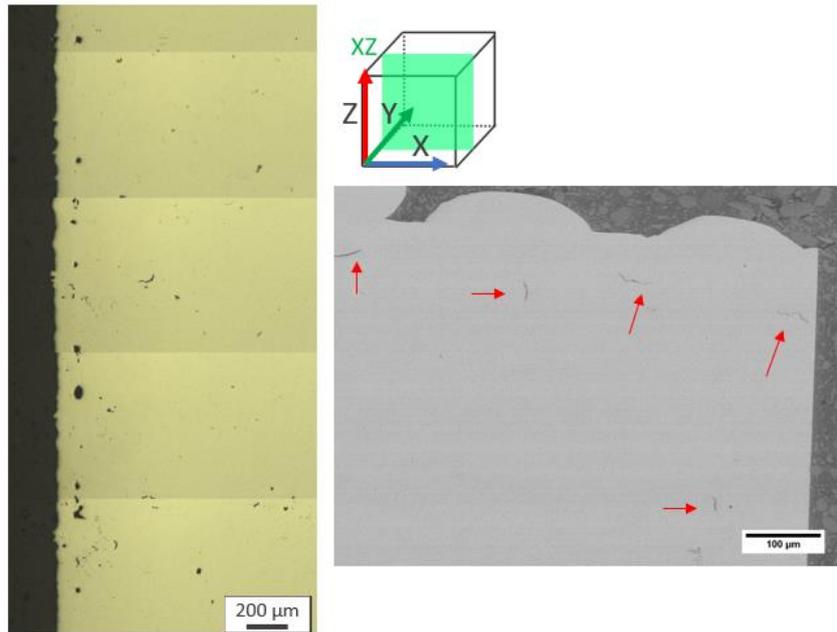


Figura 27. Micrografía de MO resaltando poros (izquierda) Micrografía SEM de la sección transversal de la superficie superior. Las flechas rojas resaltan las microfisuras.

También se realizó un análisis cuantitativo. Se analizaron alrededor de $22 \mu\text{m}^2$ en cada plano y solo se consideraron los defectos con un diámetro equivalente superior a $0,7 \mu\text{m}$. Los resultados estadísticos se resumen en la Tabla 11, lo que demuestra la excelente salud del material. Los defectos agudos conducen a una concentración de tensiones que favorece la iniciación de grietas; por lo tanto, los defectos se separaron en circulares (circularidad $> 0,9$) y no circulares. La distribución de estos defectos frente al tamaño se representa en la Figura 28. El 99 % de los defectos circulares tienen un diámetro promedio inferior a $15 \mu\text{m}$, mientras que solo el 80 % de los poros no circulares muestran este tamaño. Los defectos no circulares son menos abundantes, pero tienen un diámetro equivalente mayor.

En conclusión, se detectan algunos defectos clásicos de LPBF. Sin embargo, la alta densidad y el pequeño diámetro del defecto brindan una excelente salud del material consistente con los resultados de la literatura de LPBF.

Tabla 11. Análisis estadístico de la población de defectos.

Average surface density	$99.86 \pm 0.06 \%$
Average defect diameter	$5 \pm 6 \mu\text{m}$
Maximum defect diameter	$76 \mu\text{m}$
Number of circular/non-circular defects	1092/647

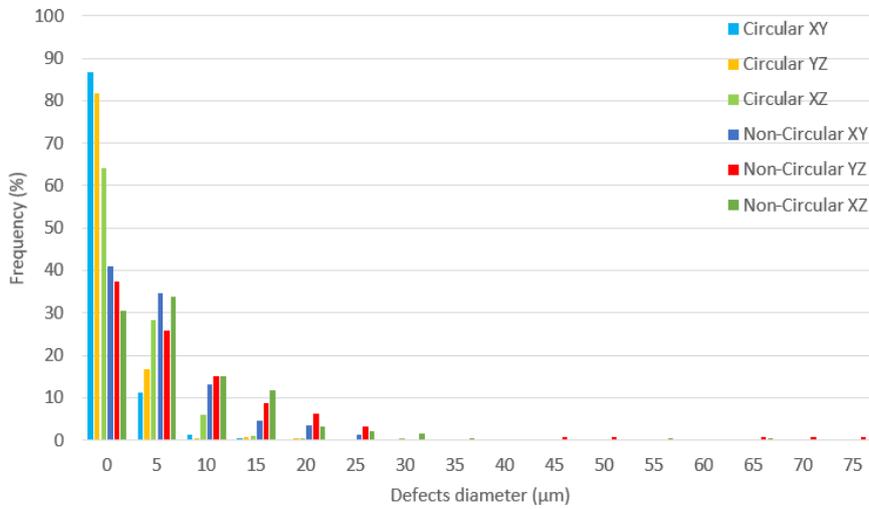


Figura 28. Reparto de defectos en función de su tamaño.

Resultados: macro and microestructura

La macroestructura de las muestras se observó con microscopía óptica (Figura 29). El charco de fusión se puede distinguir fácilmente. Esta macroestructura la esperada típicamente para muestras LPBF. El zoom en la capa superior difiere del corazón de la muestra. Esta diferencia de grabado demuestra una diferencia en la microestructura o composición de esta última capa. Ninguna razón específica puede explicar una composición diferente en la última capa. Por el contrario, la ausencia de refundición y posterior tratamiento térmico provocado por la construcción de la capa superior implica una historia térmica diferente de esta capa que puede dar lugar a una microestructura diferente.

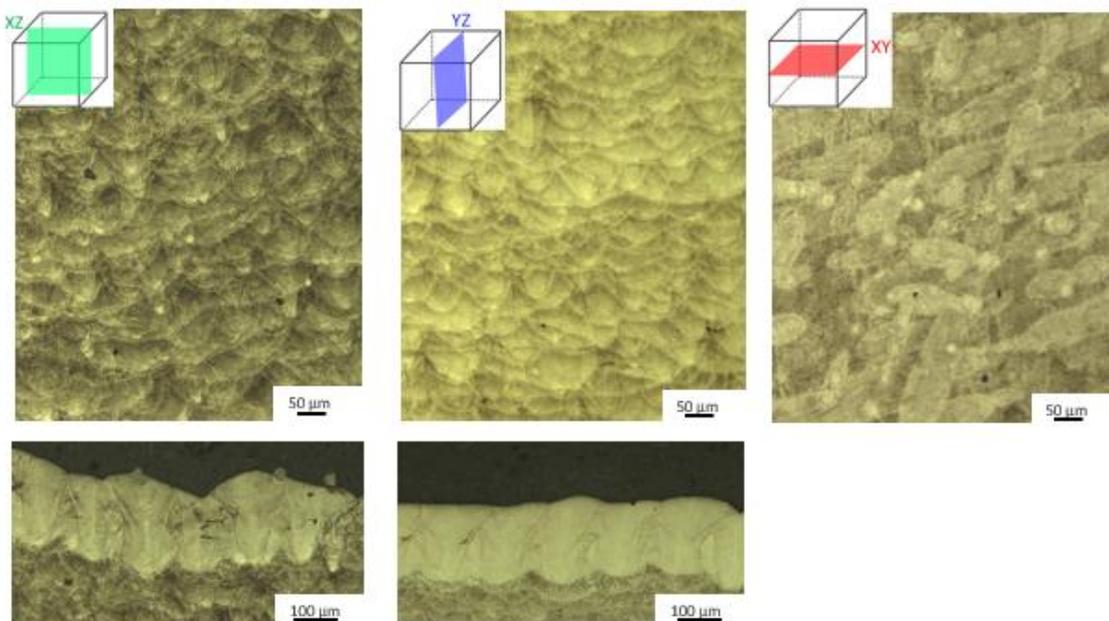


Figura 29. Muestras de macroestructura con observaciones de charcos de fusión. Las imágenes inferiores corresponden al zoom en la capa superior.

A partir de esta última capa, se midieron las dimensiones del baño de fusión. Los resultados se presentan en la Tabla 12. Los charcos derretidos son isotrópicos, y la gran relación altura-ancho da testimonio del modo “keyhold” [12] [13]. El modo “keyhole” se debe a una alta densidad de energía y puede conducir a la porosidad del “keyhold” [12] [13]. Por lo general, se considera preferible el modo de conducción; sin embargo, en este caso específico, se notó una buena salud material; por lo tanto, el modo “keyhold” no tiene un impacto negativo en la producción.

Tabla 12. Dimensiones de Melt pool.

	XZ plan	YZ plan
Melt pool height	190±20	186±15
Melt pool width	86±9	96±10
Melt pool height / (width/2)	~4.4	~3.9

A mayor aumento, el baño de fusión revela una microestructura celular. Esta microestructura es típica para la mayoría de las muestras LPBF. Sin embargo, el acero martensítico LPBF puede presentar una estructura celular o similar a una aguja. La estructura en forma de aguja puede deberse a un tratamiento térmico in situ que conduce a un tamaño más homogéneo [10], [14] Como se muestra en la Figura 30, las celdas cerca de los límites del baño de fusión o cerca del borde de la muestra no tienen un tamaño homogéneo. Para una aleación dada, el tamaño de la celda está relacionado con las tasas de enfriamiento durante la solidificación. Esta diferencia en el tamaño de las celdas implica diferentes velocidades de enfriamiento [15]. El tamaño medio de las celdas es de $0,7\pm 0,3 \mu\text{m}$, lo que está en línea con los valores mencionados en la literatura para varias aleaciones. Estos pequeños tamaños de celda no nos permiten medir el gradiente de composición que implica la estructura celular. Pero una observación atenta de los núcleos de las células reveló unas características en forma de aguja o de listón, típicas de las microestructuras martensíticas.

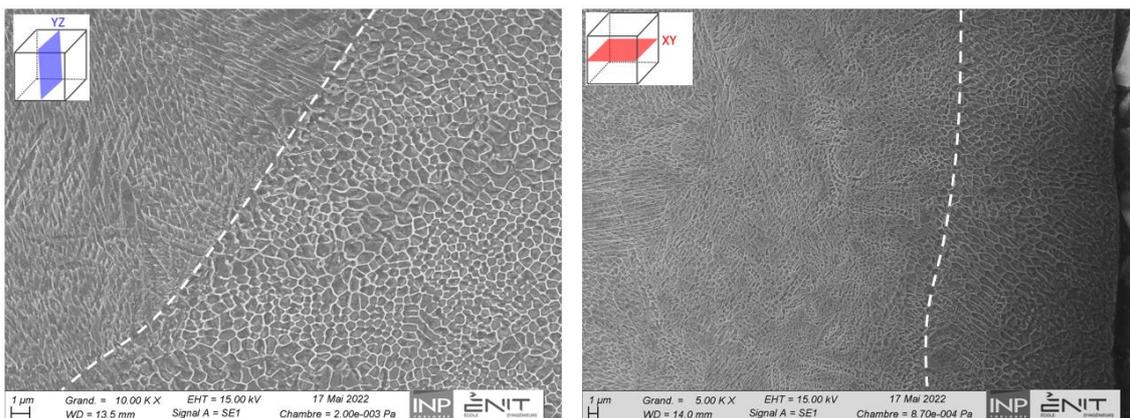


Figura 30. Micrografía SEM de la microestructura celular. Las líneas discontinuas corresponden a una modificación de la microestructura en el límite del baño de fusión (izquierda) o el borde de la muestra (efecto de contorno, derecha).

Se investigó por XRD la estructura cristalográfica de esta aleación (Figura 31). W360 es un acero martensítico. No se detectó ningún resto de austenita con esta técnica. La presencia del doble pico para el plano (110) sugiere la presencia de las fases de ferrita y martensita. Se observó un

patrón similar para el AISI M50 construido (con una composición cercana a W360) [11]. La fase BCT de martensita puede transformarse in situ en ferrita BCC y carburos por el calor afectado térmicamente por la construcción de las capas superiores. Otra hipótesis es la segregación química en los bordes de las células que puede conducir a una estructura cristalográfica diferente, indeterminada por ahora.

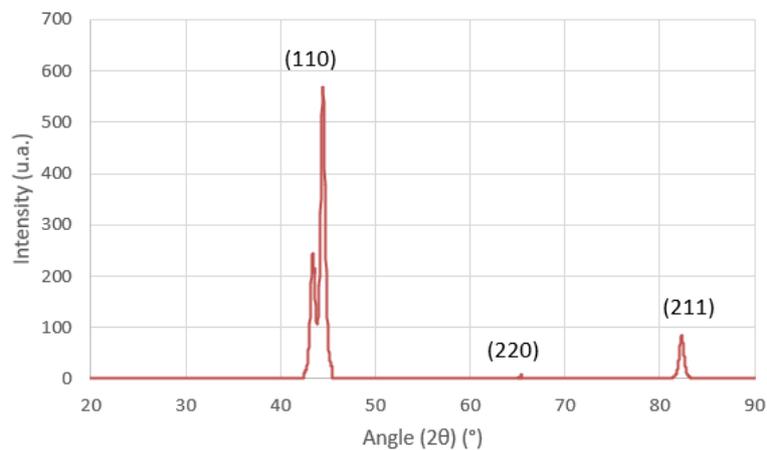


Figura 31. Espectros XRD. La fase está indexada como BCC.

En conclusión, se midió una excelente salud del material y se observó una microestructura acorde con la literatura.

Caracterización Mecánica

En esta parte se investigará las propiedades mecánicas en temperatura ambiente y a altas temperaturas. Estudiándose comportamiento de dureza, tracción e impacto.

Metodos

Las macros y microdurezas Vickers se midieron utilizando un equipo Zwick/Roell ZHV2.5 con una carga de 10 kg (HV10) y 0.2 kg (HV0.2). Todas las pruebas se realizaron utilizando la norma EN ISO 6507-1. La dureza global a granel se midió con 30 indentaciones (microdureza), mientras que se registraron 300 indentaciones en cada plano para la microdureza. Las pruebas de tracción se realizaron con una máquina de tracción electromecánica Instron 5892 con un modo de control de desplazamiento de la cruceta (2 mm/min que conduce a una velocidad de deformación aproximada de $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) en una muestra de “hueso de perro” con una longitud de referencia de 35 mm y una sección transversal de $5 \times 3 \text{ mm}^2$. Antes de las pruebas de tracción, las muestras se pulieron con papel P600 SiC para eliminar la rugosidad excesiva y permitir una medición fiable de las secciones transversales de las muestras. La medición de la deformación se realizó con un extensómetro de video digital. El límite elástico no se determina fácilmente, y la transición elastoplástica se determinó utilizando una tensión de prueba del 0,2 %. La prueba de impacto Charpy se realizó en muestras con muescas en V de $2,5 \times 10 \text{ mm}$ según construcción, utilizando un Zwick HIT 50P con un péndulo de 50 julios.

Resultados: Dureza

Se realizaron diferentes mediciones de dureza, como se muestra en la Tabla 13. Se realizó filiación y no se notó variación en el borde o ancho de la muestra. Se midió un alto valor de macrodureza. Sin embargo, este valor según construcción es ligeramente más bajo de lo esperado después del tratamiento térmico (590-630 HV) del proveedor del polvo [16]. Se midió una baja anisotropía entre los planos vertical y horizontal, lo que indica un comportamiento mecánico macroscópico isotrópico. Un efecto upskin explica el mayor valor medido en la primera capa. Esta primera capa no fue refundida ni templada por recarga térmica. El proveedor sugiere que el tratamiento térmico puede mejorar el valor de dureza global.

Tabla 13. Valores de dureza.

	XY plan	XZ plan	YZ plan
Macro-hardness	550±30 HV ₁₀		
Micro-hardness	678±41 HV _{0.2}	648±31 HV _{0.2}	644±47 HV _{0.2}
Top layer	819 ± 54 HV _{0.2}		

Resultados: Propiedades de tracción

Las propiedades de tracción se investigaron a temperatura ambiente en muestras en forma de red según construcción. La dirección de construcción impacta fuertemente en la superficie de la muestra, como se observa en la Figura 32. Las muestras construidas horizontalmente muestran una rugosidad superficial que no es isotrópica: la piel inferior es más rugosa que la superior. Se registraron las curvas de tensión-deformación (cf. Figura 32), que mostraron una ductilidad muy baja. Las propiedades se extrajeron de las curvas y se muestran en la Tabla 14. A diferencia de la dureza, donde se registró una anisotropía baja, las propiedades de tracción son anisotrópicas y más bajas para las muestras construidas horizontalmente. La elevada rugosidad superficial de estos últimos puede influir en las propiedades. Incluso si el límite elástico y el UTS son altos, son ligeramente más bajos que los dados por Böhler [16]. Sin embargo, se mencionan valores de referencia para muestras tratadas térmicamente; por lo tanto, considerando las propiedades construidas, se espera que las muestras LPBF alcancen las propiedades deseadas después del tratamiento térmico.

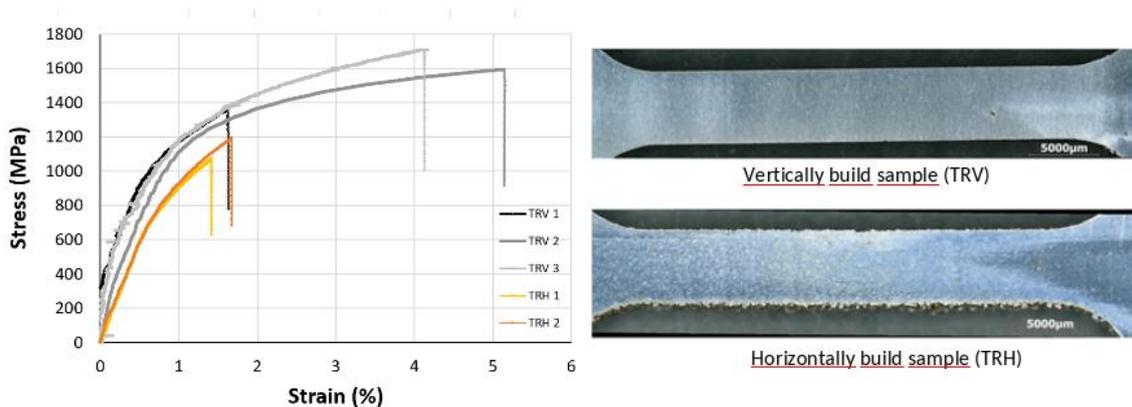


Figura 32. Curvas de tensión-deformación de muestras construidas vertical y horizontalmente (izquierda), imagen de muestras de prueba de tracción (derecha).

Tabla 14. Propiedades de tracción as-built extraídas de las curvas de la Figura 8. Se escribe una comparación de las propiedades mecánicas alcanzables de la muestra LPBF tratada térmicamente prometida por Böhler [16].

	YS _{0.2} exp (MPa)	YS Böhler (MPa)	UTS exp (MPa)	UTS Böhler (MPa)	A% exp	A% Böhler
Vertical	1189 ± 52	1500-1670	1552± 52	1970-2010	2.4±1.6 %	6.6-8.1%
Horizontal	940 ±61		1140±61		1.5±1.7 %	

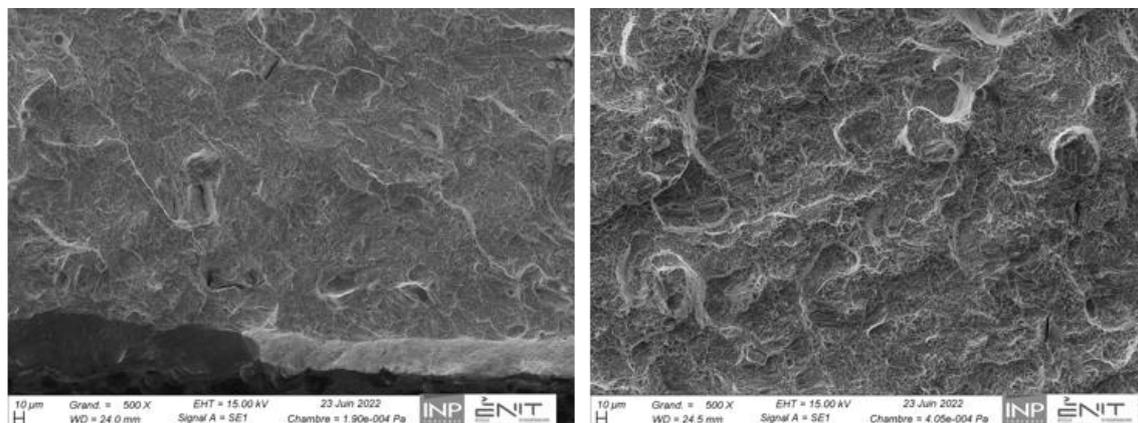
Algunos de los ensayos de tracción se realizaron a 300 °C en piezas con orientación vertical y tras fabricación aditiva, sin pulido, mecanizado ni tratamiento térmico. Los resultados muestran una buena reproducibilidad. Estos resultados muestran que las propiedades mecánicas obtenidas a temperatura ambiente, se mantienen también a 300 °C.

Resultados: Resistencia al Impacto medida por Charpy.

Las propiedades de impacto se midieron a temperatura ambiente mediante la prueba de impacto Charpy. De forma similar a lo observado en las propiedades de tracción, las muestras horizontales muestran valores más bajos en Charpy también. Es fundamental tener en cuenta que estas deben respetar perfectamente las dimensiones teóricas (se detectó alguna inexactitud geométrica). Las muestras verticales casi alcanzaron las propiedades teóricas. Por lo tanto, se espera que las propiedades requeridas se alcancen después de los tratamientos térmicos. Imágenes SEM después de la rotura (Figura 33) revelaron un comportamiento frágil y que la superficie de la fractura parece estar influenciada por los límites del charco de fusión.

Tabla 15. Valores de resiliencia construidos. Se escribe una comparación de la resiliencia alcanzable de la muestra LPB tratada prometida por Böhler [16].

	Vertical samples	Horizontal samples	HT Böhler [1]
Sample geometry	ASTM V-notch reduced size 2.5 x 10 mm		ASTM V-notch 10 x 10 mm
Resilience (J/mm²)	9.52 ± 1.08 J/cm ²	7.79 ± 1.06 J/cm ²	10-17 J/cm ²



Horizontal samples

Vertical samples

Figura 33. Imágenes de SEM de la superficie de fractura después de fallo.

Estudio de tratamientos térmicos

En esta parte se investigará la influencia del proceso productivo sobre los tratamientos térmicos mediante análisis térmico diferencial y dilatometría. Se obtendrá la curva CCT y se comparará con el dado por Böhler para el W360 convencional.

Métodos

Se estudiaron las transformaciones de fase para investigar la influencia de la microestructura inicial (LBPF) en comparación con el material convencional en el tratamiento térmico. Se dibujó un diagrama de transformación de enfriamiento continuo por dilatometría. Estos experimentos se llevaron a cabo en una máquina DIL L78 Q (Linseis) sobre cilindros de 4 mm de diámetro y 10 mm de longitud. Antes de la medición, la atmósfera del horno se llevó dos veces al vacío hasta 2×10^{-2} mbar y luego se llenó con argón. La temperatura se controló utilizando un termopar tipo K soldado en la muestra. La rampa de calentamiento se formó a $15 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, y las muestras se homogeneizaron a $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 30 min, luego se enfriaron a diferentes velocidades de enfriamiento (de 0,7 a $360 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$). Además, se realizaron mediciones de análisis térmico diferencial (DTA) con la misma velocidad de calentamiento y enfriamiento ($5 \text{ }^\circ\text{C}$ y $15 \text{ }^\circ\text{C}$, manteniendo $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 30 min) bajo un flujo de argón de $40 \text{ ml}/\text{min}$ en muestras de alrededor de 80 mg.

Resultados: Dilatometría

Durante la medición de dilatometría, se registra la variación de longitud (curva azul). Un ejemplo del resultado (segmento de calentamiento) se muestra en la Figura 34. La transformación de fase aparece como una onda en la curva, mientras que los cambios excesivos corresponden a la modificación de la pendiente. Para detectarlos se puede utilizar la derivada (curva naranja). Al calentar la fase martensita, los carburos de $\eta\text{-Fe}_2\text{C}$ pueden aparecer entre 100 y $200 \text{ }^\circ\text{C}$, el $\epsilon\text{-Fe}_2\text{C}$ puede aparecer solo hasta los $250 \text{ }^\circ\text{C}$ y luego junto con el $\theta\text{-Fe}_3\text{C}$ (cementita), y por encima de los $450 \text{ }^\circ\text{C}$ solo persiste el $\theta\text{-Fe}_3\text{C}$. La precipitación a mayor temperatura corresponde a los carburos no ferrosos [17]–[20]. La temperatura de Curie también se puede medir por dilatometría [21]. Esas transformaciones también quedan captadas en la medición (Figura 34).

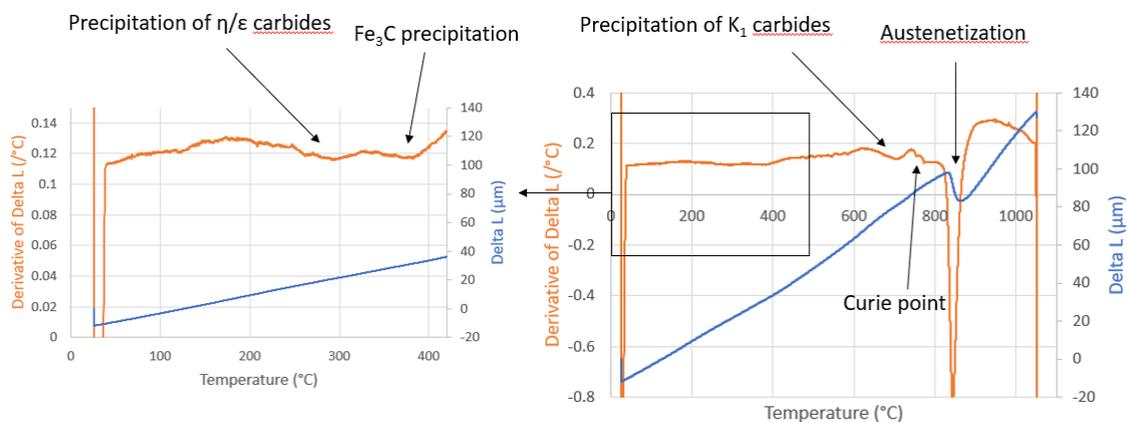


Figura 34. Ejemplo de análisis de la curva de dilatometría en el segmento de calentamiento.

Durante los segmentos de enfriamiento, se notaron varias transformaciones de fase según las velocidades de enfriamiento. Las curvas con transformaciones de fase y micrografía asociada se muestran en la Figura 35.

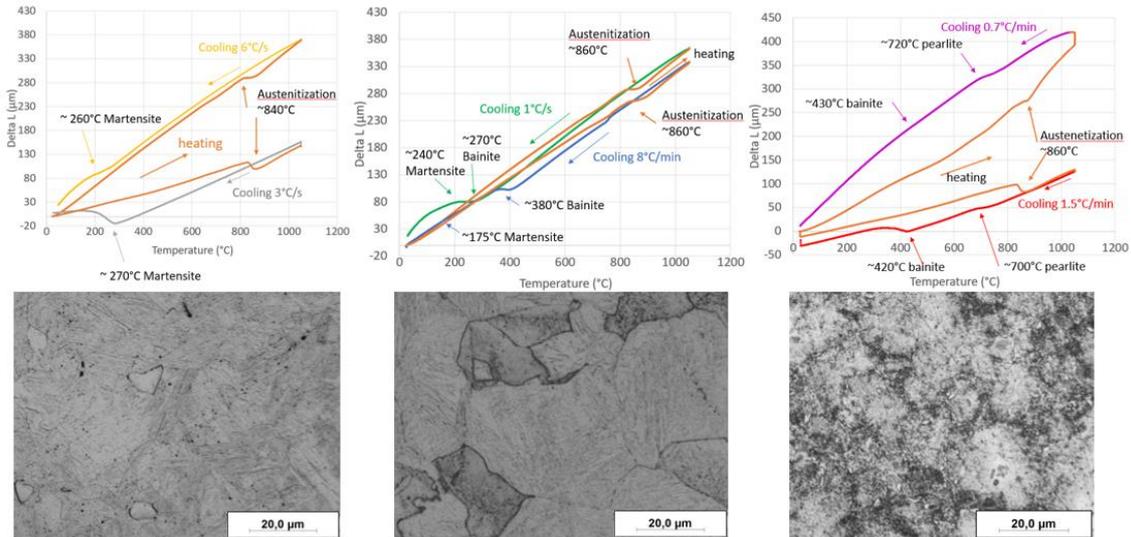


Figura 35. Curvas de dilatometría para diferentes velocidades de enfriamiento y sus micrografías asociadas.

A partir de estas curvas se dibuja el diagrama CCT modificado y se compara con el proporcionado por Böhler para materiales convencionales (Figura 36). Cada dureza asociada a cada velocidad de enfriamiento se midió y comparó con los datos de Böhler (para material forjado convencional) en la Tabla 16. El paso de austenización de las muestras LPBF se realizó en la condición indicada por el diagrama CCT de Böhler. Las muestras de LPBF muestran un cambio de transformación de fase hacia la izquierda (velocidades de enfriamiento mayores) en comparación con el material convencional. Esto puede explicarse por la homogeneización en el paso no adaptado para las muestras LPBF (estructura celular) y/o por la ligera diferencia de composición. Las muestras martensíticas presentan una dureza inferior a las convencionales. Otra dureza de la velocidad de enfriamiento también es menor, pero la diferencia proviene de la proporción de fases.

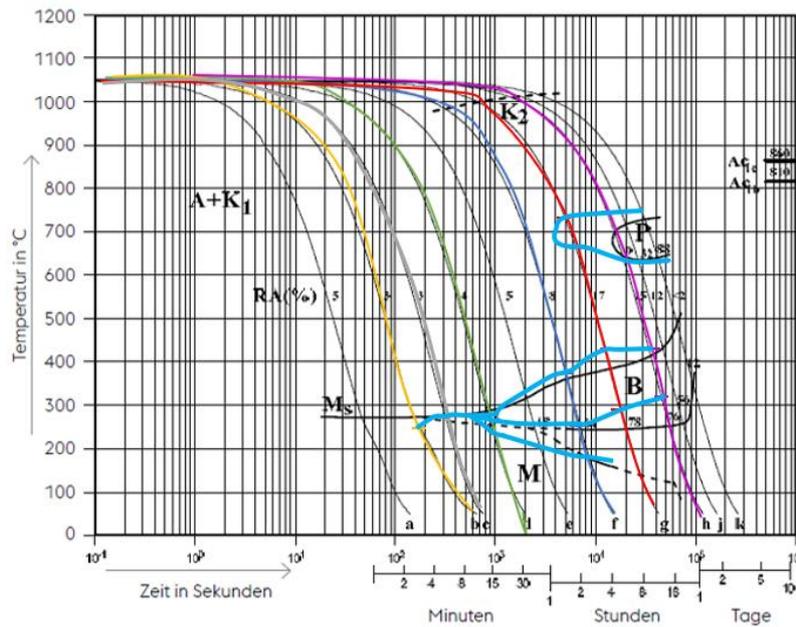


Figura 36. Diagrama CCT. Líneas negras: datos de Böhler [22], líneas de colores: mediciones experimentales

Tabla 16. Valores de dureza para diferentes tasas de enfriamiento.

	Hardness (HV5) Experimental data	Hardness (HV10) Böhler data [2]
360°C/min (6°C/s)	703 ± 16 HV	750 HV
180°C/min (3°C/s)	676 ± 4 HV	750 HV
60°C/min (1°C/s)	645 ± 24 HV	740 HV
8°C/min	492 ± 12 HV	580 HV
1.5°C/min	348 ± 20 HV	500 HV
0.67°C/min	212 ± 8 HV	450 HV

Resultados: Análisis térmico diferencial (DTA)

A partir de la diferencia de temperatura entre una muestra y la referencia (aire), el DTA puede calcular el flujo de calor durante el calentamiento y el enfriamiento. Se registraron varias transformaciones de fase, como se describe en la Figura 37.

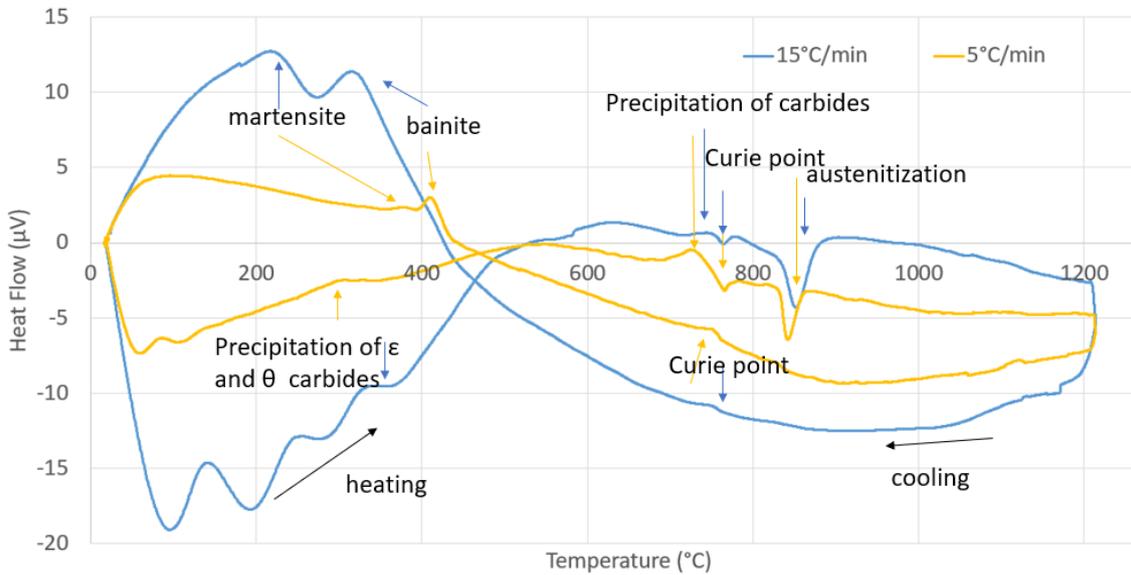


Figura 37. Curvas DTA para dos velocidades diferentes de calentamiento/enfriamiento

Resultados: Comparación de ambos métodos

Se compararon las transformaciones de fase medidas por DTA y dilatometría (15 °C/min) durante el calentamiento. Se aplicaron métodos similares para el enfriamiento con DTA (5 y 15 °C/min) y dilatometría (8 °C/min). Los resultados se dan en la Tabla 17 y se comparan con los teóricos de la literatura [17]–[20] para calentamiento y el diagrama CCT para enfriamiento [22]. Incluso si se detectaron las mismas transformaciones para ambos métodos, la dilatometría hace que la temperatura de transformación de enfriamiento sea más precisa. Teniendo en cuenta la temperatura de transformación de la fase de calentamiento, las curvas DTA muestran cierto ruido para baja temperatura (por debajo de 250 °C), lo que corresponde a problemas para seguir la temperatura objetivo. Para temperaturas más altas, la desviación estándar es menor que las de dilatometría. Por lo tanto, DTA parece aquí más preciso. En conclusión, ambos métodos son consistentes con los valores de cada uno y los valores de referencia.

Tabla 17. Comparación de transformaciones de fase medidas por DTA y dilatometría con referencias (bibliografía para calentamiento, diagrama CCT para enfriamiento).

Transformation	DTA	Dilatometry	References
Precipitation of η/ϵ carbides (heating)	noise	282±17°C	100-250°C
Decomposition of residual austenite (heating)	/	/	~280°C
Precipitation of θ carbides (Fe_3C) (heating)	313±17°C	419±53°C	250-450°C
Precipitation of K_1 carbides (heating)	729±1°C	704±6°C	?
Curie point (heating)	766±2°C	760±11°C	~750-760°C
Austenitisation (heating)	842±9°C	846±7°C	835±25°C
Curie point (cooling)	756±4°C	758°C	~750-760°C

Pearlite (cooling)	/	/	X
Bainite (cooling)	400±35°C	382	~370°C
Martensite (cooling)	325±86°C	175	180°C

Conclusiones y perspectiva

W360 se fabricó mediante el método LPBF y se analizaron muestras de forma de red según construcción. Se midió una excelente salud de los materiales con una densidad muy alta (>99,8 %). Algunos defectos, como grietas y poros, están relacionados con la estrategia de contorneado y el efecto upsikin y se eliminarán durante el mecanizado de la pieza final. Se observó una microestructura celular con células muy finas (alrededor de 0,7 μm). Esta microestructura submicrónica debería ser investigada por TEM en el futuro para obtener más detalles, específicamente sobre la segregación de elementos. Con respecto a las propiedades mecánicas de la forma neta según construcción, las propiedades de tracción e impacto ya son altas. No están alcanzando las expectativas de tratamiento térmico mecanizado, pero son muy prometedores. En el futuro, deberían investigarse las propiedades mecánicas de las muestras tratadas térmicamente. Finalmente, se exploraron las posibilidades de tratamiento térmico mediante DTA y dilatometría. Se estableció un diagrama CCT modificado y los dominios de transformación parecen desplazados a una velocidad de enfriamiento más alta. Por lo tanto, el tratamiento térmico estándar (para materiales convencionales) parece inapropiado para materiales LPBF. Y específicamente, en el estudio futuro se debe hacer un enfoque en el paso de homogeneización: la microestructura celular inicial puede necesitar una temperatura más alta o un paso más largo para desaparecer.

Pilot SP1-MEUPE/INESPASA

Durante el desarrollo de este piloto se han estudiado 2 aleaciones de aluminio diferentes: AlSi10Mg y Scalmalloy®.

Caracterización de materias primas

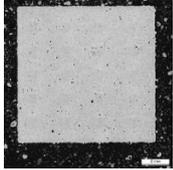
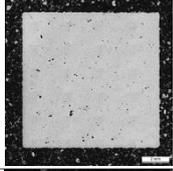
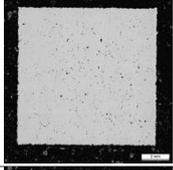
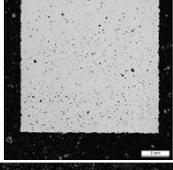
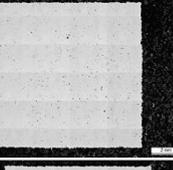
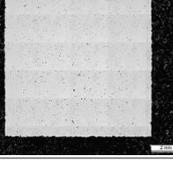
En este piloto no se ha considerado la caracterización de las materias primas (polvo), ya que el objetivo principal era caracterizar las propiedades eléctricas y térmicas de ambos materiales (AlSi10Mg y Scalmalloy®) una vez fundidos (sólidos). Se consideró como línea de base la información entregada por el proveedor del polvo (fluidez, distribución granulométrica...). El polvo Scalmalloy® fue suministrado por TOYAL y AlSi10Mg por LPW.

Caracterización microestructural

En esta parte se presentarán los análisis de microestructura de dos aleaciones de aluminio, AlSi10Mg y Scalmalloy, fabricadas por LPBF.

Todas las muestras de AlSi10Mg presentaron bajo contenido de porosidad (menos de 0,5 %). Este mismo resultado se obtuvo para el primer DoE de Scalmalloy. Sin embargo, luego de realizar un segundo DoE con parámetros de proceso optimizados, el contenido de porosidad de Scalmalloy se redujo a valores cercanos al 0.1 %. Tabla 18.

Tabla 18. Fracción de porosidad en ambas aleaciones AlSi10Mg y Scalmalloy

	Material	Heat treatment	Porosity (%)	Hardness (HV 0.2)
	AlSi10Mg	No	0.43	
	AlSi10Mg	325 °C / 4h	0.39	
	Scalmalloy DoE 1	No	0.34	
		325 °C / 4h	0,56	
	Scalmalloy DoE 2	No	0.13	113
		325 °C / 4h	0.10	173

Se ha realizado un estudio microestructural de cada material as-LPBF y tras ser tratadas térmicamente. La estructura dendrítica (celular) del as-LPBF AlSi10Mg colapsa después del tratamiento térmico y forma partículas equiaxiales, de mayor tamaño y con morfología esférica, Figura 38. Este cambio suele estar motivado por la formación de fases Mg₂Si [23].

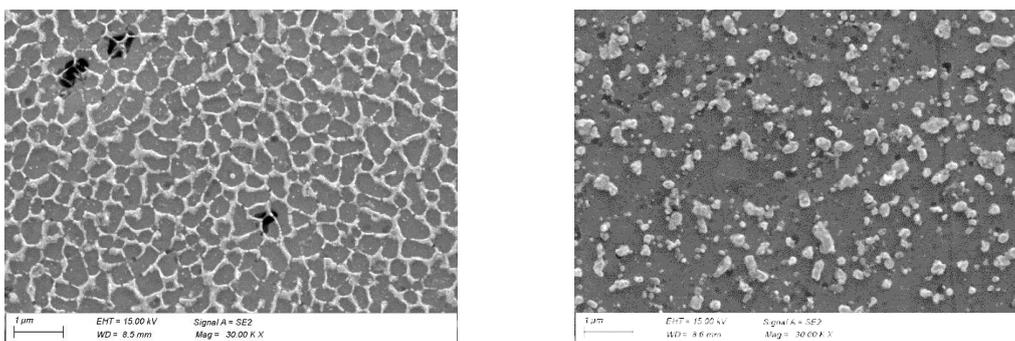


Figura 38. Microestructuras por FEG-SEM de AlSi10Mg as-LPBF (izquierda) y tratadas térmicamente (derecha)

As-LPBF Scalmalloy muestra una microestructura muy fina y homogénea, Figura 39. Teniendo una estructura de grano súper fino que incluye granos equiaxiales ultrafinos, así como granos columnares más refinados en comparación con otras aleaciones de aluminio [24]. Scalmalloy muestra una estructura cristalina de FCC como se ve en el difractograma de rayos x, Figura 40.

Después del tratamiento térmico, se forman precipitados enriquecidos con Mg, Sc y Zr en los bordes y dentro de los granos, Figura 39 y Figura 40. Otros autores también encontraron precipitados de Al_3Sc y Al_3Zr de tamaño nanométrico después del tratamiento térmico en Scalmalloy [24].

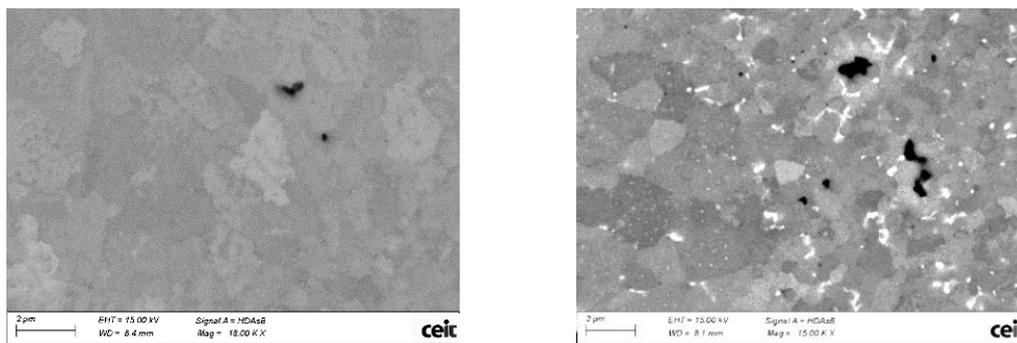


Figura 39. Microestructuras por FEG-SEM de Scalmalloy as-LPBF (izquierda) y tratada térmicamente (derecha)

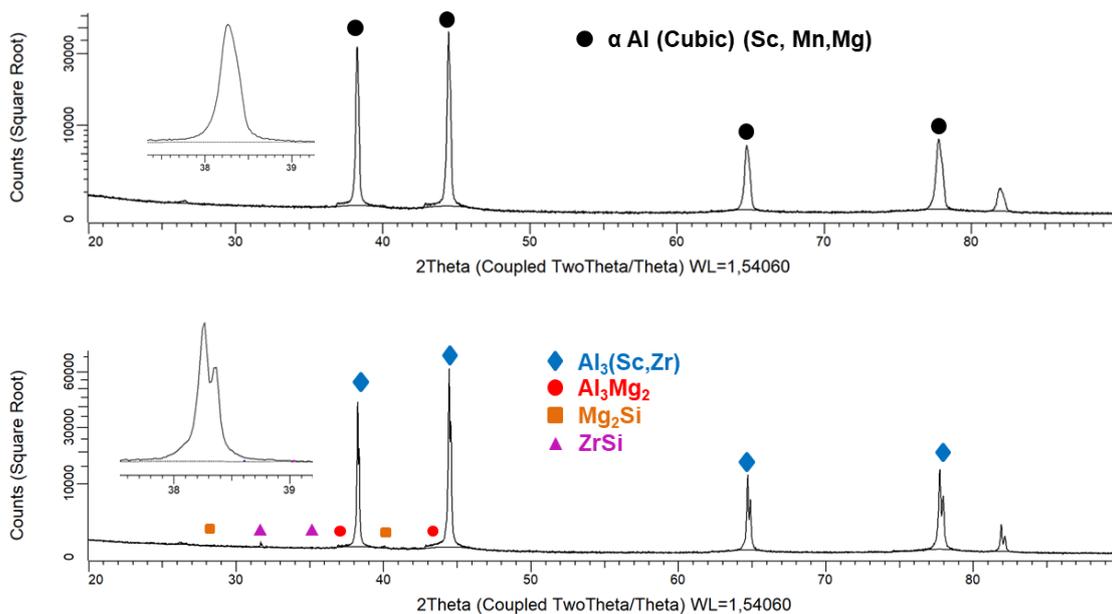


Figura 40. Difractograma de rayos X de Scalmalloy as-LPBF (arriba) y tratado térmicamente (abajo)

La estructura metalúrgica es bimodal o dúplex, constituida por regiones de granos muy finos ubicados en los bordes de los fundidos y sus bases, Figura 41 y Figura 42. Esta estructura bimodal es una característica de las aleaciones de aluminio cuya química ha sido modificada por la adición de Elementos Sc o Zr [25], [26], [35], [27]–[34]. Los granos muy finos tienen una geometría bastante equiaxial y son de tamaño submicrométrico. Los granos más gruesos son columnares. De hecho, en la sección XZ, son alargados en la dirección de fabricación, y en la sección XY, tienen una sección transversal equiaxial con un diámetro del orden de un

micrómetro. Como los granos son muy pequeños, el análisis EBSD no permitió una indexación total de la estructura, especialmente en las zonas donde los granos son más finos.

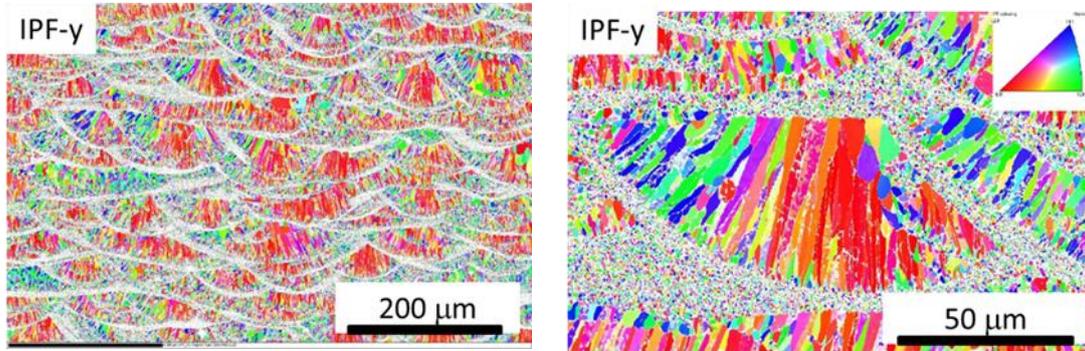


Figura 41. Análisis EBSD de Scalmalloy fabricado con LPBF sin tratar .

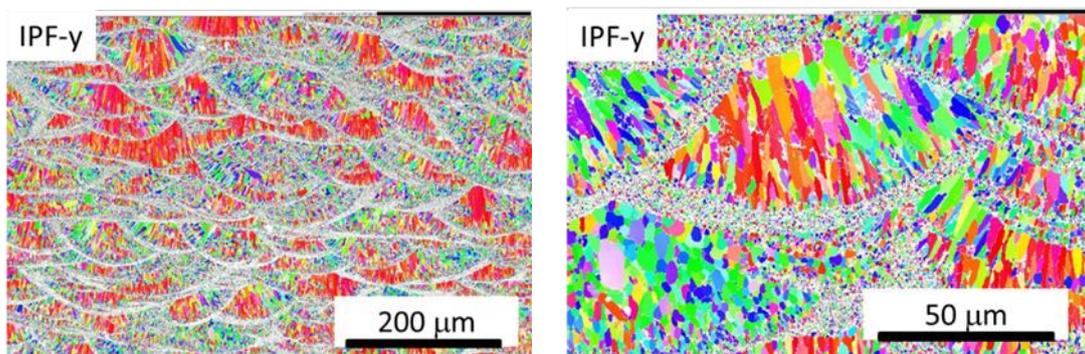


Figura 42. Análisis EBSD de Scalmalloy fabricado con LPBF y tratado térmicamente.

Caracterización mecánica

Se realizaron pruebas de microdureza (HV0.1) en aleaciones AlSi10Mg y Scalmalloy tratadas y no tratadas. En estado no tratado, la aleación AlSi10Mg tiene una mayor dureza en parte debido a su red celular. En estado no tratado, el material procesado tiene una estructura celular excelente que consta de celdas de aluminio rodeadas por un eutéctico rico en silicio. La solución sólida está sobresaturada con Si. Sin embargo, después del tratamiento térmico, Scalmalloy (Al-Mg-Mn-Sc-Zr) es mucho más duro debido a la formación del precipitado de endurecimiento.

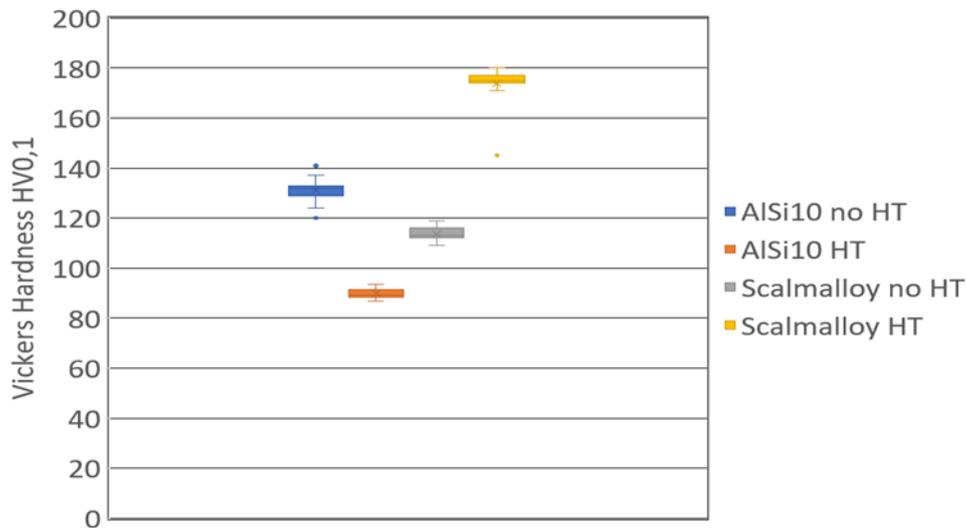


Figura 43. Valores medios de dureza obtenidos para AISi10Mg y Scalmalloy.

Análisis de conductividad eléctrica y térmica

➤ Conductividad eléctrica

El método de prueba ha sido adaptado de la siguiente norma IEC 468 (1974) “Método para medir la resistividad de materiales metálicos”. Las mediciones se realizaron a una temperatura de $20 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $50 \pm 10 \text{ } \%$ HR. El método de medición es el método de 4 hilos.

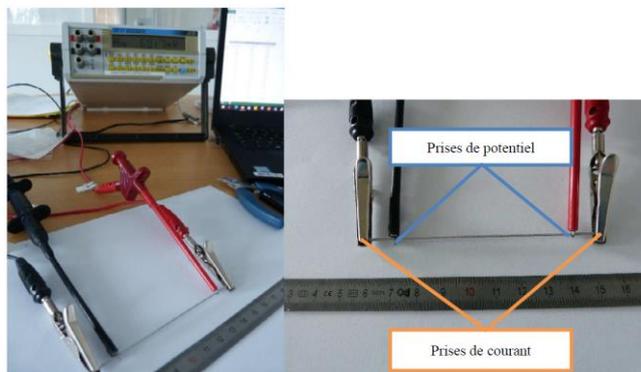


Figura 44. Medida de la resistencia de la probeta por el método de 4 hilos.

El diámetro de las muestras se midió en 12 puntos a lo largo de su longitud para calcular su sección transversal promedio. Sin embargo, debido a la rugosidad del material y al método de medición, los valores medidos corresponden a una medición del diámetro "pico a pico". Como resultado, la sección transversal de los especímenes sin duda está sobreestimada. Esta sobreestimación de la sección transversal conducirá matemáticamente a una sobreestimación de la resistividad y una subestimación de la conductividad.

Se midieron los diámetros de las diferentes probetas. La Tabla 19 presenta los resultados para las muestras tratadas térmicamente con AISi10Mg.

Tabla 19. Diámetros de las muestras AISi10Mg Tratado térmicamente.

Number	Sample	Sample	Sample
1	1.086	1.096	1.08
2	1.13	1.102	1.126
3	1.065	1.162	1.165
4	1.127	1.143	1.122
5	1.079	1.11	1.121
6	1.157	1.135	1.187
7	1.168	1.109	1.127
8	1.094	1.164	1.105
9	1.109	1.08	1.127
10	1.194	1.174	1.113
11	1.104	1.104	1.162
12	1.048	1.038	1.119
Average	1.11	1.12	1.13
Median	1.11	1.11	1.12
Standard	0.04	0.04	0.03

La resistencia eléctrica de cada muestra se mide por el método de 4 hilos. Se pasa una corriente fija (1A) a través de la muestra, y la diferencia de potencial generada se mide entre dos puntos de la muestra, alejados de los enchufes de corriente. La medida se realiza con un microohmímetro AOIP OM 21. El equipo de medición calcula automáticamente la resistencia.

La corriente se aplica en modo alterno: la dirección de la corriente se alterna y el valor medido es la resistencia promedio para las dos direcciones del flujo de corriente. Esto hace posible evitar corrientes parásitas (corrientes termoeléctricas, etc.). La corriente se envía en modo pulsado para limitar el calentamiento de la pieza de prueba. La distancia entre las dos derivaciones potenciales se mide con una regla.

$$\rho = R \times \frac{S}{l}$$

P: resistividad [$\Omega \cdot m$]

R: Resistencia [Ω]

S: area de la pieza [m^2].

l: longitude estándar [m].

Los resultados de las mediciones de resistencia eléctrica por el método de 4 hilos en las cuatro referencias de materiales se dan en la siguiente Tabla 20. La conductividad eléctrica de los materiales se muestra en la Tabla 21.

Tabla 20. Distancia de trabajo entre los electrodos y los valores de resistencia medidos

	sample	Standard length (distance between the potential taps) (mm)	Measured resistance ($m\Omega$)
Sample AlSi10Mg heat treated	1	85.5	4.805
	2	79	4.420
	3	78	4.301
	1	80	5.99

Sample AlSi10Mg	2	74.5	5.659
	3	74	5.620
Sample Scalmalloy Heat treated	1	78	7.423
	2	71.5	6.917
	3	71.5	6.866
Sample Scalmalloy	1	78	9.27
	2	71.5	8.47
	3	71	8.402

Tabla 21. Valores de resistividad y conductividad de la aleación AlSi10Mg y Scalmalloy

	Sample	Resistivity (Ohm.m)	Conductivity (S.cm-1)
Sample AlSi10Mg Heat treated	1	$5,47 \cdot 10^{-8}$	$1,83 \cdot 10^5$
	2	$5,49 \cdot 10^{-8}$	$1,82 \cdot 10^5$
	3	$5,53 \cdot 10^{-8}$	$1,81 \cdot 10^5$
	media	$5,5 \cdot 10^{-8}$	$1,82 \cdot 10^5$
Sample AlSi10Mg	1	$7,13 \cdot 10^{-8}$	$1,40 \cdot 10^5$
	2	$7,37 \cdot 10^{-8}$	$1,36 \cdot 10^5$
	3	$7,24 \cdot 10^{-8}$	$1,38 \cdot 10^5$
	media	$7,3 \cdot 10^{-8}$	$1,38 \cdot 10^5$
Sample Scalmalloy Heat treated	1	$9,73 \cdot 10^{-8}$	$1,03 \cdot 10^5$
	2	$1,00 \cdot 10^{-8}$	$1,00 \cdot 10^5$
	3	$9,87 \cdot 10^{-8}$	$1,01 \cdot 10^5$
	media	$9,9 \cdot 10^{-8}$	$1,01 \cdot 10^5$
Sample Scalmalloy	1	$12,1 \cdot 10^{-8}$	$0,83 \cdot 10^5$
	2	$12,1 \cdot 10^{-8}$	$0,83 \cdot 10^5$
	3	$12,1 \cdot 10^{-8}$	$0,83 \cdot 10^5$
	media	$12,1 \cdot 10^{-8}$	$0,83 \cdot 10^5$

➤ Conductividad Térmica

Los análisis de conductividad térmica de AlSi10Mg y Scalmalloy realizados entre temperatura ambiente y 200 °C se muestran en la Figura 45. La conductividad de ambas aleaciones de aluminio aumenta después del tratamiento térmico. En el caso de AlSi10Mg la conductividad (K) es constante pero la K de Scalmalloy aumenta linealmente con la temperatura. La solidificación rápida en los procesos de AM produce una estructura celular de tamaño nanométrico y una red supersaturada que proporciona una difusividad térmica y una conductividad térmica muy bajas, pero cuando se trata con calor una gran cantidad de características microestructurales (es decir, precipitados ricos en Sc y Zr) reducen las propiedades de transferencia de calor de la AM. muestras producidas [36]. Comparando ambas aleaciones de aluminio se puede observar que AlSi10Mg tiene mayor conductividad que Scalmalloy y esto se ha relacionado con la microestructura más homogénea de AlSi10Mg debido a un menor número de elementos de aleación.

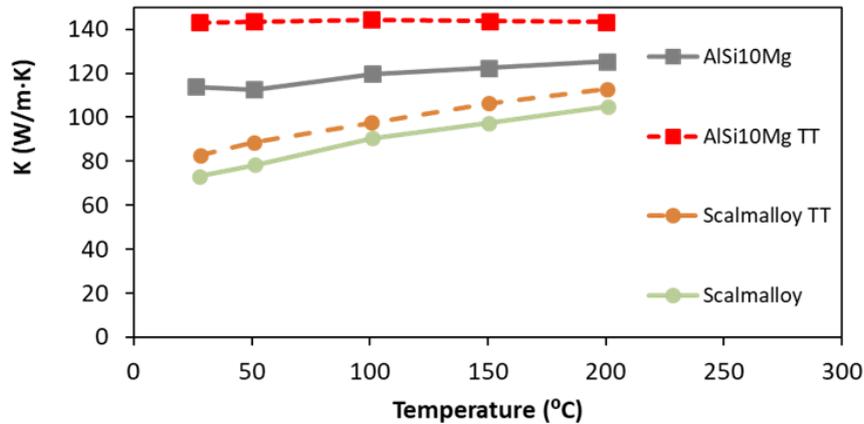


Figura 45. Conductividad térmica para AlSi10Mg y Scalmalloy as-LPBF y tratados térmicamente.

Se analiza el efecto de la orientación de la fabricación sobre las propiedades térmicas. En la Figura 46 se puede ver que la conductividad es isotrópica ya que permanece constante independientemente de la dirección de construcción (Z o XY).

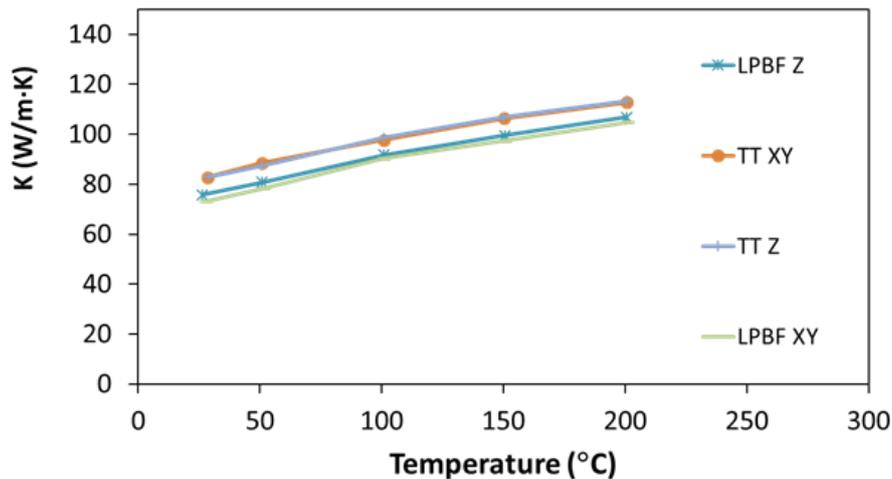


Figura 46. Conductividad térmica Scalmalloy para as-LPBF y tratado térmicamente en las dos orientaciones de fabricación, dirección de construcción (Z) y perpendicular a la dirección de construcción (XY).

Finalmente, se ha analizado el efecto de la porosidad en el material, Figura 47. Las muestras con menor porosidad (DoE2) muestran mayor conductividad debido a centros de dispersión más bajos y por lo tanto mayor transferencia de calor.

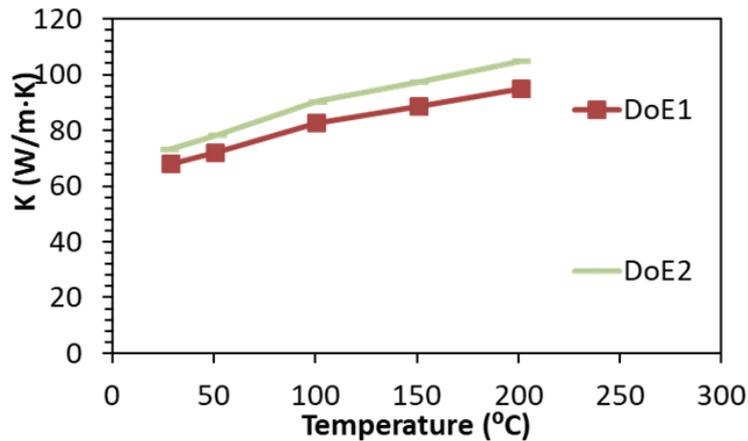


Figura 47. Resultados de conductividad térmica para muestras de Scalmalloy de dos lotes, DoE 1 con porosidad elevada y DoE 2 con porosidad baja.

Caracterización mecánica

Se han realizado varias fabricaciones LPBF con el fin de obtener cupones suficientes para caracterizar mecánicamente ambos materiales (Figura 48). Para analizar la influencia de la rugosidad superficial, se han considerado el mecanizado y as-built. También se han tenido en cuenta cupones para estudiar la influencia de un tratamiento térmico.

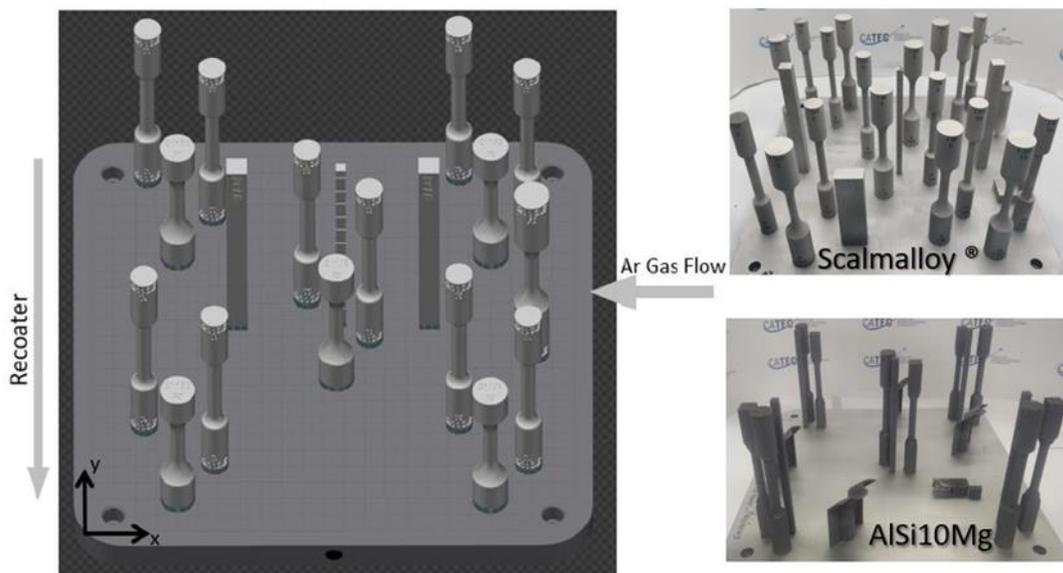


Figura 48 (Izquierda) Vista esquemática de cupones genéricos de tracción y fatiga, (arriba a la derecha) imagen de Scalmalloy® y (abajo a la derecha) trabajos de construcción de AlSi10Mg

La Figura 49 muestra los resultados de la prueba mecánica realizada en los cupones de AlSi10Mg. Finalmente, se han analizado 20 muestras diferentes: Tal y como se construye con HT (x5), Tal como se construye sin HT (x5), Mecanizado con HT (x5) y Mecanizado sin HT (x5). Se puede observar a continuación que el tratamiento térmico aumenta el alargamiento, pero reduce la resistencia. Con respecto a la condición de la superficie, los cupones mecanizados producen un ligero aumento en las propiedades cuando se comparan con las muestras chorreadas con arena.

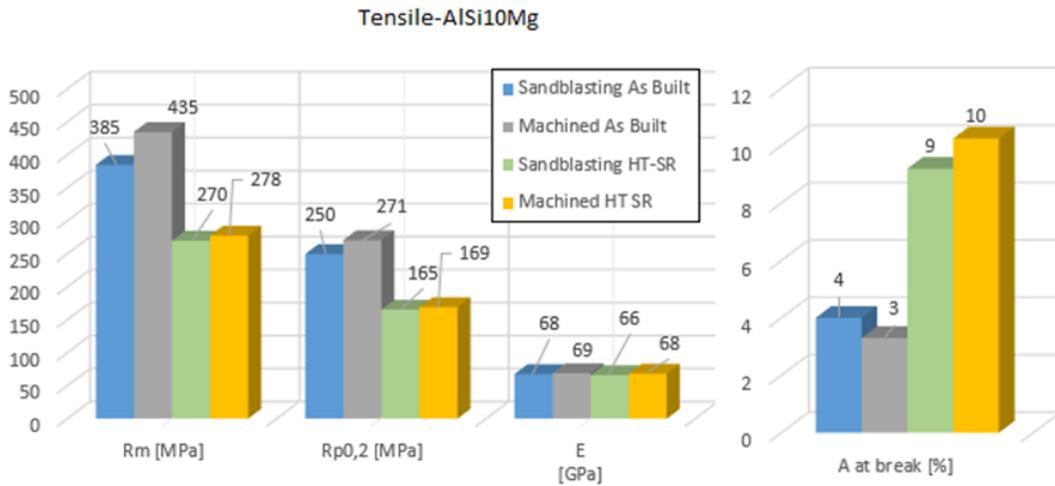


Figura 49. Propiedades mecánicas de ALSi10Mg con y sin tratamiento térmico.

Con respecto a los cupones de Scalmalloy® (Figura 50) solo se han ensayado muestras con tratamiento térmico, ya que estudios preliminares han demostrado mejores resultados en términos de dureza cuando este material es tratado térmicamente. A continuación, se puede observar al comparar ambas condiciones superficiales (chorreado de arena y mecanizado), que la rugosidad tiene una ligera influencia en las propiedades, disminuyéndolas.

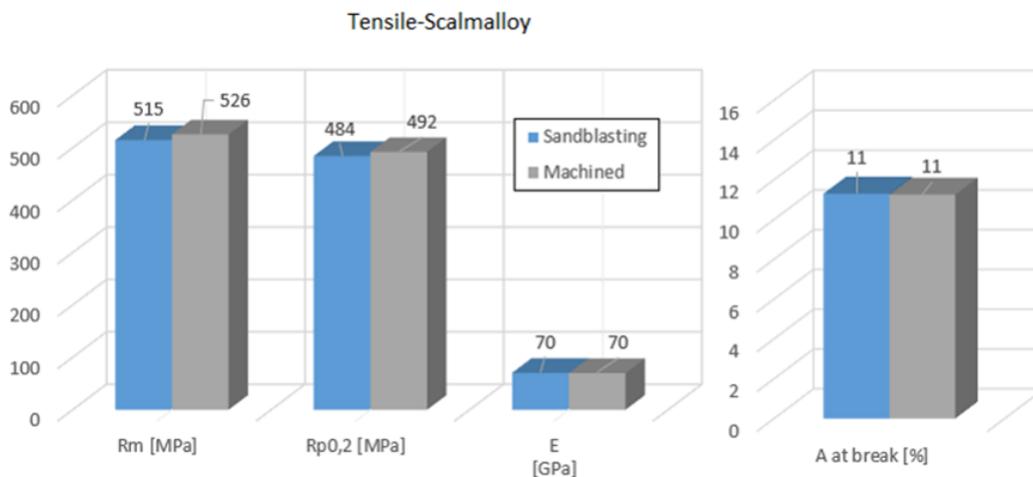


Figura 50. Propiedades mecánicas de Scalmalloy® con tratamiento térmico.

Además, se analizó el comportamiento a fatiga de Scalmalloy. La Figura 51 muestra la curva de fatiga de estos materiales, considerando muestras con arenado y mecanizado. No se observan grandes diferencias entre ambas condiciones superficiales y la dispersión en los resultados es baja, excluyendo los resultados obtenidos para 220 MPa.

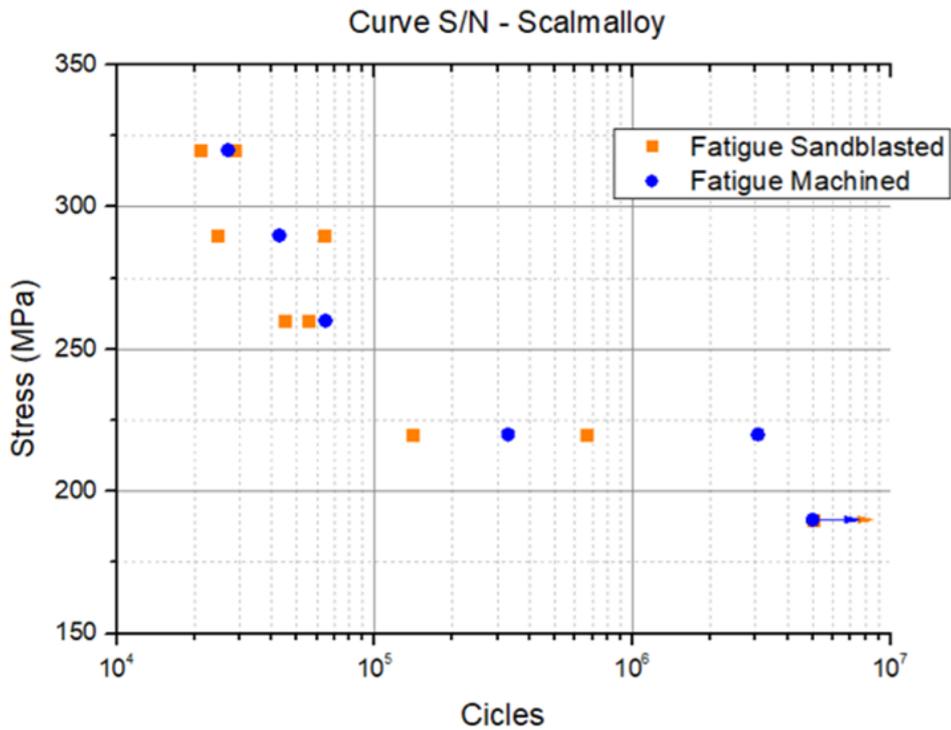


Figura 51. Curva de fatiga de Scalmalloy® con tratamiento térmico (mecanizado y arenado).

Simulación térmica y ensayo experimental en cupones

La UPV/EHU junto con FADA CATEC han realizado las simulaciones térmicas de la geometría propuesta. Para asegurar la validez de los resultados, como paso inicial se ha evaluado experimentalmente el comportamiento térmico y la capacidad de disipación de calor de las diferentes geometrías y los resultados se han empleado para definir el coeficiente convectivo de las diferentes superficies.

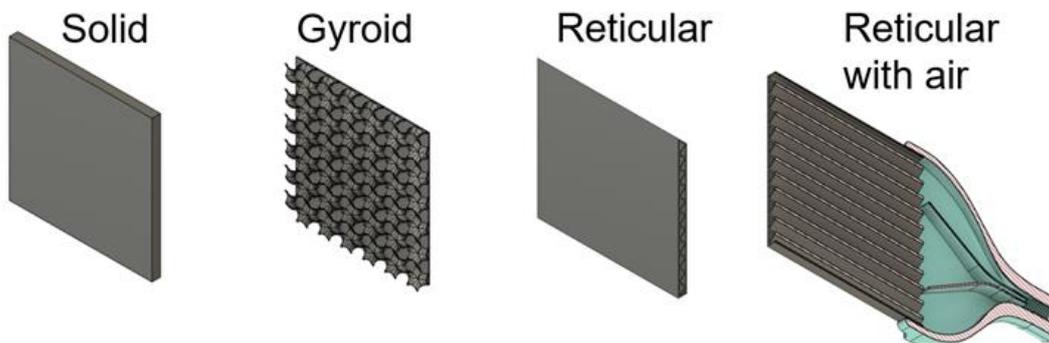


Figura 52. Vistas 3D de las geometrías estudiadas.

Como se muestra en la Figura 53, la temperatura de cada componente se mide con una cámara térmica. El componente se calienta por la parte trasera mediante la radiación procedente de una lámpara y se mide el tiempo que tarda en alcanzar una temperatura de 85 °C, así como su enfriamiento posterior.

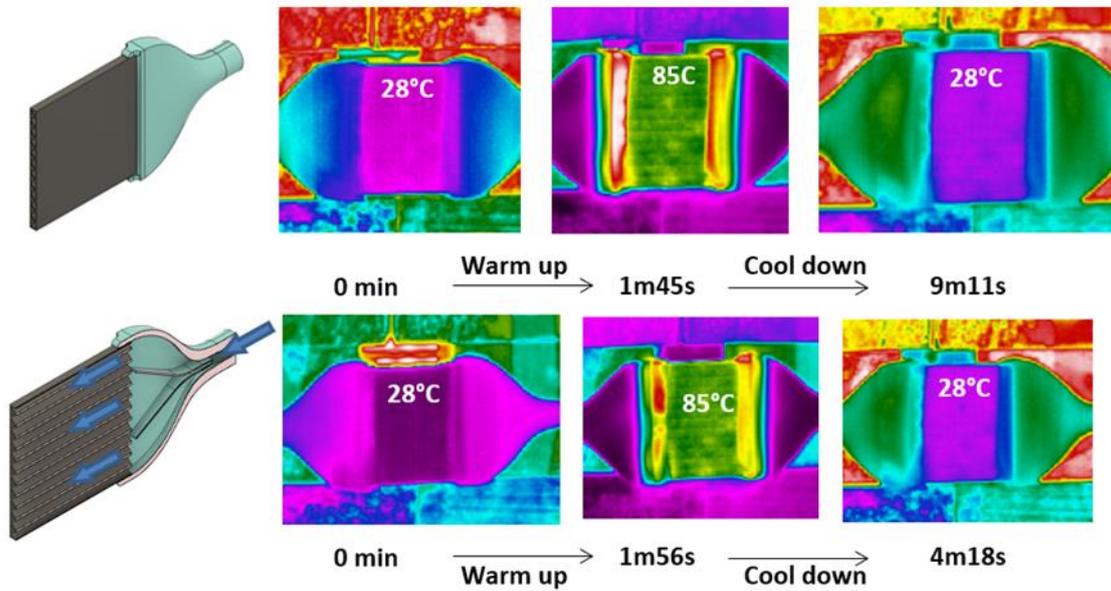


Figura 53. Campos térmicos experimentales durante el ciclo de calentamiento y enfriamiento.

Las simulaciones se ejecutan utilizando el software Ansys Workbench 2021-R2 y se emplea el módulo térmico transitorio en todos los casos. El calor introducido a través de la radiación de la lámpara se define como una entrada constante para todas las situaciones (3200 W/m^2) y el coeficiente de convección para la disipación de calor se determina en base a las pruebas experimentales. Los coeficientes de convección obtenidos se resumen en la Figura 54 y la comparación entre los resultados simulados y experimentales se muestra en la Figura 55.

Situation	Convection coefficient [$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\text{K}^{-1}$]
External natural	10
External Gyroid	4
Internal natural	1
Internal Forced	100

Figura 54. Coeficientes de convección empleados en las simulaciones.

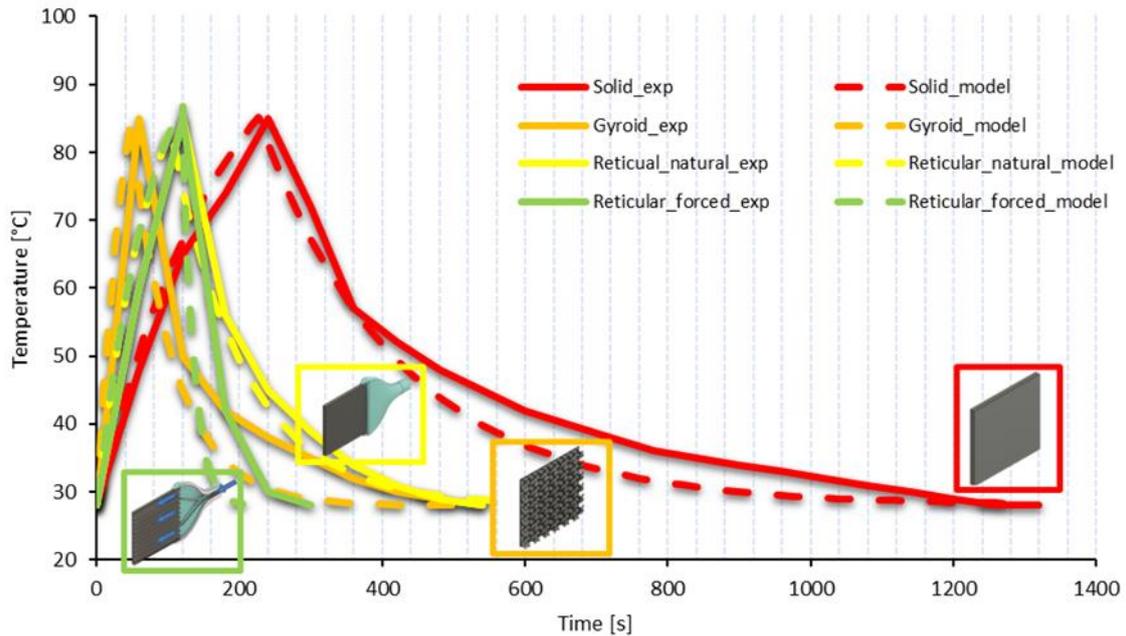


Figura 55. Comparación entre el comportamiento experimental y de simulación de los componentes.

Conclusión y perspectivas

- Scalmalloy® parece ser un mejor enfoque para la funcionalidad de este piloto ya que tiene mejores propiedades mecánicas, pero también, al tener una conductividad térmica más baja, el calor producido por los motores dentro de la caja tiene más dificultades para llegar a la superficie y quemar al operador.
- En ambos materiales, AlSi10Mg tiene mayor conductividad térmica y eléctrica. Además, en el caso de la conductividad térmica, la presencia de porosidad reduce la transferencia de calor.
- Las pruebas en cupones han mostrado una buena coincidencia entre la simulación térmica y las pruebas experimentales. Este procedimiento será evaluado y tenido en cuenta al rediseñar el caso AM final. Se realizará un análisis térmico simulado para validar el procedimiento.

Pilot FR2-SOMOCAP

Caracterización del material de partida

En primer lugar, se analizaron los filamentos o hilos de polímero y metal.

Métodos

Las muestras de filamento proporcionadas por los fabricantes se sometieron al mismo procedimiento de pulido que las muestras sinterizadas. Sin embargo, debido al pequeño tamaño de las partículas de polvo metálico en los filamentos, se añadió al proceso un paso adicional de

pulido con una solución coloidal que contenía partículas de sílice de $0.25\ \mu\text{m}$ (OPS). Las 12 imágenes ópticas de las muestras de filamentos se adquirieron aleatoriamente usando un microscopio óptico PMG3 de Olympus con un aumento de $\times 20$ y se capturaron usando el software Archimed. Luego, estas imágenes se trataron con un software de procesamiento de imágenes de código abierto llamado ImageJ [1] para determinar el tamaño y la proporción de superficie de las partículas de metal que se unen con el polímero. Las imágenes capturadas comprenden un área total de $1.55\ \text{mm}^2$ que se analizó, y solo se consideraron partículas de metal con un diámetro mínimo de $0.2\ \mu\text{m}$ durante el procesamiento de la imagen.

Resultados

Los polvos metálicos de los filamentos 17-4 PH y H13 eran esféricos, con una redondez media de 0.79 ± 0.26 . El filamento 17-4 PH tenía partículas de metal relativamente más pequeñas con un diámetro promedio de $3.6\ \mu\text{m}$ en comparación con el filamento H13, que tenía alrededor de $4.6\ \mu\text{m}$. Los polvos metálicos se pueden ver en la Figura 56 y la Figura 57 como partículas grises, mientras que la matriz polimérica se puede ver en negro. Es esencial abordar la interpretación de los resultados del tamaño de las partículas de metal con cautela, ya que la técnica de preparación de la sección metalográfica puede no representar completamente la forma de la partícula. Esta limitación puede dificultar la capacidad de realizar un análisis completo de la carga metálica. Aunque la eliminación de la matriz mediante desaglomeración química o térmica podría ser beneficiosa, no era factible realizar este procedimiento de manera segura utilizando el equipo de laboratorio disponible.

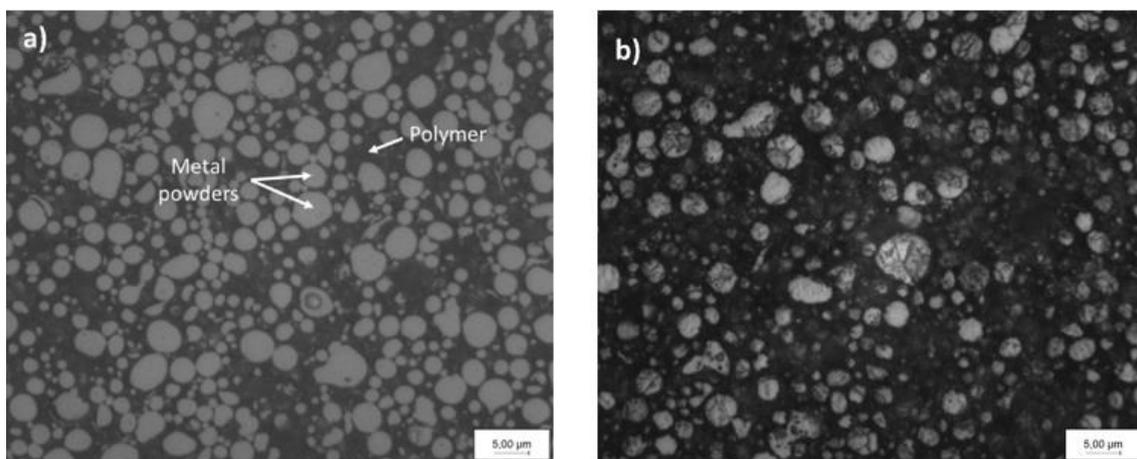


Figura 56. Micrografías ópticas del filamento de metal-polímero de 17-4 PH a) antes del ataque químico b) tras el ataque revelando la microestructura.

Además, la proporción de polvo de metal- polímero fue mayor en los filamentos H13 ($46.2 \pm 0.7\%$) que en los filamentos 17-4 PH ($41.2 \pm 0.7\%$). Como ambas láminas de acero, 17-4 PH y H13, son aceros martensíticos, las partículas de metal en las muestras de filamento exhibieron una microestructura similar a la martensita después del grabado, que se presenta en la Figura 56 y la Figura 57.

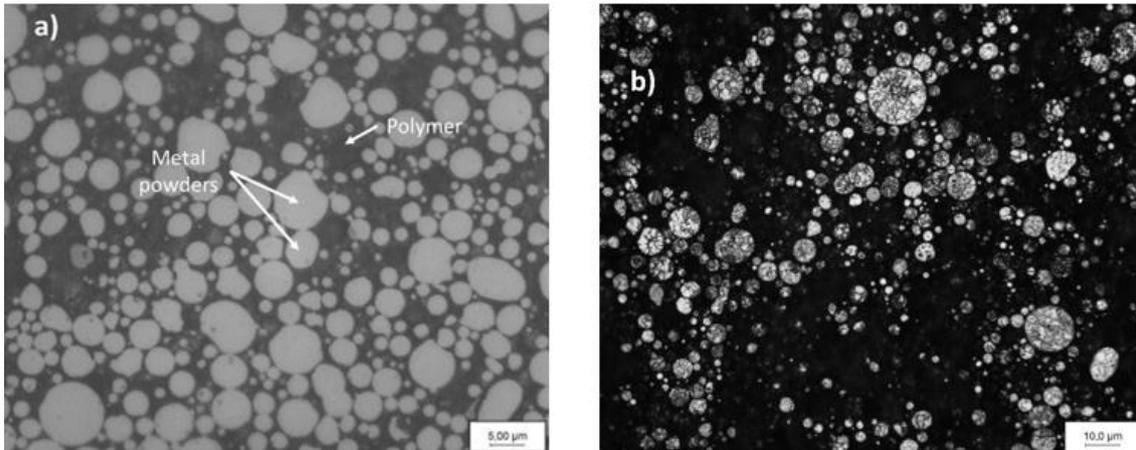


Figura 57. Micrografías ópticas del filamento de metal-polímero H13 a) antes del ataque químico b) tras el ataque revelando la microestructura.

Salud del Material

Métodos

La preparación de las muestras involucró el montaje en frío en una resina y una serie de moliendas abrasivas utilizando papeles de Carburo de Silicio (SiC) desde el grano de 800 hasta 4000, disminuyendo la aspereza. A continuación, se procedió al pulido con una solución compuesta por partículas de diamante de 3 y 1 μm y limpieza ultrasónica durante al menos 10 minutos. Después de estos pasos, las muestras se grabaron exponiéndolas a los grabadores No Nital 3 % y Kalling N°2 durante unos 30 segundos para revelar su microestructura. El reactivo n° 2 de Kalling es una solución de cloruro de cobre (CuCl_2), ácido clorhídrico (HCl) y etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) que se utiliza especialmente para aceros rápidos y aceros inoxidable (17-4 PH en este caso). Por el contrario, Nital 3 % es una solución de ácido nítrico (HNO_3 , 68 % puro) diluido en etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) compatible con H13, que es menos rico en cromo. Las muestras sinterizadas también se procesaron de manera similar utilizando un microscopio óptico y un software de procesamiento de imágenes, como se mencionó anteriormente. Sin embargo, esta vez la atención se centró en determinar el contenido de porosidad y el tamaño de los poros en lugar de la densidad del metal. Las imágenes ópticas capturadas con un aumento de x20 se convirtieron a escala de grises (siendo 0-255 la intensidad de blanco a negro). La porosidad se definió como un umbral de intensidad de 40-125. Mientras se procesaban las imágenes para las mediciones de porosidad, los poros que tenían menos de un μm^2 de área esférica no se consideraron en el análisis; eran demasiado pequeños para ser detectados adecuadamente, y los poros tan pequeños tienen un impacto insignificante en las propiedades mecánicas.

Resultados

El análisis de la superficie de especímenes de acero 17-4 PH y H13 sinterizados reveló la presencia de varias cavidades, como se muestra en la Figura 58, y capas de deposición sin relleno. Los problemas de porosidad y deposición, como se observa aquí, son típicos de los procesos de fabricación aditiva de extrusión de metal. Es probable que se deba a una

subextrusión del material, lo que significa que la extrusora no suministra suficiente filamento al proceso de fabricación o que los parámetros del proceso de fabricación son inapropiados [37].

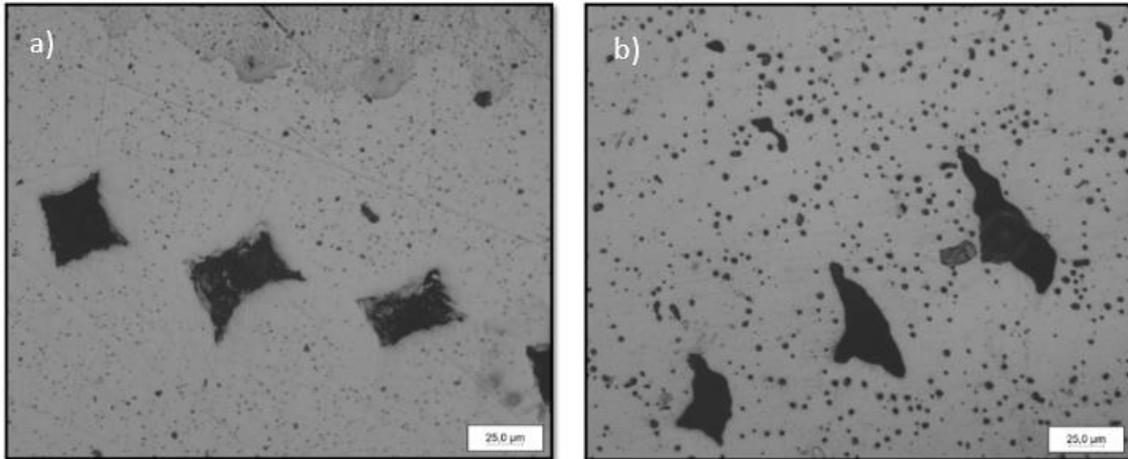


Figura 58. Imágenes ópticas que muestran porosidad y cavidades en a) 17-4 PH y b) H13 en el plano XY.

En las muestras de 17-4 PH, la porosidad estuvo dominada principalmente por pequeños poros que medían alrededor de 3 µm de diámetro. Un porcentaje significativo (aproximadamente el 85 %) de los poros tenía un tamaño inferior a 20 µm, como se ve en la Figura 59. Además, se encontró que la mayoría de los poros tenían una forma típicamente esférica con una circularidad promedio de 0.85. El análisis se realizó en un 6.5 % y un 12 % de superficie de las secciones disponibles de 40 y 13 mm².

En las muestras H13, los poros con un diámetro de 2-4 µm fueron los más predominantes, con alrededor del 97 % de los poros con un tamaño inferior a 12 µm, como se muestra en la Figura 51. Estos poros tenían forma circular, con una circularidad promedio de 0.86. Los poros con una circularidad entre 0.2 y 0.6 podrían estar relacionados con las cavidades, ya que también se consideraron en el análisis de porosidad. Si no se consideraran estas cavidades, se habría mejorado el porcentaje de porosidad y la circularidad. Un resumen de los resultados se puede encontrar en la Tabla 22. Comparando estos resultados con la referencia, se puede derivar que los porcentajes de porosidad encontrados en este estudio son similares a los reportados en [38], donde la porosidad relativa de 4.08-6.48 % en la cara XY y 2.22-3.07 % en la cara XZ en la muestra 17-4 PH y en [37], donde se encontró una porosidad relativa de 6 % en 17-4 PH y 5 % en H13 en la cara XY.

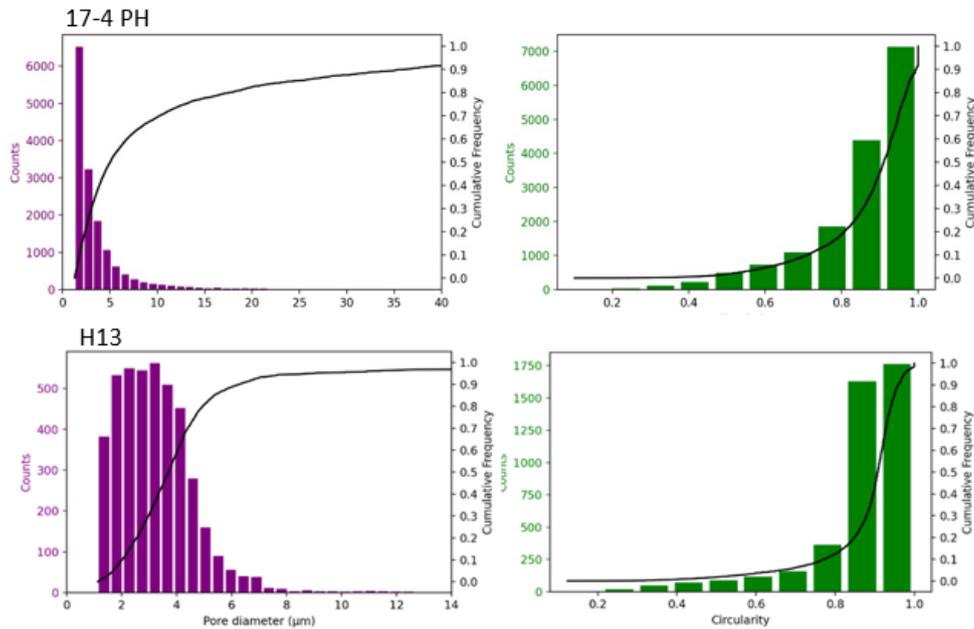


Figura 59. Distribución de tamaño de poro y distribución de circularidad de muestras sinterizadas.

Tabla 22. Resumen de los resultados de porosidad para ambas muestras de acero.

Samples	17-4 PH		H13	
	XY plane	XZ plane	XY plane	XZ plane
Property	Value	Value	Value	Value
Diameter of pores	3.2 μm	2.3 μm	4.2 μm	3.7 μm
Circularity	0.85 ± 0.14	0.86 ± 0.14	0.86 ± 0.13	0.85 ± 0.14
Porosity	4.8 % ± 2.1	2.1 % ± 0.8	5.6 % ± 2	4.5 % ± 1.5

Caracterización Microestructural

Ceit y Enit han realizado la caracterización de muestras H13 y 17-4PH fabricadas por Fused Filament Fabrication (FFF). 17-4PH se fabricó con equipos Markforged FFF, mientras que las muestras H13 se fabricaron con dos equipos diferentes: máquina abierta Lynxter con filamento NANOE y equipo Markforged.

Métodos

El análisis de difracción de rayos X se realizó utilizando una máquina Philips X'PERT, utilizando radiación Cu-Kα con una longitud de onda de 1,540598 Å. Las muestras se escanearon a un voltaje de 40 kV y una corriente de 50 mA, utilizando un haz de 0.5 mm de diámetro, en un rango de 30° a 125° con un dispositivo curvo sensible a la posición (PSD) que cubre un arco circular de 8° con un tamaño de paso de 0.012° y 30.05 s por paso. Además, se escaneó una muestra de H13 entre 43° y 46° con un tamaño de paso de 0.01° y 1000 s por paso para un análisis más detallado del pico en ese rango. La identificación de fase se determinó analizando los espectros

XRD utilizando el software X'pert High Score y la base de datos JCPDS, que incluía fases potenciales como ferrita, martensita y austenita de acero.

Las muestras se prepararon como se explica en las partes de salud del material. La microestructura de las muestras sinterizadas y tratadas térmicamente se examinaron usando un microscopio óptico PMG3 de Olympus. Se realizaron análisis adicionales de las muestras sinterizadas utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM) ZEISS EVO10HD15 equipado con una pistola LaB₆. El SEM tenía un detector de electrones secundarios (SE) y electrones retrodispersados (BSE). Se utilizó un espectrómetro de dispersión de energía (EDS) X-MaxN 50 XMX1003 de Oxford Instruments para resaltar la concentración de elementos de aleación en zonas microsegregadas y determinar su composición. Durante este análisis SEM se utilizó un voltaje de aceleración de 15 kV y una distancia de trabajo de 10 mm.

Resultados

17-4PH: Piezas fabricadas en Markforged

En la Figura 60 se muestra la microestructura del acero 17-4PH a temperatura ambiente. La microestructura se compone de poros y laminas de martensitas apiladas en paquetes de diferentes tamaños. No se puede descartar la posibilidad de la presencia de una pequeña cantidad de austenita retenida, aunque no sea apreciable en las imágenes de óptico. También es posible que se haya formado ferrita delta durante las altas temperaturas del sinterizado del acero inoxidable 17-4PH. Los diagramas hierro-carbono del acero indican que bajos contenidos de carbono pueden incrementar la formación de ferrita delta. Estudios preliminares [39] mostraban que al sinterizar el acero 17-4PH por encima de 1220 °C se formaba ferrita delta continua en las juntas de grano. Tras ataque químico se observan círculos negros de mayor tamaño que los poros mostrados en la sección anterior. No se ha podido confirmar mediante microscopía óptica si estos círculos se tratan de precipitados, disoluciones debido al ataque o porosidad. En resumen, la microestructura del acero 17-4PH es mas cercana a la microestructura del 17-4PH forjado que describe Sabooni et al. [40] que a la microestructura as-LPBF reportada por Yeon et al. [41]. Se realizaron análisis de microscopía electrónica (SEM) y difracción de rayos X (XRD) para tratar de entender mejor los distintos componentes de la microestructura. Los análisis SEM confirman que los puntos negros son poros y que la composición es la estándar del 17-4PH.

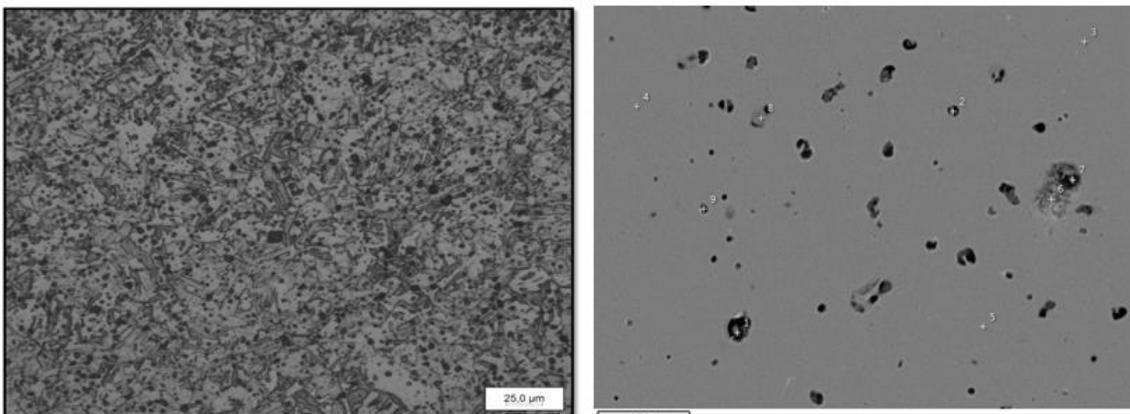


Figura 60. Micrografía óptica después del grabado (izquierda) e imágenes SEM (derecha) de acero inoxidable 17-4 PH sinterizado.

El análisis de la fase de la muestra se realizó a través de XRD, y los espectros recopilados para 17-4 PH se muestran en la Figura 61. A diferencia de LPBF [42], la comparación de estos espectros con el archivo de difracción de polvo JCPDS (PDF) reveló que cualquier fase de austenita retenida o carburos no eran detectadas en las muestras sinterizadas. Debido a la baja cantidad de carbono en estas aleaciones, la martensita BCT muestra una distorsión reticular mínima. Como resultado, no es posible diferenciar entre la ferrita BCC y la martensita BCT solo mediante XRD. En este caso, se aplica la convención estándar para aceros, en la que se considera que ambas fases tienen la estructura BCC y, por lo tanto, se indica mediante la fase α (que representa la fase de ferrita α/δ y martensita).

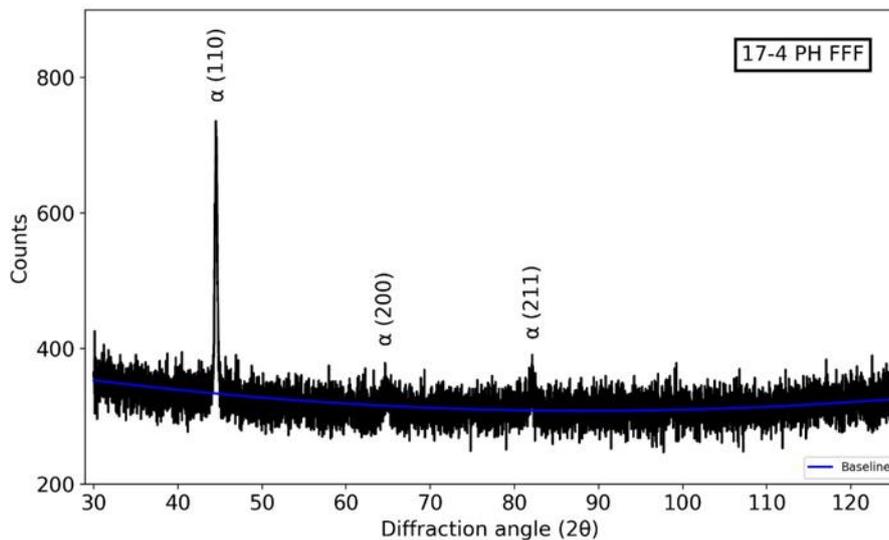


Figura 61. Espectros XRD de muestra de acero inoxidable 17-4 PH sinterizado

En el espectro XRD de 17-4 PH, el pico (110) en un ángulo de 2θ de aproximadamente 44.51° tiene una intensidad más alta que otros picos de estructura bcc en 64.63° y 82.13° . Dado que el 17-4 PH es un acero inoxidable martensítico endurecido por precipitación, es probable que la muestra esté compuesta por múltiples fases, siendo la martensita la fase dominante y, potencialmente, algo de ferrita. Sin embargo, las posiciones de los picos experimentales no coinciden perfectamente con los picos teóricos debido a la presencia de diferentes cantidades de carbono y elementos de aleación en la muestra en comparación con la referencia. Aun así, están más cerca de los picos característicos de la martensita que de la ferrita (Tabla 23). Además, la intensidad relativa de los picos (200) y (211) muestra una tendencia similar a los picos de espectro XRD de muestras de 17-4 PH separados térmicamente informados por Schroeder et al. [43]. Los dos picos restantes (220) a 99.26° y (310) a 117.07° fueron difíciles de distinguir del ruido creado por el difractómetro. El patrón de difracción generalmente es consistente con el patrón de difracción estándar, lo que indica que probablemente no haya una orientación o textura preferida en la muestra a lo largo de cualquiera de los planos de difracción. En conclusión, la microestructura es martensítica y en armonía con la literatura.

Tabla 23. Los ángulos de difracción para cada pico en ambos aceros y los datos de referencia para las fases de acero ¹ y ² corresponden respectivamente a los datos de la referencia [43] y el estándar JCPDS no. 00-006-0696.

Samples					Phase reference						
17-4 PH			H13		Martensite ¹		Ferrite ²		Austenite ¹		
hkl	2θ	I (%)	2θ	I (%)	2θ	I _α (%)	2θ	I _α (%)	hkl	2θ	I _γ (%)
110	44.51	100.0	44.63	100.0	44.652	100	44.674	100	111	43.695	100
200	64.63	14.3	64.97	61.0	64.817	11.6	65.023	20	200	50.794	42.5
211	82.13	17.1	82.22	9.3	82.095	17.4	82.335	30	220	74.739	17.8
220	99.26	-	98.75	8.0	98.711	4.5	98.949	10	311	90.629	16.6
310	117.07	-	116.44	6.7	115.83	6.2	116.39	12	222	95.98	4.6

H13: Piezas fabricadas con Markforged

La microestructura del acero H13 a temperatura ambiente se ilustra en la Figura 62. Presenta una combinación de poros y límites de grano de austenita anteriores. No se pudieron observar las lajas de martensita que deberían estar presentes en la matriz, lo que lleva a la percepción de que la microestructura está compuesta principalmente por fases ferríticas/perlíticas. Los límites de grano parecían tener zonas de segregación con altas concentraciones de metales de aleación. Por lo tanto, se llevó a cabo Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) para comprender mejor los componentes microestructurales. La composición determinada por los espectros de rayos X de dispersión de energía sugiere que es similar a la composición estándar ASTM A681 de H13.

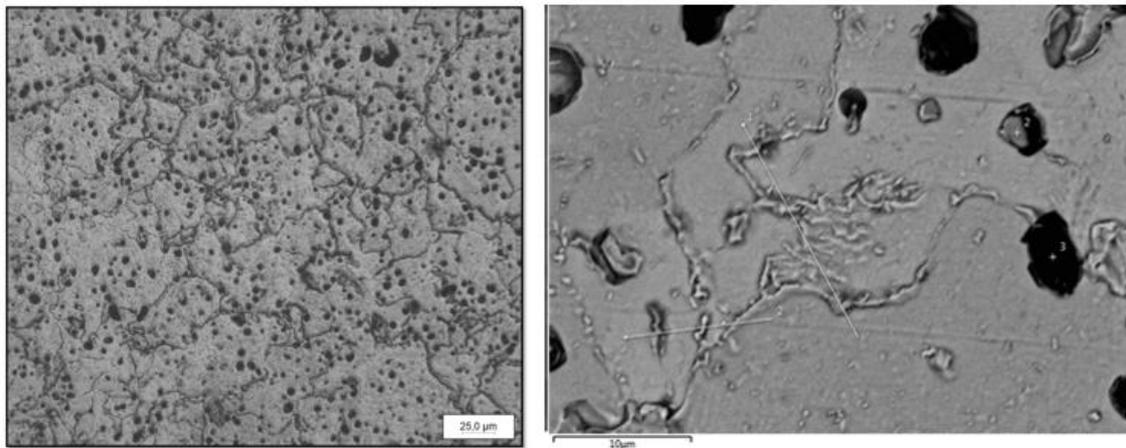


Figura 62. Micrografía óptica (izquierda) e imagen SEM (derecha) de acero H13 PH sinterizado tras ataque químico.

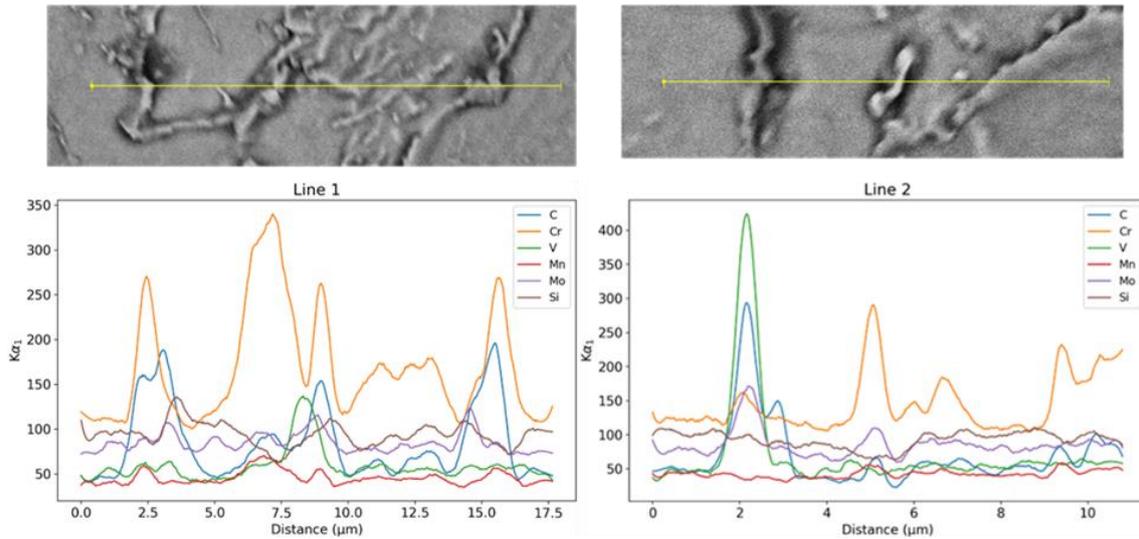


Figura 63. Vista ampliada de ambas líneas y su distribución de composición.

Finalmente, para confirmar la composición de las zonas de segregación en los límites de grano, se realizó el análisis lineal en dichas áreas, como se muestra en la Figura 63. Los resultados indican que estas zonas son ricas en carbono, cromo, molibdeno y vanadio, con concentraciones más altos que los típicos en la matriz.

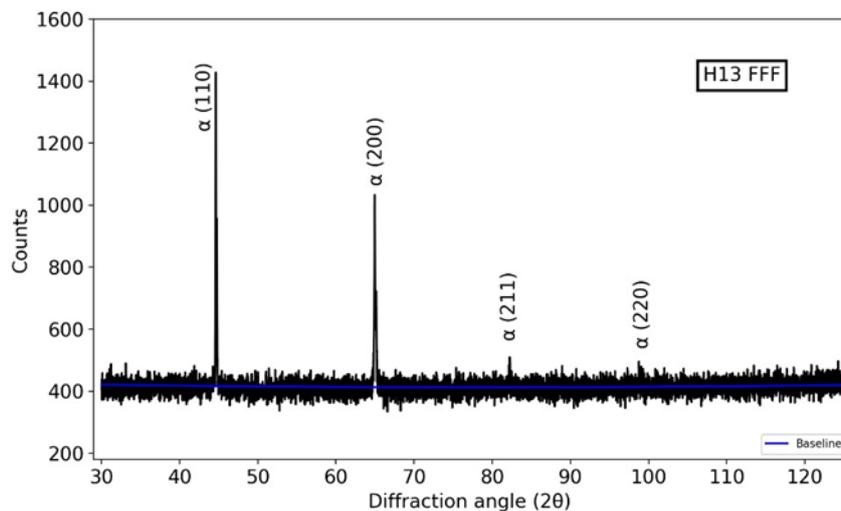


Figura 64. Espectros XRD de una muestra H13 sinterizada (plano XY).

Con respecto al análisis XRD, similar al 17-4 PH, solo se observan picos BCC en los espectros H13 XRD (que se muestran en la Figura 64), y tampoco se detectó austenita retenida. El primer pico (110) a 44.63° tiene la intensidad más vigorosa. Sin embargo, el segundo pico (200) a 64.97° también tiene una intensidad notoria en comparación con el patrón de difracción H13 estándar [44]. Esto sugiere que la textura puede estar presente en la dirección (200), pero se requiere un análisis EBSD adicional para confirmarlo. Los otros dos picos (211) a 82.22° y (220) a 98.75° tienen una intensidad mínima, y el último pico (310) es difícil de distinguir del ruido de fondo. El valor de dureza de la muestra de H13 sinterizada fue significativamente más bajo que el valor

esperado proporcionado por la hoja de datos [45], lo que generó inquietudes sobre las fases ferríticas en las muestras sinterizadas.

Comparación (Markforged vs Nanoe Filament) y resumen de la caracterización

La Tabla 24 y la Tabla 25 muestran los valores de densidad y dureza obtenidos para H13 y 17-4PH después de diferentes temperaturas de sinterización y tratamientos HIP. En todos los casos, la densidad y la dureza aumentaron después del tratamiento con HIP a 1150 °C y 150 MPa.

Tabla 24. Valores de densidad y dureza para el acero H13.

FFF Technology	Heat treatment	Density (%DT)	Hardness (HV1)	Hardness (HRC (conversion))
Markforged	As received (sintered with Markforged conditions)	92	169	6
	HIP 1150 °C/1h	96	645	58
Lynxter + Nanoe filament	HT 1400 °C / 2h	85	725	62
	HT 1350 °C / 2h	81	510	50
	HT 1400 °C / 2h + HIP 1150 °C/1h	97	817	65
	HT 1350 °C / 2h + HIP 1150 °C/1h	93	701	61

Se utilizaron dos temperaturas de sinterización (1350 y 1400 °C) para densificar la aleación H13 fabricada con el filamento de Nanoe. La sinterización a 1400 °C generó una mayor densificación y una microestructura diferente, con presencia de canales de líquido, como se muestra en la Figura 58. Los canales de líquido aparecen porque la temperatura es cercana a la fase líquida supersolidus [46]. Además, las muestras sinterizadas a mayor temperatura presentan mayor dureza debido a la formación en el interior de los granos de una estructura laminar.

Tabla 25. Valores de densidad y dureza para el acero 17-4PH.

Technology	Heat treatment	Density (%DT)	Hardness (HV1)	Hardness (HRC (conversion))
Markforged	As received	94	368	38
	HIP 1150 °C/1h	98	392	41

El tratamiento HIP es capaz de cerrar la mayor parte de la porosidad (solo la porosidad abierta en el contorno no pudo cerrarse) y, por lo tanto, la densidad de las muestras aumentó (Figura 65, Figura 66 y Figura 67).

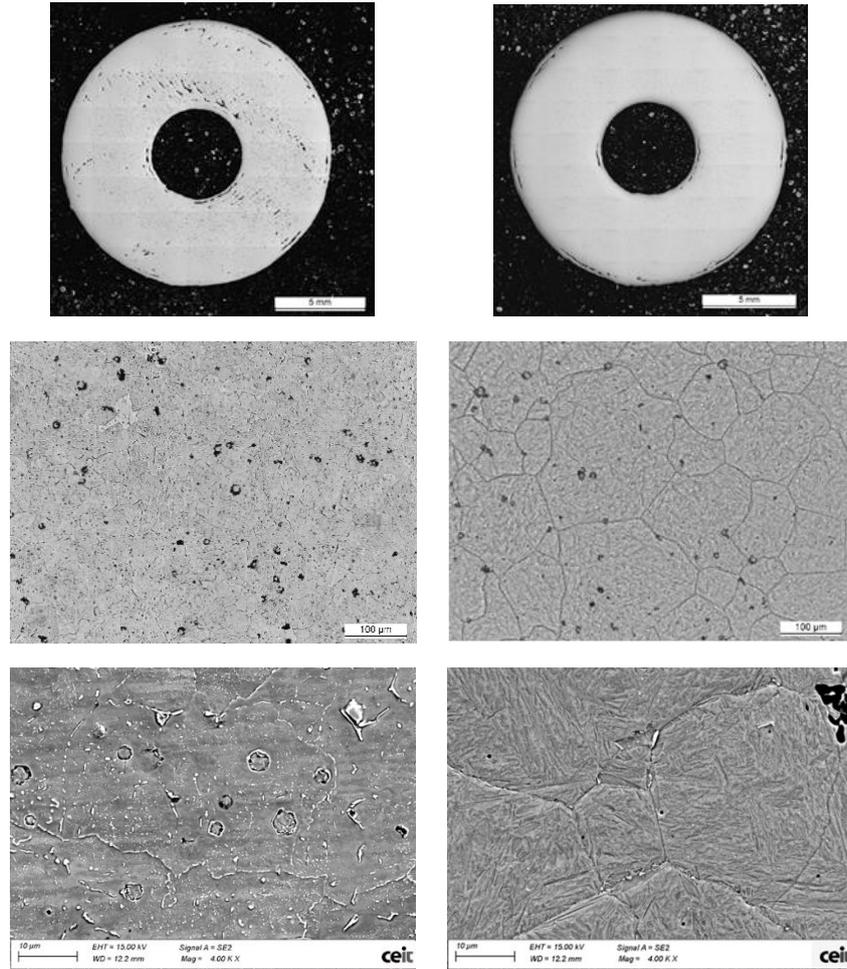
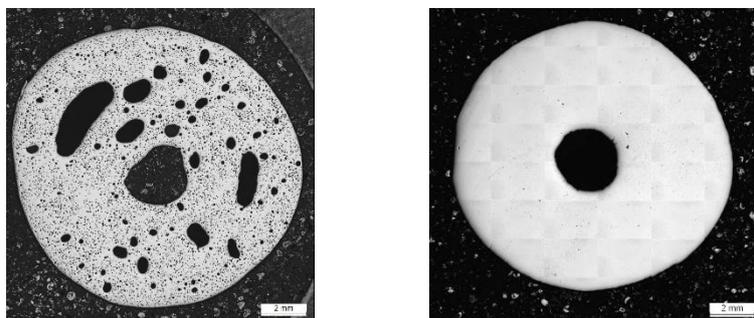


Figura 65. Imágenes ópticas y FEG-SEM de Markforged H13 tal como se fabrica (izquierda) y después de HIP (derecha).

Además, después de HIP la microestructura cambia formando una estructura laminar en el acero H13 lo que conduce a un aumento significativo de la dureza (Figura 66 y Figura 67).



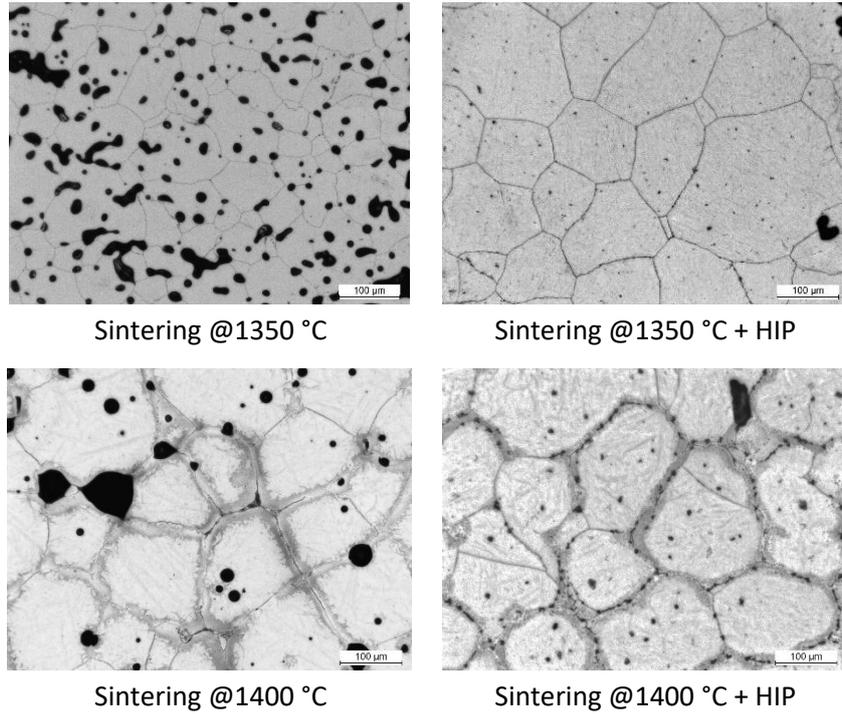


Figura 66. Imágenes ópticas de H13 FFF-Nanoe después de la sinterización (izquierda) y después de HIP (derecha).

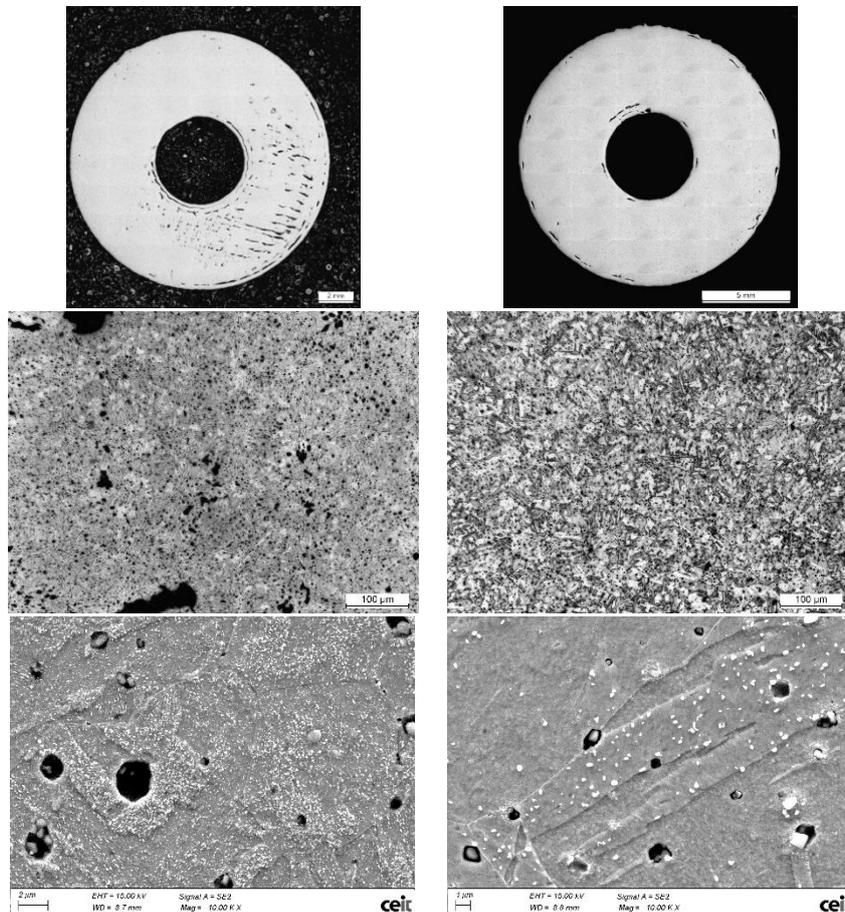


Figura 67. Imágenes ópticas y FEG-SEM de Markforged 17-4PH fabricado (izquierda) y después de HIP (derecha).

Las microestructuras presentan menor cantidad de precipitado después de los tratamientos con HIP en ambos materiales. Esto podría estar relacionado con la mayor velocidad de enfriamiento utilizada en el ciclo HIP en comparación con la baja velocidad de enfriamiento del tratamiento de sinterización. La Figura 68 y la Figura 69 muestran los análisis EDS de las diferentes aleaciones después de la sinterización y después del tratamiento con HIP. Por un lado, el acero H13 presentó precipitados de borde de grano enriquecidos en V, Mo, Cr y Mn. Por otro lado, el 17-4PH tenía precipitados de Cu a lo largo de la microestructura y precipitados de Cr o Nb en el límite de grano.

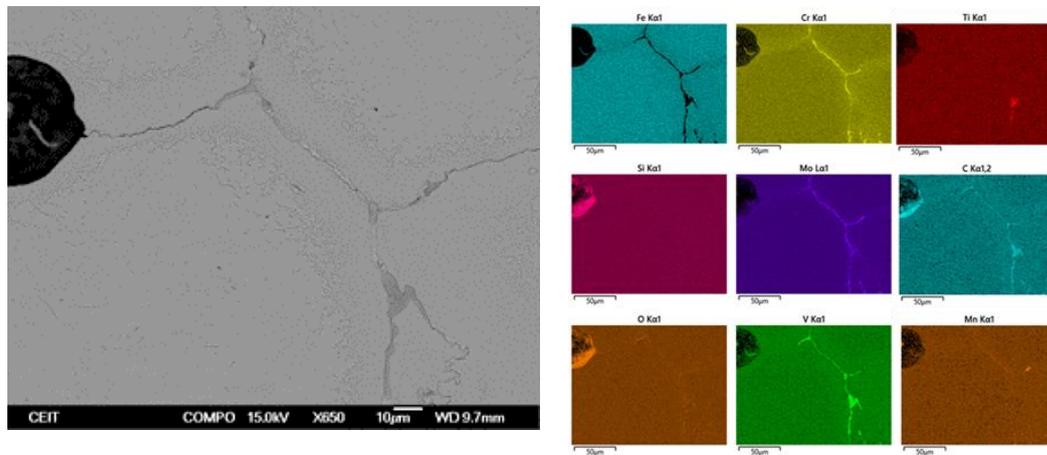


Figura 68. Análisis EDS de H13 FFF después del tratamiento de sinterización.

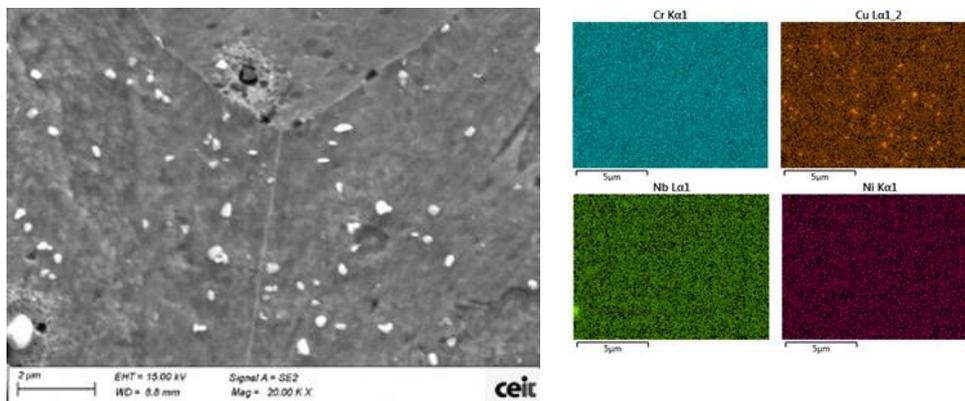


Figura 69. Análisis EDS de 17-4PH después del tratamiento con HIP.

Caracterización mecánica

Métodos

El ensayo de macrodureza se realizó utilizando el método Vickers con una carga de 1 Kg (HV1) y cinco Kg (HV5) en un durómetro Zwick/Roell ZHV2.5 de conformidad con la norma ISO 6507-1 y al menos se realizaron cinco indentaciones en la sección central de la muestra. Los resultados de las macrodurezas pueden verse afectados por la porosidad de las muestras FFF, por lo que también se realizaron pruebas de microdureza utilizando un equipo Zwick/Roell Durascan 70

con una carga de 100 g (HV0.1) para obtener una comprensión más detallada de la dureza de la muestra. Los perfiles de microdureza elegidos se pueden ver en la Figura 70 como líneas discontinuas. En cada perfil se realizaron 100 muescas con una distancia de 77 μm entre ellas en la muestra 17-4 PH y de 87 μm entre ellas en la muestra H13. Esto significa que las muescas se hicieron más juntas en la muestra 17-4 PH que en las de H13, lo que probablemente se deba a la diferencia en la dureza de los dos materiales y la distancia entre las dos muescas se fijó más de tres veces el valor de la diagonal de las indentaciones. Se utilizó el software TestXpert proporcionado por Zwick/Roell para las mediciones de dureza. De nuevo, se utilizó el durómetro Zwick/Roell ZHV2.5 para determinar la dureza Vickers de muestras tratadas térmicamente en el plano XY, con una carga de un Kg (HV1) de conformidad con la norma ISO 6507-1. Se hicieron veinticinco muescas en la parte central de cada muestra en el plano XY, y la distancia entre cada muesca fue de 300 μm .

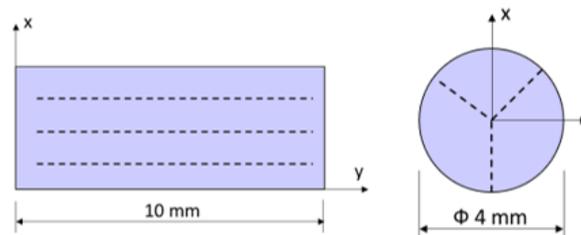


Figura 70. Esquema del ensayo de microdurezas.

Resultados

Piezas fabricadas con Markforged

Los resultados del ensayo de macrodureza en 17-4 PH sinterizado mostraron valores de dureza más altos en el plano XZ (valor promedio 331 ± 12 HV1) que en el plano XY (valor promedio 318 ± 4 HV1). Sin embargo, los valores de HV5 en la muestra de 17-4 PH presentaron una tendencia opuesta, siendo el peso promedio mayor en el plano XY (324 ± 4 HV5) que en el plano XZ (306 ± 30 HV5). Las muestras H13 tenían valores de dureza promedio de 164 ± 3 HV5 en la superficie XY y 163 ± 1 HV5 en la superficie XZ. En general, los resultados no proporcionaron una conclusión clara sobre la anisotropía mecánica causada por el proceso de fabricación. Por lo tanto, se necesitaba una verificación adicional a través de pruebas y análisis de microdureza para confirmar esta observación. Sin embargo, vale la pena señalar que los valores de macrodureza para las muestras de 17-4 PH y H13 fueron consistentes en los planos XY y XZ, lo que indica un menor grado de anisotropía en esta muestra.

Los resultados de microdureza de las muestras de 17-4 PH se ilustran en la Figura 63. Como se esperaba, los valores de dureza Vickers HV0.1 en las superficies XY y XZ mostraron una dureza homogénea en toda la muestra (valor promedio de 348 ± 17 HV0.1 en la cara XY y 344 ± 13 HV0.1 en la cara XZ) excepto algunas muescas que pueden haber presentado poros. La diferencia entre los valores de dureza en cada superficie es insignificante, lo que indica que las muestras de 17-4 PH sinterizadas tienen un grado muy bajo de anisotropía o una dureza casi isotrópica, aunque se observó una ligera anisotropía en la porosidad. La macrodureza se suele utilizar para

evaluar la resistencia general al desgaste del material. Por el contrario, la microdureza se utiliza para evaluar la dureza de regiones o fases microestructurales específicas o para examinar los gradientes de propiedades a nivel de mesoescala.

La Figura 71 muestra las variaciones de microdureza en la dirección de construcción (plano XY) y la dirección radial (plano XZ) de la muestra H13 FFF sinterizada. Los resultados indican que la microdureza de la muestra es constante y se distribuye uniformemente tanto en la dirección de construcción (plano XY) como en la dirección radial (plano XZ), con valores promedio similares de 177 HV0.1 y 176 HV0.1 respectivamente, y relativamente pequeñas desviaciones estándar de 11 y 12 respectivamente. Los resultados proporcionados en la literatura [37] para componentes de acero 17-4 PH sinterizados muestran un valor de 34 HRC, aproximadamente equivalente a 320 HV, y un valor de dureza para componentes de acero H13 sinterizados de 37 HRC, que es casi igual a 351 HV. Los autores involucrados han presentado el valor como un promedio y, por lo tanto, debe haber más información disponible sobre las variaciones del valor en diferentes direcciones. El valor de referencia proporcionado por el proveedor es 30 HRC (~285 HV) para 17-4 PH sinterizado [47] y 40 HRC (~388 HV) para H13 sinterizado [45]. Es evidente que tanto los valores de macro como de microdureza de las muestras de acero H13 sinterizado son significativamente más bajos que los datos de referencia [37] y el valor del proveedor [45]. Esta discrepancia podría atribuirse a varios factores, como las condiciones de sinterización, la composición del polvo utilizado o la velocidad de enfriamiento de la muestra. Por otro lado, los valores de macro y microdureza de las muestras de 17-4 PH son superiores al valor del proveedor [45] en ambos planos y superiores a los datos de referencia [37] en el plano XY. Dado que los diagramas CCT de 17-4 PH [48] y H13 [49] convencionales indican que la dureza del 17-4 PH se ve menos afectada por la velocidad de enfriamiento que la del H13, es probable que la discrepancia en los resultados se deba a un proceso de sinterización inadecuado, en lugar de la velocidad de enfriamiento.

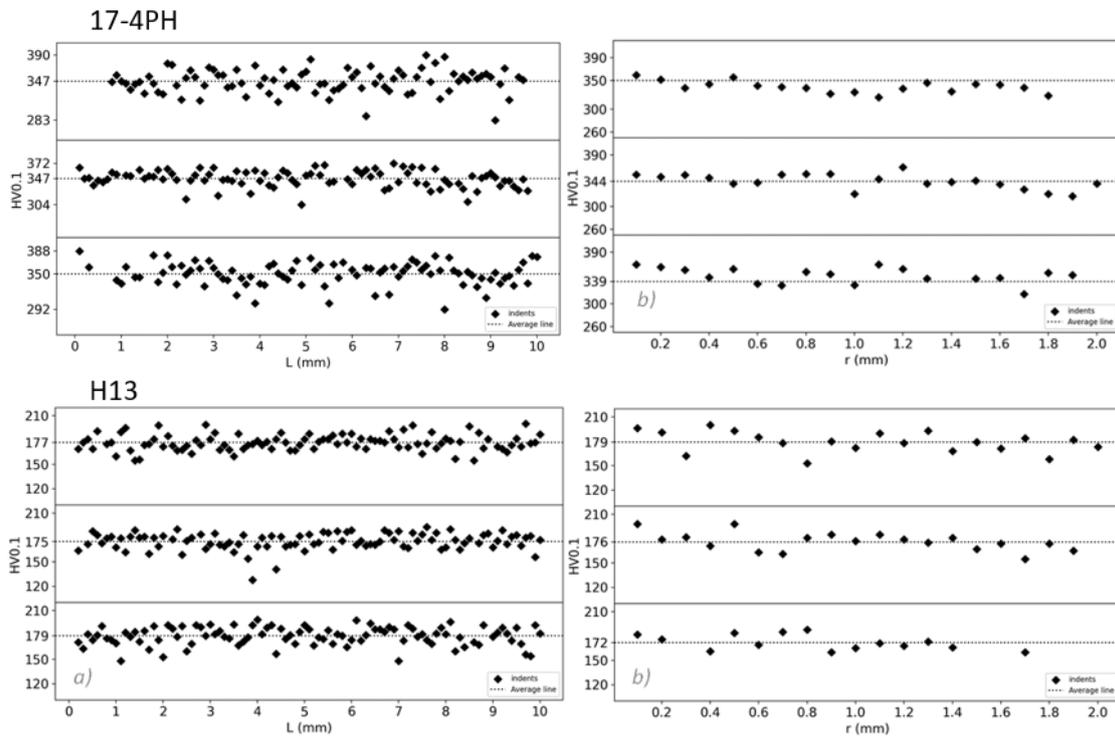


Figura 71. Perfiles de microdureza de especímenes de 17-4 PH (arriba) y H13 (abajo) sinterizados en (a) superficie XY y (b) superficie XZ.

Piezas fabricadas con el filamento de Nanoe

Los resultados de dureza Vickers (1Kg) para muestras H13 fabricadas con filamento Nanoe se resumen en la siguiente tabla:

Thermal cycle	HV10
Sinter at 1400 °C	725 ± 52
Sinter at 1350 °C	510 ± 72
Sinter at 1400 °C + HIP	817 ± 14
Sinter at 1350 °C + HIP	-

Las muestras sinterizadas a 1400 °C muestran una mayor dureza que las muestras sinterizadas a 1350 °C. Esto podría estar relacionado con la mayor densidad alcanzada en las muestras (85 % vs 81 % de densidad) y debido al menor número de defectos microestructurales en las muestras sinterizadas a 1400 °C. Después de HIPping, la mayoría de los poros se cerraron, la densidad aumentó hasta un 97 % y el grano creció. La dureza de las muestras de HIP aumentó a pesar del crecimiento del grano, pero esto estuvo relacionado con la formación de la estructura laminar debido a la rápida velocidad de enfriamiento dentro de la muestra de HIP.

Estudio de tratamiento térmico

Métodos

Para estudiar las transformaciones de fase, se utilizaron muestras cilíndricas de superficie paralela con un diámetro de $4 \pm 0,1$ mm y una longitud de 10 ± 0.3 mm. Estas muestras se colocaron en un dilatómetro de enfriamiento rápido DIL L78 Q de Linseis. Antes de la medición, la atmósfera del horno se llevó dos veces al vacío hasta 2×10^{-2} mbar y luego se llenó con argón. Las dilataciones de las muestras se midieron con varillas de empuje de Alúmina (Al_2O_3) y Cuarzo al vacío o en atmósfera de Argón (Ar), la temperatura se controló con un termopar tipo K soldado por puntos a la superficie de la muestra. La temperatura de la solución para muestras de 17-4 PH se decidió a partir de la literatura y el análisis DTA. Se fijó a 1100 °C y el tiempo de espera fue de 30 min, según investigaciones previas de Rowolt et al. [48], y para las muestras H13, se fijó en 1040 °C y el tiempo de espera se fijó en 30 min, según una investigación realizada por Deirmina et al. [50]. Las transformaciones de fase se analizaron mediante calentamiento continuo a 10 K/min (o 0.167 K/s) y enfriamiento a diferentes velocidades. Para detectar temperaturas de transformación de fase o eventos de precipitación, los datos de dilatometría se diferenciaron según la temperatura como se recomienda en [50]. El software Linseis Evolution creó diagramas de transformación de enfriamiento continuo (CCT) para ambas aleaciones. Las temperaturas de transformación también se determinaron usando Análisis Térmico Diferencial (DTA) con un instrumento Setsys Evolution. Se utilizó un crisol de alúmina de 4 mm de diámetro, y se cargó con diferentes especímenes cortados de las muestras cilíndricas, teniendo de 40 a 70 mg. Se estudiaron las transformaciones de 20 a 1100 °C (en muestras de 17-4 PH) y de 20 a 1040 °C (en muestras de H13) mediante calentamiento y enfriamiento continuo a diferentes velocidades bajo un flujo de 40 ml/min de argón para evitar la oxidación. La línea base se obtuvo realizando un segundo escaneo en condiciones similares, pero sin una muestra. Restando las señales, se puede identificar cualquier transformación de fase o fenómeno de precipitación durante el calentamiento, así como cualquier transformación martensítica durante el enfriamiento.

Resultados

Piezas fabricadas con Markforged

Análisis de curvas

Los resultados de dilatometría en el acero 17-4PH se muestran en la Figura 72, que muestra la deformación por dilatación (curva negra) y la deformación derivada (curva roja) a medida que el acero se calienta desde temperatura ambiente hasta 1100 °C. El primer pico de contracción se puede observar alrededor de los 500 °C, asociado con una precipitación de Cu en un estudio recientemente realizado [48]. La transformación austenítica (de α' -martensita a γ -austenita) provoca una reducción significativa del volumen a medida que se calienta el acero. La temperatura a la que comienza esta transformación austenítica (Ac_1) es de aproximadamente 678 °C, pero no está claro determinar con precisión el final de esta transformación (Ac_3). Ac_3 suele ser el punto en el que la tensión de dilatación vuelve a ser casi lineal, que en este caso es

de aproximadamente 728 °C. Sin embargo, todavía se observa un pequeño pico de contracción no lineal alrededor de los 980 °C, que fue relacionado con el final de la formación de austenita por Christien et al. en [51], quienes observaron la presencia de fase martensita a 930 °C en el patrón de difracción de neutrones in situ del acero 17-4 PH, lo que indica una austenización incompleta.

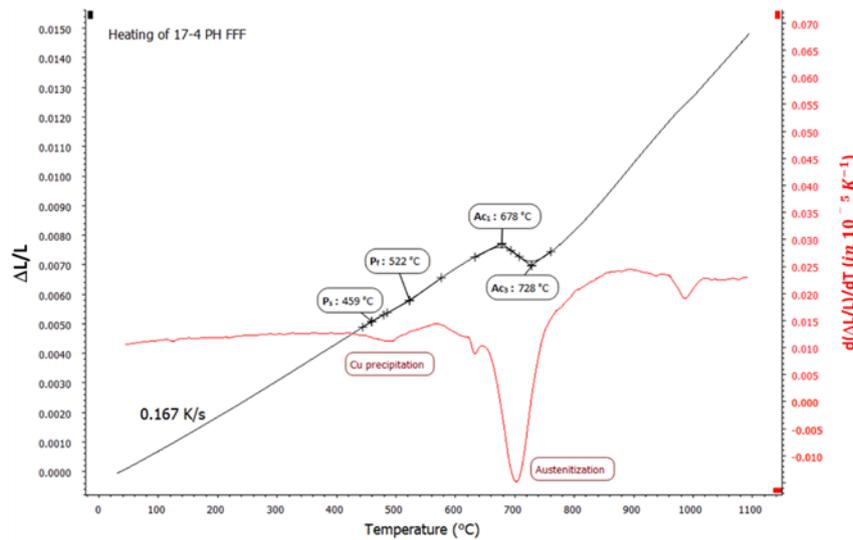


Figura 72. Curvas de tensión de dilatación y tensión derivada mientras se calientan muestras sinterizadas de 17-4 PH FFF.

Rowolt y otros autores involucrados [48] llevaron a cabo el calentamiento gradual de muestras convencionales de 17-4 PH hasta diferentes temperaturas de recocido en solución que oscilan entre 700 y 1100 °C. La ausencia de un pico de precipitación de Cu en el recalentamiento de la curva DSC se observó cuando la muestra se calentó a una temperatura de 800 °C, relacionando el fenómeno con la falta de disolución. Por el contrario, el calentamiento y el área máxima del pico de precipitación se observaron cuando la muestra se calentó a una temperatura de 1000 °C.

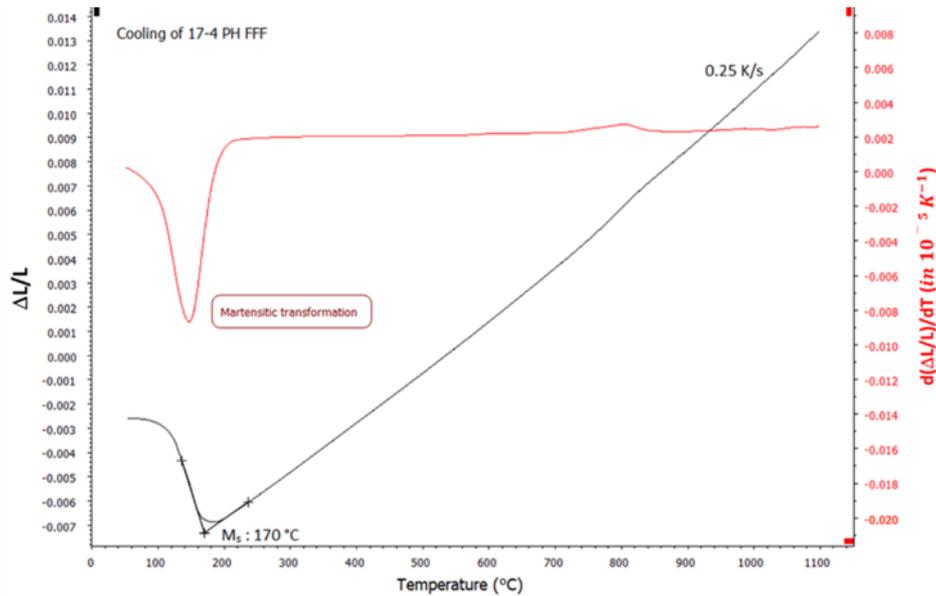


Figura 73. Curvas de tensión de dilatación y tensión derivada mientras se enfrían muestras sinterizadas de 17-4 PH FFF

Por lo tanto, el pico de contracción alrededor de 980°C en la curva de deformación por dilatación se atribuyó a la disolución final de la fase rica en Cu. En [52], Kapoor y Batra también asignaron este pico al segundo paso de austenización mientras realizaban un análisis de dilatometría de aceros martensíticos M350 y PH 13-8 Mo, pero estaba ausente en el caso del acero inoxidable 17-4 PH. Por lo tanto, la identificación de este pico sigue siendo controvertida.

La Figura 73 ilustra la deformación por dilatación que se produce desde los 1100 °C hasta la temperatura ambiente durante el proceso de enfriamiento. La expansión de volumen provocada por la transformación martensítica es evidente. La temperatura de "inicio de martensita", o Ms, se puede determinar con el método de la tangente a 170 °C. El método de la tangente determina la temperatura de transformación de fase en las curvas de dilatometría. El método de la tangente se basa en la observación de que la pendiente de la curva de dilatometría cambia a la temperatura de transformación de fase. Se observó un cambio adicional en la pendiente de la curva de deformación por dilatación alrededor de 100 °C, que se cree que es la temperatura de "acabado de martensita" (Mf). Esto supone que la transformación martensítica está a punto de completarse. Sin embargo, la precisión de la temperatura Mf no puede confirmarse en este estudio ya que la curva de dilatación no vuelve a ser lineal.

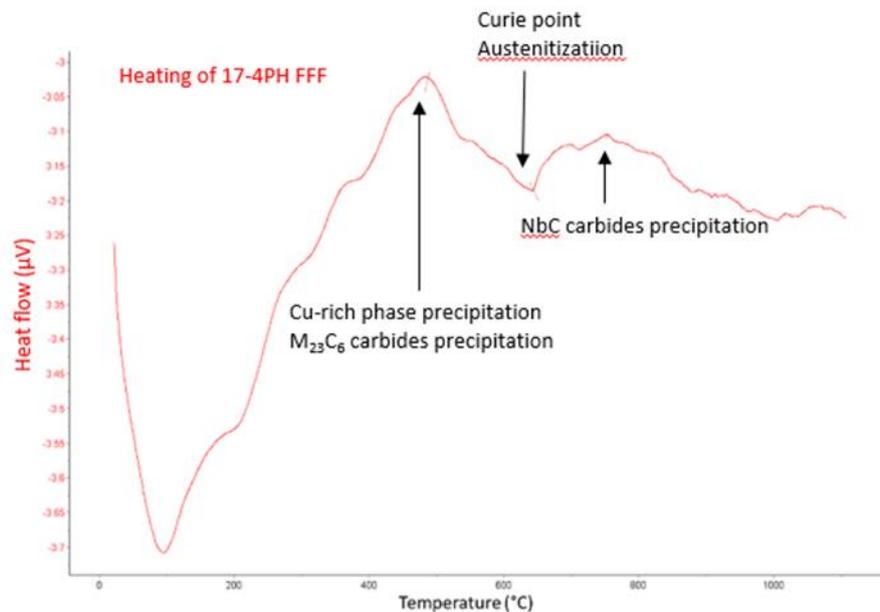


Figura 74. Señal DTA de la muestra 17-4 PH FFF sinterizada mientras se calienta.

La curva DTA mientras se calienta la muestra de 17-4 PH sinterizada se muestra en la Figura 66. El evento exotérmico inicial observado en la muestra de 17-4 PH ocurrió a una temperatura de 484 $^{\circ}\text{C}$. Se cree que este pico es causado por la formación de carburos M_{23}C_6 ricos en Cr y precipitados ricos en Cu, según Lashgari et al. [53]. Es coherente con los resultados obtenidos por el análisis de dilatometría explicado anteriormente. El segundo evento térmico, un pico endotérmico, se encontró alrededor de los 642 $^{\circ}\text{C}$, que se puede atribuir tanto a la transición de Curie (transición ferromagnética \rightarrow paramagnética) como a la austenización. El pico exotérmico final observado alrededor de los 753 $^{\circ}\text{C}$ podría deberse a la precipitación de carburos NbC en la matriz o en los límites de grano [53]. Sin embargo, la temperatura precisa a la que comienza la transformación de ferrita a austenita (Ac_1) fue difícil de determinar debido al ruido en la señal DTA y al fenómeno de múltiples en un rango de temperatura pequeño.

Se realizó un análisis térmico similar en la muestra H13. La curva de dilatometría del H13 sinterizado muestra un patrón lineal de expansión durante el calentamiento de la muestra hasta 700 $^{\circ}\text{C}$, lo que se alinea con la expansión térmica esperada. La derivada apoya esta tendencia. Se observa una contracción entre 700 y 750 $^{\circ}\text{C}$ que podría estar relacionada con la transición de Curie, seguida de otra contracción entre 845 $^{\circ}\text{C}$ (Ac_1) y 887 $^{\circ}\text{C}$ (Ac_3), que se debe a la transformación de ferrita a austenita (α \rightarrow γ). Como ya se mostró, las transformaciones de fase de 17-4 PH se midieron por el método tangente durante el enfriamiento.

Aplicación en diagramas CCT

Las curvas de dilatometría se registraron y analizaron para varias velocidades de enfriamiento. Independientemente de la velocidad de enfriamiento, las muestras de 17-4 PH revelaron la microestructura martensítica, como se ilustra en la Figura 75. Una velocidad de enfriamiento

más rápida (35 K/s) conduce a una microestructura más homogénea debido al tiempo reducido de precipitación.

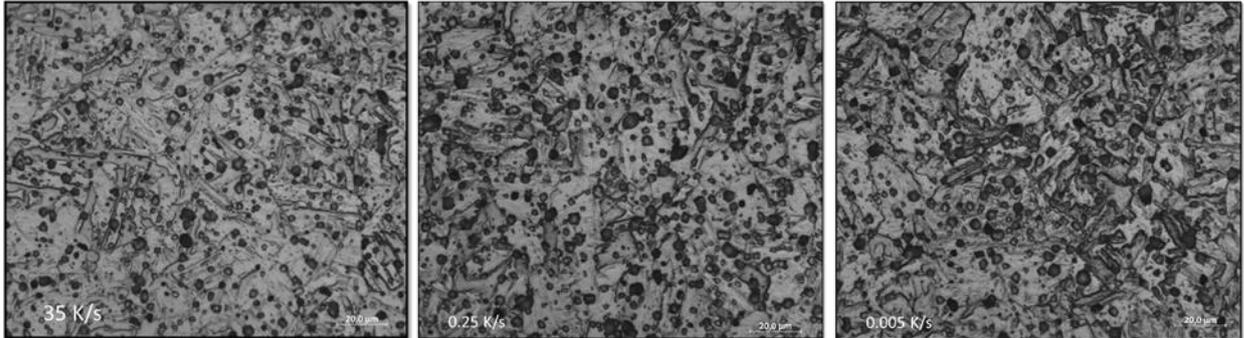


Figura 75. Microestructura de muestras de 17-4 PH tras temple a diferentes velocidades de enfriamiento 35 K/s, 0,25 K/s y 0,005 K/s.

En contraste, el efecto de la velocidad de enfriamiento en H13 es significativo, como se evidencia en la Figura 76. Solo se observa la temperatura de la martensita a altas velocidades de enfriamiento, mientras que, a velocidades de enfriamiento más bajas, las transformaciones bainíticas y perlíticas son visibles. Las tres microestructuras, según la velocidad de enfriamiento observada, se muestran en la Figura 69.

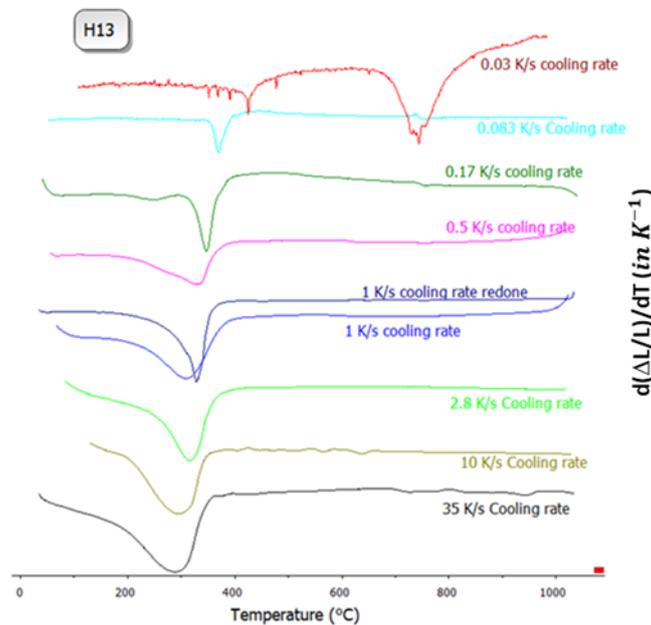


Figura 76. Influencia de la velocidad de enfriamiento en las curvas de deformación derivadas.

Con la velocidad de enfriamiento más rápida de 35 K/s, se formó una microestructura martensítica fina con límites de grano austeníticos. A la velocidad de enfriamiento de 0.5 K/s, se notó la formación de bainita y martensita con sus picos superpuestos a alrededor de 350 °C en la curva derivada. La velocidad de enfriamiento más lenta de 0.03 K/s dio como resultado la formación de una nueva fase perlítica, como se ve en la microestructura de la Figura 77. La

velocidad de enfriamiento tiene un impacto en la dureza del acero. Las velocidades de enfriamiento más rápidas conducen a una mayor dureza debido a la martensita. Las muestras que contienen bainita tienen una dureza menor que la martensita, pero una dureza mayor que las muestras que contienen perlita.

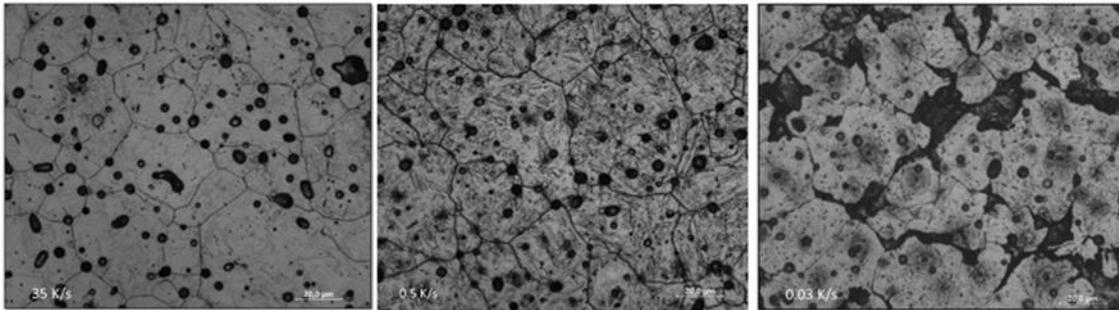


Figura 77. Microestructura de muestras de H13 tras temple a diferentes velocidades de enfriamiento 35 K/s, 0,5 K/s y 0,03 K/s.

La relación establecida entre los valores promedio de dureza (HV1) y las tasas de enfriamiento en las muestras de 17-4 PH y H13 se representan en la Figura 70. La evolución de la dureza para 17-4 PH puede explicarse por la precipitación de Cu [48]. Esta información de la microestructura y los valores de dureza de las muestras templadas se incorporan luego al diagrama de transformación por enfriamiento continuo de ambas láminas de acero que se muestran en la Figura 79. Estos diagramas CCT son consistentes con la literatura correspondiente a los materiales convencionales. Por lo tanto, el proceso FFF tiene un efecto débil sobre la microestructura y la transformación de fase, y el tratamiento térmico estándar se adapta a esos materiales.

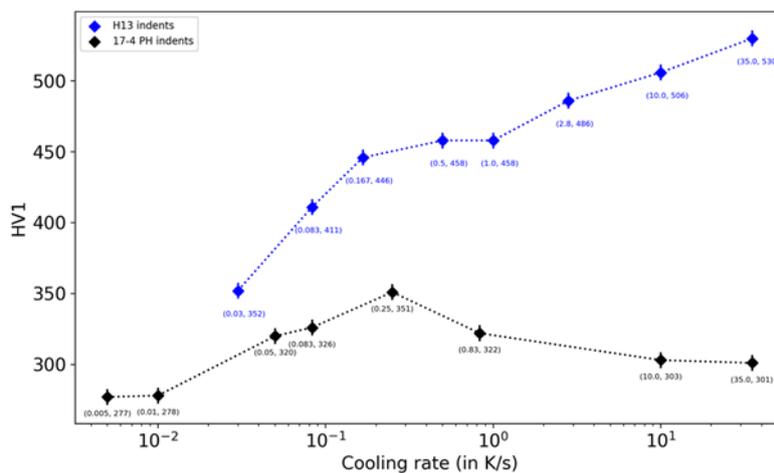


Figura 78. Datos de dureza vs velocidad de enfriamiento para ambos aceros.

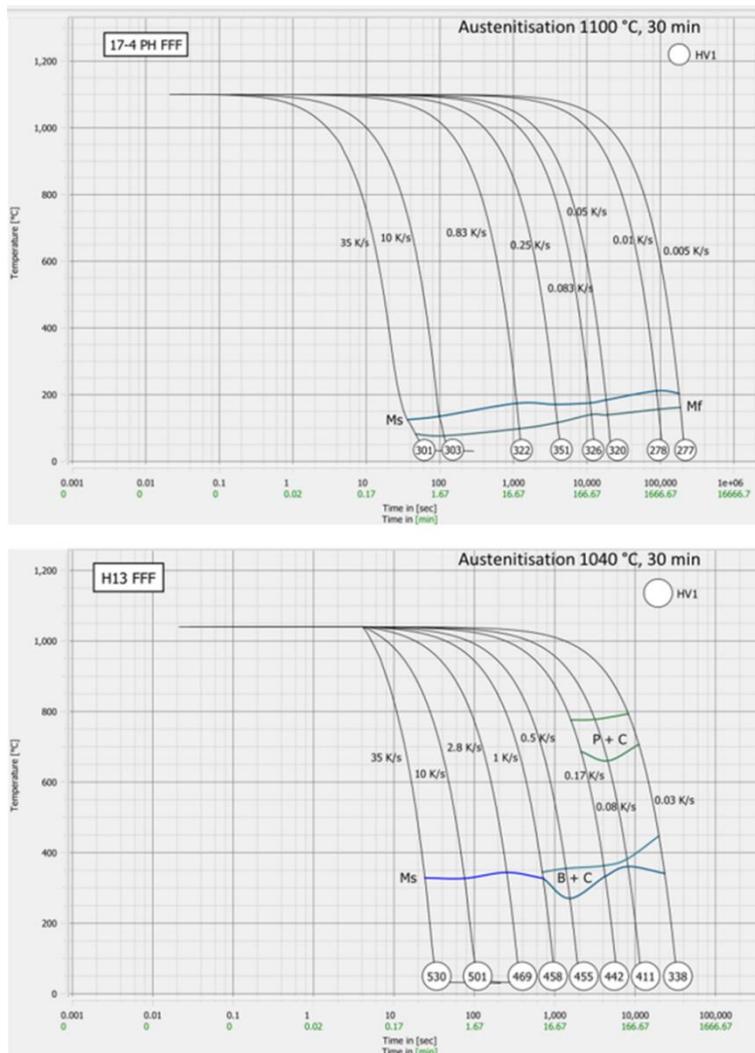


Figura 79. Diagrama de Transformación de Enfriamiento Continuo de 17-4 PH y H13 FFF.

- Propiedades mecánicas en las piezas sinterizadas y tras HIP fabricadas con Markforged Metal X.

Tabla 26. Propiedades mecánicas obtenidas a partir del ensayo de tracción para cada material.

Material	R _{p0.2} (Mpa)		R _m (Mpa)		A200 (%)	
	Average	Dev. St.	Average	Dev. St.	Average	Dev. St.
H13	263	10,2	583	10,7	16,4	0,7
H13 HIP	1439	13,9	1896	98,4	2,4	1
17.4-PH	707	7,6	1065	9,1	4,8	0,1

Análisis NDT

Todas las muestras se midieron usando los siguientes parámetros:

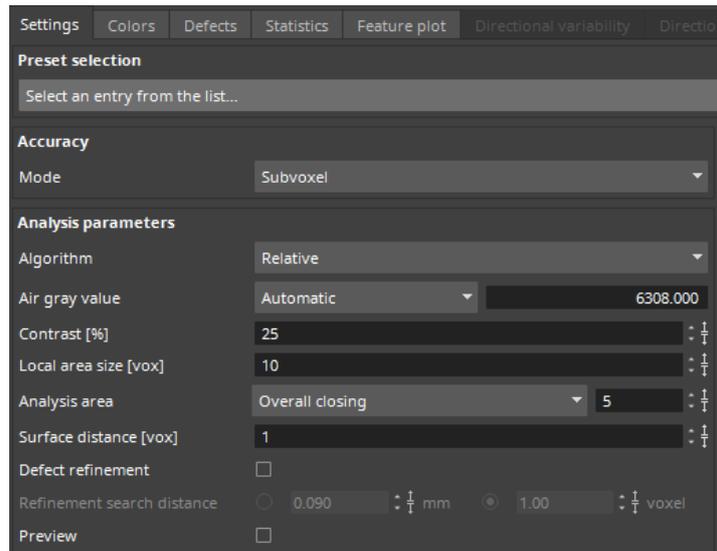


Figura 80. Parámetros utilizados para los análisis NDT.

Results:

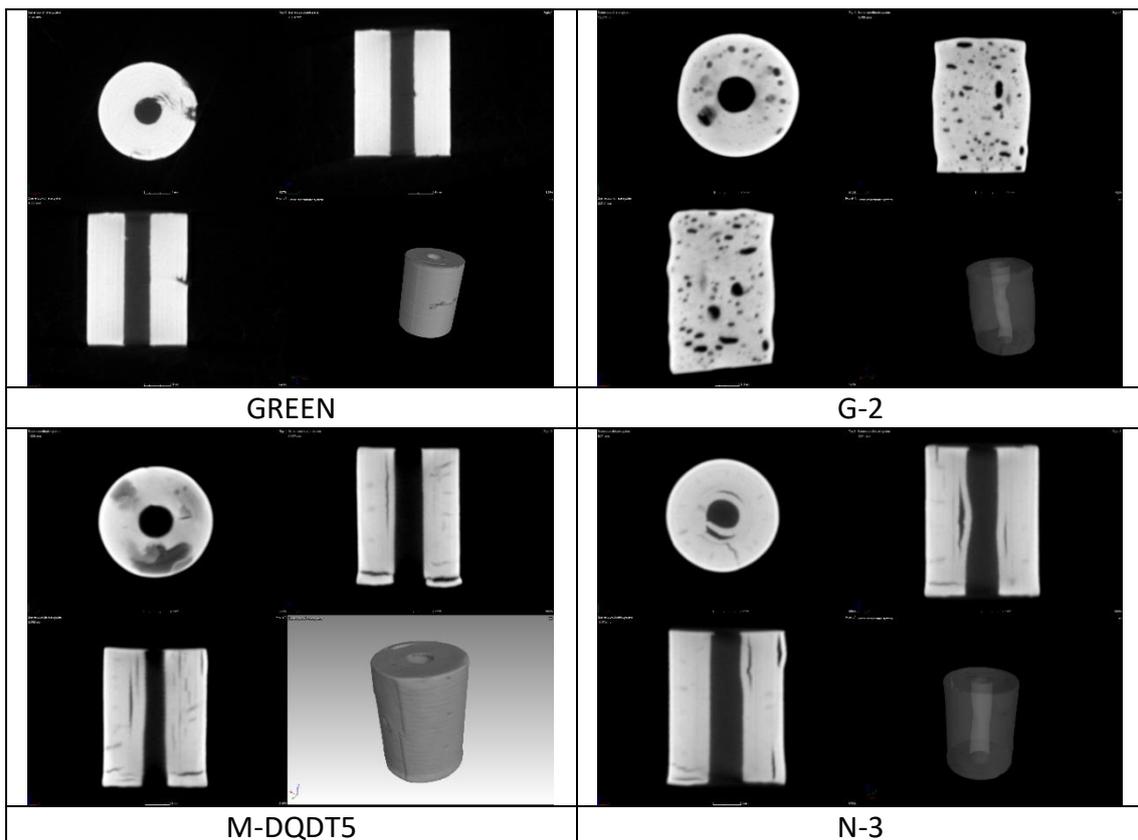


Figura 81. H13 Nanoe

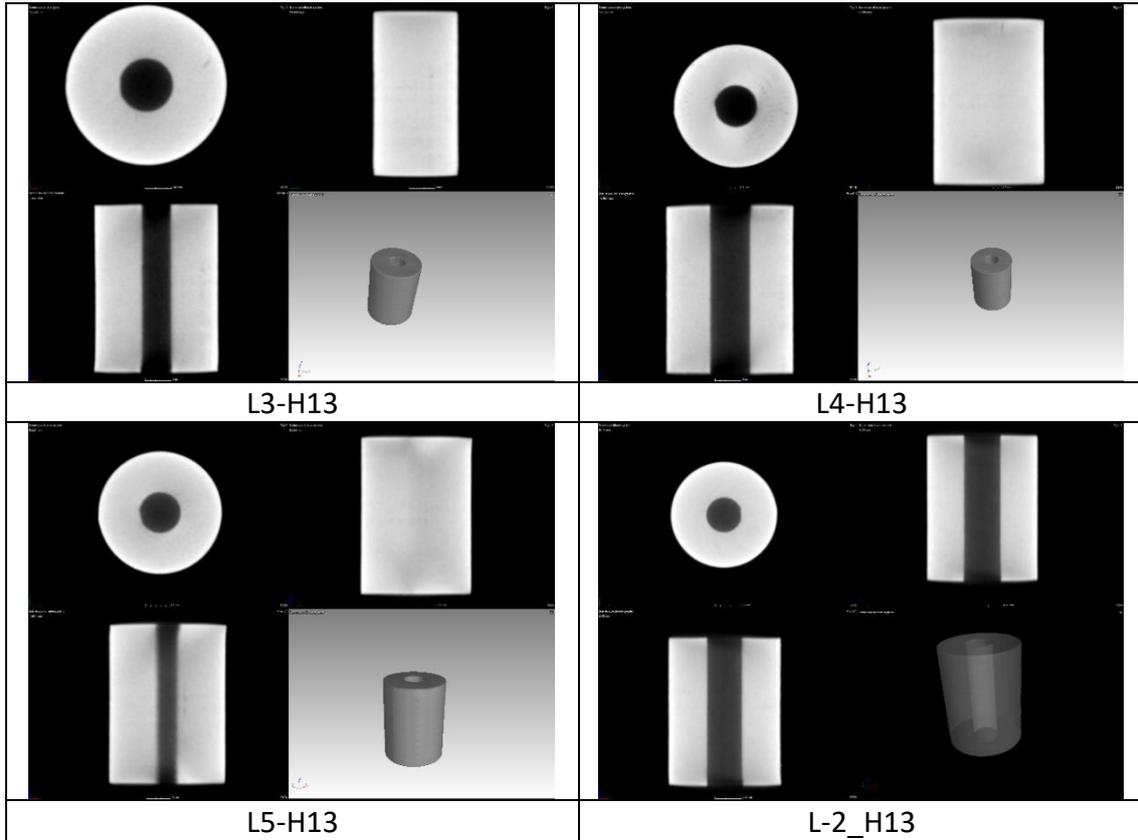


Figura 82. Markforged H13

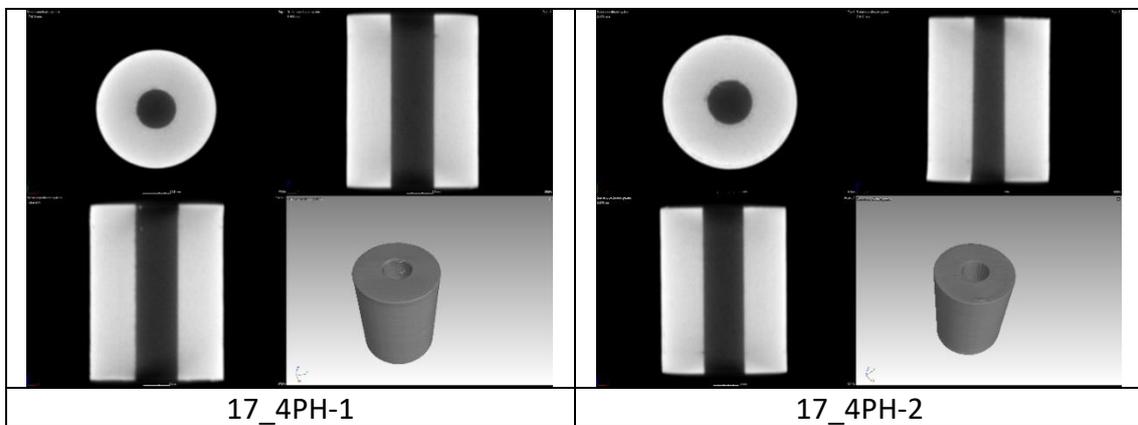
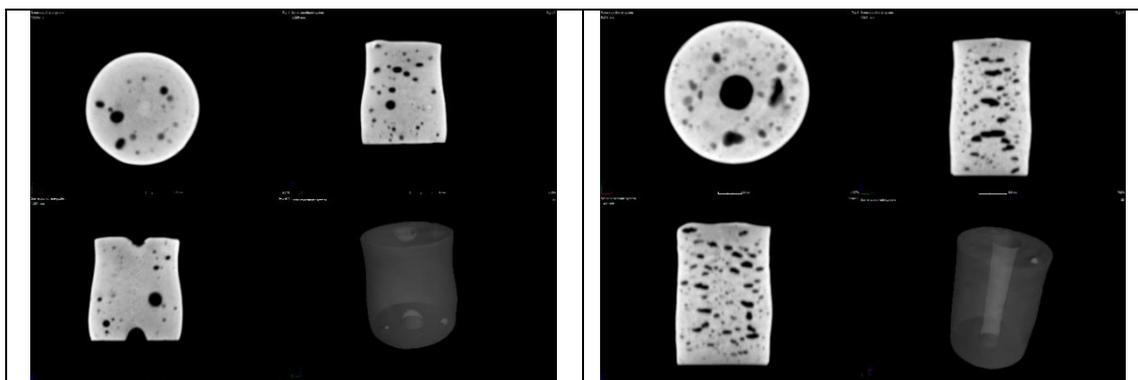


Figura 83. HIPped Markforged 17-4PH



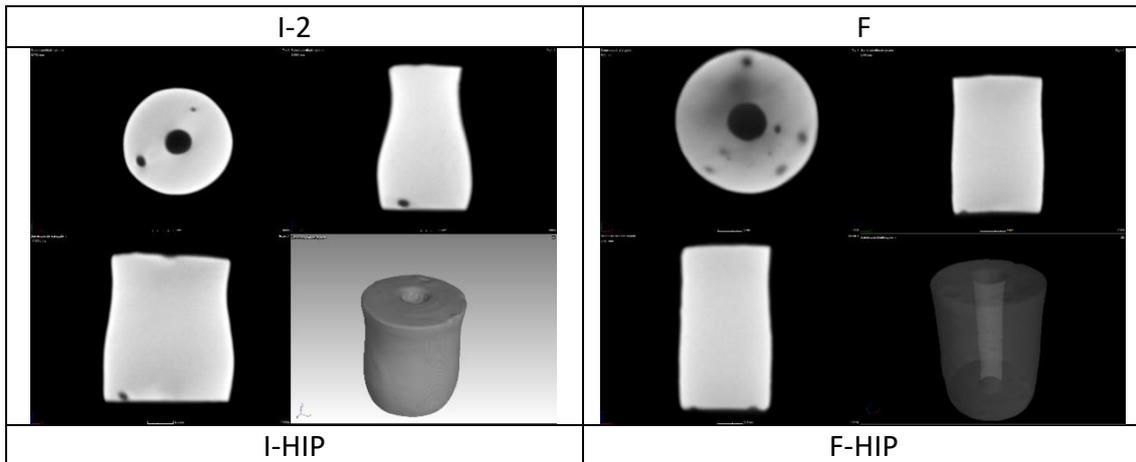


Figura 84. H13 HIP Nanoe

Conclusión y perspectivas

De este estudio se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Los niveles de porosidad en el estudio fueron comparables a los valores pronosticados proporcionados por las especificaciones del proveedor y las referencias bibliográficas. Ambas muestras de acero mostraron una ligera anisotropía de porosidad, con mayor porosidad y poros más grandes en H13 pero menos anisotropía en comparación con 17-4 PH.
- El filamento tenía una relación metal-polímero inusual de 40-60 % en lugar del 60-40 % recomendado. Se podría considerar una técnica de calcinación de matriz más adecuada para confirmar este resultado. A pesar de esta desviación, la porosidad fue comparable a los valores informados en la literatura, lo que indica que la menor relación metal-polímero no tuvo un impacto negativo en la condición del material.
- A pesar de la ligera anisotropía en la porosidad, la dureza fue mínima a lo largo de la dirección de construcción y perpendicular a ella. La microestructura observada estaba más cerca de las aleaciones forjadas que de las aleaciones procesadas a través de L-PBF, lo que sugiere que las propiedades mecánicas pueden ser comparables a las aleaciones fabricadas convencionalmente en lugar de las producidas a través de otros procesos de fabricación aditiva que implican la fusión.
- Los diagramas CCT del estudio coinciden con los encontrados en la literatura para materiales convencionales, lo que sugiere que el proceso FFF tiene un impacto limitado. Cabe mencionar que los valores de dureza son ligeramente inferiores, lo que podría deberse a la salud del material. El H13 tal como se recibió mostró una dureza baja, pero puede aumentar en un factor de 3 después del enfriamiento rápido.

Las perspectivas críticas de este trabajo podrían ser:

- Determinar las propiedades mecánicas de los materiales recibidos y tratados térmicamente, centrándose en realizar más pruebas de tracción para confirmar la ausencia de anisotropía en las propiedades mecánicas.
- Estudiar el proceso de envejecimiento del 17-4 PH, al tratarse de un acero de temple por precipitación.

Piloto PT2-VIDRIMOLDE

Caracterización del material de partida

Las propiedades físicas, elementos intersticiales y composición teórica del polvo de acero inoxidable CX con granulometría entre +20-60 μm se recogen a continuación (Tabla 27 y Tabla 28).

Tabla 27. Propiedades físicas del polvo de acero inoxidable CX.

Flow rate (s/50g)	Apparent density (g/cm ³)	Tap density (g/cm ³)	Pycnometer density (g/cm ³)
0.326	3.619	4.347	7.550

Tabla 28. Elementos intersticiales del polvo de acero inoxidable CX.

O (%)	N (%)	C (%)	S (%)
0.0261	0.0075	0.0113	0.0030

Tabla 29. Composición teórica del polvo de acero inoxidable CX.

Elements (%wt.)	C	Cr	Ni	Mo	Al	Mn	Si
	0,05	11.00-13.00	8.40-11.00	1.10-1.30	1.20-2.00	0.40	0.40

Por un lado, en la Figura 85, las imágenes de microscopía electrónica (SEM) muestran un típico polvo atomizado por gas con forma generalmente esférica y con la presencia de varios satélites y algún splat.

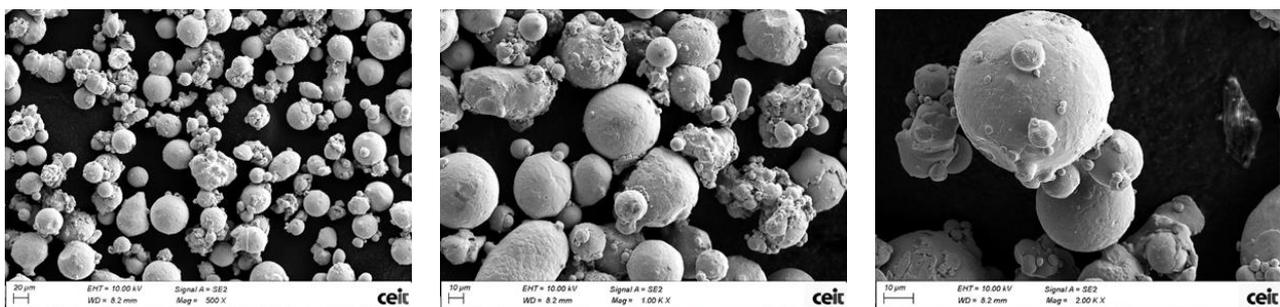


Figura 85. Imágenes FEG-SEM del polvo de acero inoxidable CX.

Por otro lado, se han analizado imágenes de sección transversal de polvo pulido. La Figura 86 muestra que no hay presencia de porosidad interna. Además, los análisis EDS muestran una distribución homogénea de Cr, Ni, Mo, Al y Mn y zonas enriquecidas en Si.

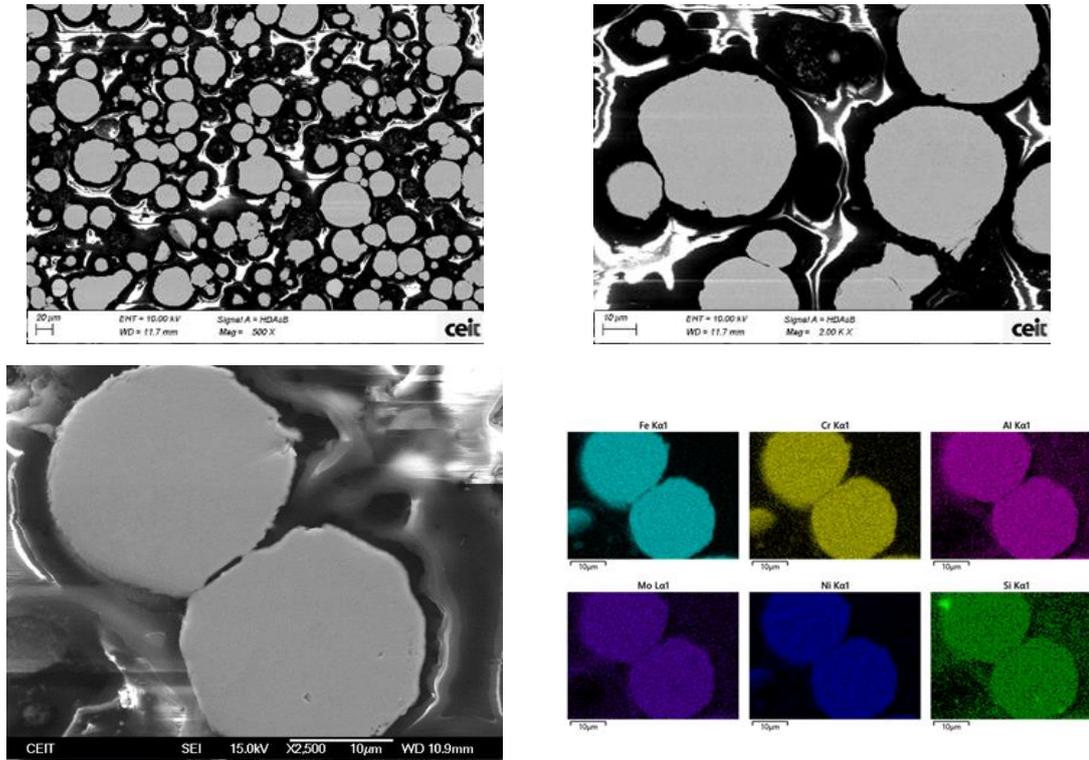


Figura 86. Imágenes FEG-SEM y análisis EDS (abajo) del polvo de acero inoxidable CX.

Finalmente, la distribución del tamaño de partícula y la esfericidad del polvo se han medido utilizando un Sympatec QIPIC/L02 con Rodos y Vibri como módulos de dispersión y los resultados se recopilan en la Tabla 30 y la Figura 87. Se puede afirmar que ambos cumplen con los requisitos para ser depositados por LPBF (esfericidad cercana a uno) con un tamaño de partícula de polvo promedio de 38 μm .

Tabla 30. Distribución del tamaño de partícula y esfericidad del polvo de acero inoxidable CX

Dv(10) (μm)	24.17	S (10)	0.80
Dv(50) (μm)	37.77	S (50)	0.86
Dv(90) (μm)	58.33	S (90)	0.94

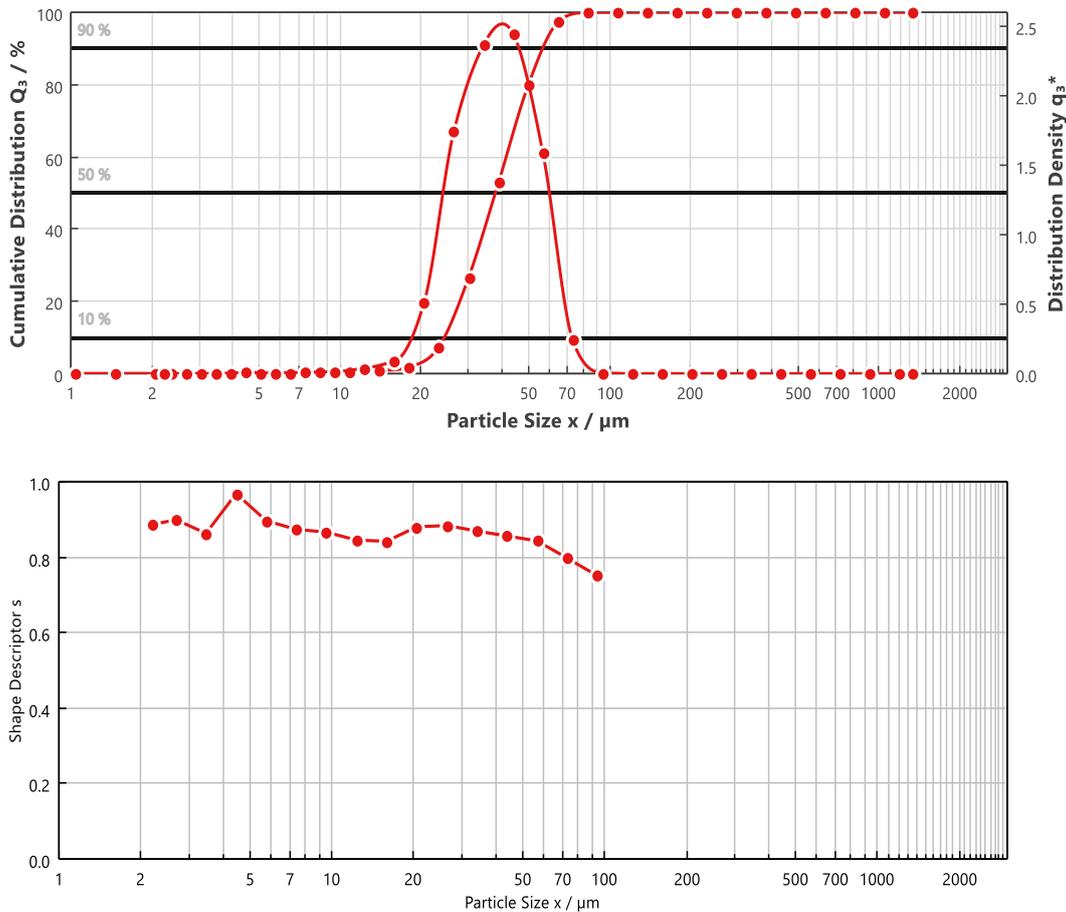


Figura 87. Distribución del tamaño de partícula (arriba) y factor de forma (abajo) en función del tamaño de partícula del polvo de acero inoxidable CX.

Caracterización Microestructural

Se ha investigado la hibridación de la deposición de energía dirigida por láser (L-DED) con el proceso de fusión de lecho de polvo (LPBF). El objetivo de este trabajo es esclarecer los siguientes parámetros del proceso:

- Espesor de la capa sólida que cubre la estructura reticular interior. La investigación buscará reducir este valor de espesor sin dejar de evitar la creación de defectos en la estructura interna.
- Parámetros de fabricación para el proceso L-DED, siendo estos la potencia del láser (P), la velocidad de avance (F) y el flujo de polvo (Q)

El estudio se realizó en dos pasos. En primer lugar, se realizaron pruebas de un solo cordón combinando los conjuntos de parámetros mencionados en la Tabla 31 con sustratos de diferentes espesores: 6, 1 y 0,7 mm. Los cordones fabricados tienen una longitud de 25 mm y se han centrado en el área de superficie de 15 mm x 32 mm.

Tabla 31. Parámetros del plan de prueba de un solo cordón.

N.	Test type	Parameter set	Substrate thickness (mm)
1	Single bead	Ref.	6
2	"	Reduced	6
3	"	Ref.	1
4	"	Reduced	1
5	"	Reduced	0.7

En segundo lugar, se realizaron **ensayos de capa** utilizando los valores reducidos de los parámetros, sobre sustratos de 2 y 1 mm de espesor. Estas capas consisten en 5 perlas superpuestas, con una distancia de 1 mm entre ellas. Para simular el efecto que tendría una mayor área de deposición en el proceso de fabricación, se coloca un tiempo de enfriamiento de 5 segundos después de que se deposita cada cordón.

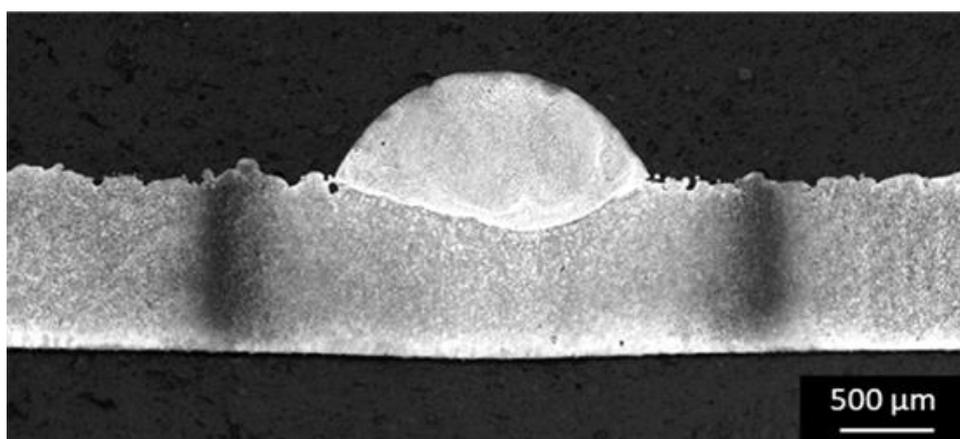
Tabla 32. Parámetros del plan de prueba de capas.

N.	Test type	Parameter set	Substrate thickness (mm)
6	Layer	Reduced	2
7	"	Reduced	1

RESULTADOS

Ensayo de cordones

Se observaron dos líneas que distinguen una discontinuidad en el sustrato, siguiendo la línea de dilución, Figura 88. Esto podría indicar la formación de microfisuras en el sustrato.



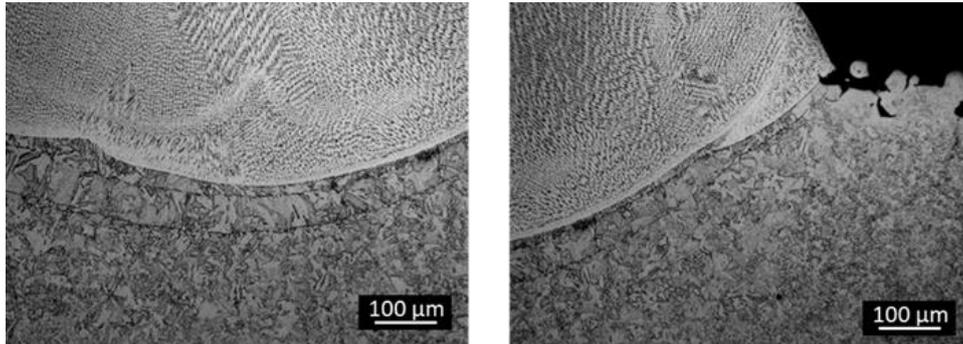


Figura 88. Sección transversal de la prueba del cordón n 4.

Tabla 33. Mediciones de HAZ de pruebas.

N.	Substrate thickness (mm)	HAZ Measurements (mm)
4	1	2.89
5	0.7	3.88

Ensayo de solapes (línea)

Las secciones transversales de las capas fabricadas sobre una superficie de 2 mm y 1 mm de espesor se reúnen en la Figura 89.

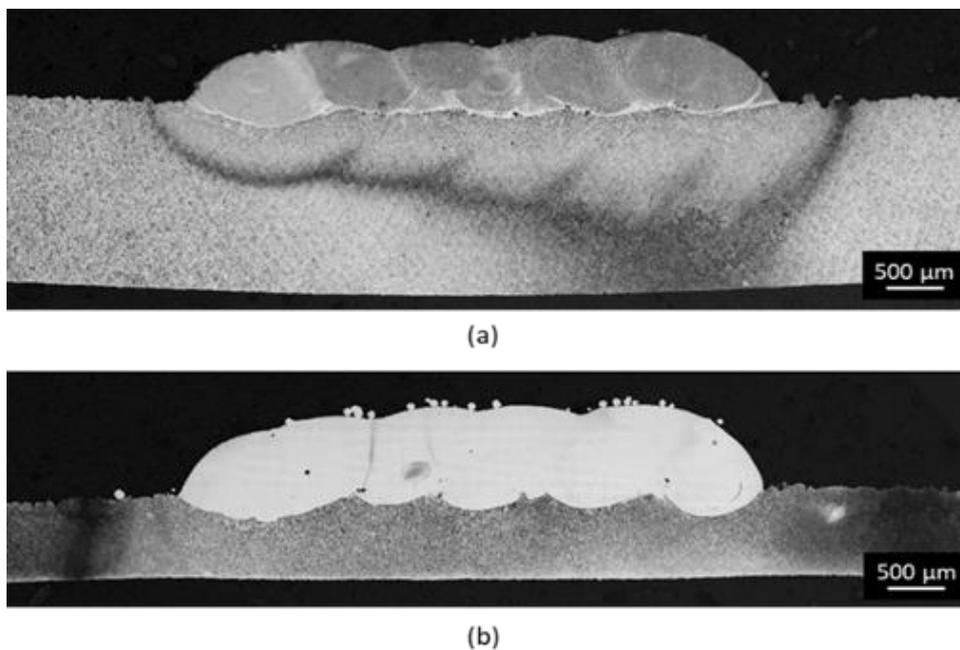


Figura 89. Secciones transversales de las capas fabricadas: (a) n.6 y (b) n.7.

Los parámetros de proceso óptimos para el proceso L-DED en un sustrato PBF son los mostrados en la Tabla 34.

Tabla 34. Conjunto de parámetros de proceso L-DED de referencia.

	P (W)	F (mm/min)	Q (g/min)	P/F
Ref.	600	525	5.5	1.143
Reduced	500	525	5.5	0.952

La fabricación sobre un sustrato de tan solo 1 mm de espesor es factible, pero con una importante deformación de la pieza como se puede apreciar en la siguiente Figura 90.

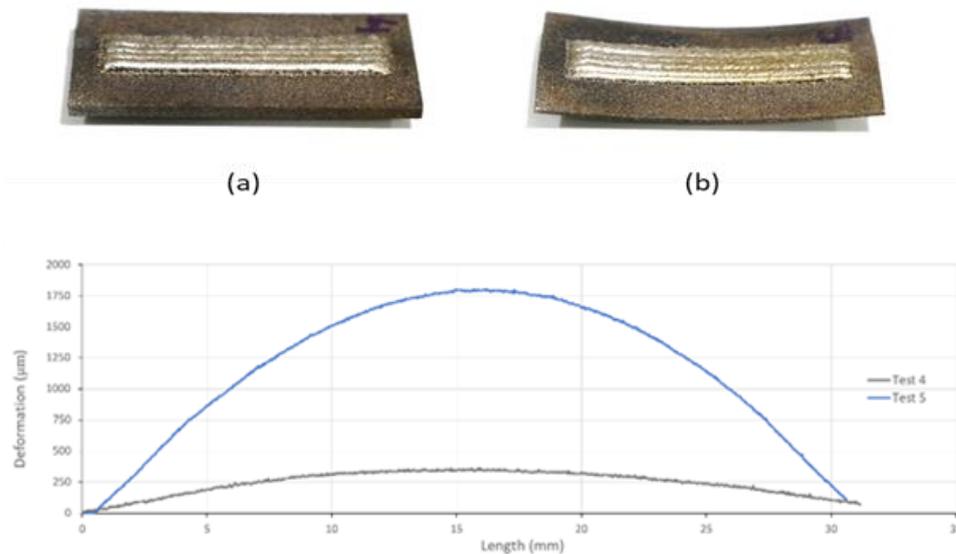


Figura 90. Medidas de deformación en las muestras de ensayo n.4 y n.5.

Como conclusión del trabajo realizado para Vidrimolde se definieron los parámetros óptimos de fabricación: Potencia láser (P) de 500 W, Velocidad de avance (F) de 525 mm/min y Flujo de polvo (Q) de 5.5 g/min son los parámetros óptimos para la deposición de material sobre sustratos delgados. Con estos parámetros, se pueden usar sustratos tan delgados como 0.7 mm en la fabricación de cordones individuales.

5. CONCLUSIONES

Los materiales utilizados en los cinco proyectos piloto se han caracterizado en términos de microestructura, propiedades mecánicas y otras características relevantes. En todos los casos, los materiales han sido elegidos en función de los requisitos de cada aplicación y, tras el intenso trabajo de caracterización realizado en Additool, se puede confirmar que todos los materiales han cumplido con éxito los requerimientos.

6. REFERENCIAS

- [1] J. Schindelin *et al.*, “Fiji: an open-source platform for biological-image analysis,” *Nat. Methods*, vol. 9, no. 7, pp. 676–682, Jul. 2012.
- [2] Mirko Sinico; Ann Witvrouw; Wim Dewulf, “Influence of the particle size distribution on surface quality of Maraging 300 parts produced by Laser Powder Bed Fusion.” Nantes, France, pp. 1–4, 2019.
- [3] J. P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, and B. Lauwers, “Selective laser melting of iron-based powder,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 149, no. 1–3, pp. 616–622, Jun. 2004.
- [4] J. Šafka, M. Ackermann, and L. Voleský, “Structural properties of H13 tool steel parts produced with use of selective laser melting technology,” *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 709, p. 012004, Apr. 2016.
- [5] G. Kasperovich, R. Becker, K. Artzt, P. Barriobero-Vila, G. Requena, and J. Haubrich, “The effect of build direction and geometric optimization in laser powder bed fusion of Inconel 718 structures with internal channels,” *Mater. Des.*, vol. 207, p. 109858, Sep. 2021.
- [6] L. Cao, J. Li, J. Hu, H. Liu, Y. Wu, and Q. Zhou, “Optimization of surface roughness and dimensional accuracy in LPBF additive manufacturing,” *Opt. Laser Technol.*, vol. 142, p. 107246, Oct. 2021.
- [7] A. du Plessis, “Effects of process parameters on porosity in laser powder bed fusion revealed by X-ray tomography,” *Addit. Manuf.*, vol. 30, p. 100871, Dec. 2019.
- [8] T. Reiber, J. Rüdeshheim, M. Weigold, E. Abele, J. Musekamp, and M. Oechsner, “Influence of contour scans on surface roughness and pore formation using Scalmalloy® manufactured by laser powder bed fusion (PBF-LB),” *Materwiss. Werksttech.*, vol. 52, no. 4, pp. 468–481, Apr. 2021.
- [9] K. Kempen, B. Vrancken, S. Buls, L. Thijs, J. Van Humbeeck, and J.-P. Kruth, “Selective Laser Melting of Crack-Free High Density M2 High Speed Steel Parts by Baseplate Preheating,” *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 136, no. 6, Dec. 2014.
- [10] J. Saewe, C. Gayer, A. Vogelpoth, and J. H. Schleifenbaum, “Feasibility Investigation for Laser Powder Bed Fusion of High-Speed Steel AISI M50 with Base Preheating System,” *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, vol. 164, no. 3, pp. 101–107, Mar. 2019.

- [11] S. Qin, S. Herzog, A. Kaletsch, and C. Broeckmann, “Effects of Pressure on Microstructure and Residual Stresses during Hot Isostatic Pressing Post Treatment of AISI M50 Produced by Laser Powder-Bed Fusion,” *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 4, p. 596, Apr. 2021.
- [12] M. Balbaa, S. Mekhiel, M. Elbestawi, and J. Mclsaac, “On selective laser melting of Inconel 718: Densification, surface roughness, and residual stresses,” *Mater. Des.*, vol. 193, p. 108818, Aug. 2020.
- [13] L. Scime and J. Beuth, “Melt pool geometry and morphology variability for the Inconel 718 alloy in a laser powder bed fusion additive manufacturing process,” *Addit. Manuf.*, vol. 29, p. 100830, Oct. 2019.
- [14] J. Kunz, J. Saewe, S. Herzog, A. Kaletsch, J. H. Schleifenbaum, and C. Broeckmann, “Mechanical Properties of High-Speed Steel AISI M50 Produced by Laser Powder Bed Fusion,” *steel Res. Int.*, vol. 91, no. 5, p. 1900562, May 2020.
- [15] T. DebRoy *et al.*, “Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 92, pp. 112–224, Mar. 2018.
- [16] BÖHLER, “W360 AMPO.” [Online]. Available: <https://www.bohler.fr/fr/products/w360-ampo-2/> (accessed February 23, 2023).
- [17] C. M. Fang, M. H. F. Sluiter, M. A. van Huis, C. K. Ande, and H. W. Zandbergen, “Origin of Predominance of Cementite among Iron Carbides in Steel at Elevated Temperature,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 105, no. 5, p. 055503, Jul. 2010.
- [18] F. Wang, D. Qian, L. Xie, Z. Dong, and X. Song, “Microstructure Evolution and Tempering Transformation Kinetics in a Secondary Hardened M50 Steel Subjected to Cold Ring Rolling,” *ISIJ Int.*, vol. 61, no. 1, pp. 361–371, Jan. 2021.
- [19] C. K. Ande and M. H. F. Sluiter, “First-Principles Calculations on Stabilization of Iron Carbides (Fe₃C, Fe₅C₂, and η-Fe₂C) in Steels by Common Alloying Elements,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 43, no. 11, pp. 4436–4444, Nov. 2012.
- [20] E. . Morra, P.V., Böttger, A.J. & Mittemeijer, “Decomposition of Iron-based Martensite. A kinetic analysis by means of differential scanning calorimetry and dilatometry,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 64, pp. 905–914, 2001.
- [21] A. Verma, M. Sundararaman, J. B. Singh, and S. A. Nalawade, “A new method for determining the Curie temperature using a dilatometer,” *Meas. Sci. Technol.*, vol. 21, no. 10, p. 105106, Oct. 2010.
- [22] V. B. E. -Co KG, “Hot Work Tool Steel. BÖHLER W360 ISOBLOC.”
- [23] P. Yang *et al.*, “Effect of thermal annealing on microstructure evolution and mechanical behavior of an additive manufactured AlSi10Mg part,” *J. Mater. Res.*, vol. 33, no. 12, pp. 1701–1712, Jun. 2018.
- [24] P. D. Nezhadfar, S. Thompson, A. Saharan, N. Phan, and N. Shamsaei, “Structural integrity of additively manufactured aluminum alloys: Effects of build orientation on microstructure, porosity, and fatigue behavior,” *Addit. Manuf.*, vol. 47, p. 102292, Nov. 2021.

- [25] M. Buttard *et al.*, “Multi-scale microstructural investigation of a new Al-Mn-Ni-Cu-Zr aluminium alloy processed by laser powder bed fusion,” *Materialia*, vol. 18, p. 101160, Aug. 2021.
- [26] J. R. Croteau *et al.*, “Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting,” *Acta Mater.*, vol. 153, pp. 35–44, Jul. 2018.
- [27] C. Galera-Rueda, M. L. Montero-Sistiaga, K. Vanmeensel, M. Godino-Martínez, J. Llorca, and M. T. Pérez-Prado, “Icosahedral quasicrystal-enhanced nucleation in Al alloys fabricated by selective laser melting,” *Addit. Manuf.*, vol. 44, p. 102053, Aug. 2021.
- [28] S. Griffiths, M. D. Rossell, J. Croteau, N. Q. Vo, D. C. Dunand, and C. Leinenbach, “Effect of laser rescanning on the grain microstructure of a selective laser melted Al-Mg-Zr alloy,” *Mater. Charact.*, vol. 143, pp. 34–42, Sep. 2018.
- [29] J. H. Martin, B. D. Yahata, J. M. Hundley, J. A. Mayer, T. A. Schaedler, and T. M. Pollock, “3D printing of high-strength aluminium alloys,” *Nature*, vol. 549, no. 7672, pp. 365–369, Sep. 2017.
- [30] R. Mertens, L. Baert, K. Vanmeensel, and B. Van Hooreweder, “Laser powder bed fusion of high strength aluminum,” *Mater. Des. Process. Commun.*, vol. 3, no. 5, Oct. 2021.
- [31] R. A. Michi *et al.*, “Microstructural evolution and strengthening mechanisms in a heat-treated additively manufactured Al-Cu-Mn-Zr alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 840, p. 142928, Apr. 2022.
- [32] A. B. Spierings *et al.*, “Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting,” *Mater. Des.*, vol. 115, pp. 52–63, Feb. 2017.
- [33] P. J. Spierings, A. B., Dawson, K., Voegtlin, M., & Palm, F., Uggowitzner, “Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium-modified aluminum using selective laser melting,” *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 65, pp. 213–216, 2016.
- [34] K. V. Yang, Y. Shi, F. Palm, X. Wu, and P. Rometsch, “Columnar to equiaxed transition in Al-Mg(-Sc)-Zr alloys produced by selective laser melting,” *Scr. Mater.*, vol. 145, pp. 113–117, Mar. 2018.
- [35] H. Zhang, H. Zhu, X. Nie, J. Yin, Z. Hu, and X. Zeng, “Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 134, pp. 6–10, Jun. 2017.
- [36] P. Yang, L. A. Deibler, D. R. Bradley, D. K. Stefan, and J. D. Carroll, “Microstructure evolution and thermal properties of an additively manufactured, solution treatable AlSi10Mg part,” *J. Mater. Res.*, vol. 33, no. 23, pp. 4040–4052, Dec. 2018.
- [37] J. Costa, E. Sequeiros, M. T. Vieira, and M. Vieira, “Additive Manufacturing,” *U.Porto J. Eng.*, vol. 7, no. 3, pp. 53–69, Apr. 2021.
- [38] T. C. Henry, M. A. Morales, D. P. Cole, C. M. Shumeyko, and J. C. Riddick, “Mechanical behavior of 17-4 PH stainless steel processed by atomic diffusion additive manufacturing,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 114, no. 7–8, pp. 2103–2114, Jun. 2021.
- [39] C. S. Y. Wu, R.M. German, D. Blaine, B. Marx, “Effects of residual carbon content on

- sintering shrinkage, microstructure and mechanical properties of injection molded 17-4 PH stainless steel,” *J. Mater. Sci.*, vol. 37, pp. 3573–3583, 2002.
- [40] S. Sabooni *et al.*, “Laser powder bed fusion of 17–4 PH stainless steel: A comparative study on the effect of heat treatment on the microstructure evolution and mechanical properties,” *Addit. Manuf.*, vol. 46, p. 102176, Oct. 2021.
- [41] S.-M. Yeon *et al.*, “Normalizing Effect of Heat Treatment Processing on 17-4 PH Stainless Steel Manufactured by Powder Bed Fusion,” *Metals (Basel)*, vol. 12, no. 5, p. 704, Apr. 2022.
- [42] L. Zai *et al.*, “Laser Powder Bed Fusion of Precipitation-Hardened Martensitic Stainless Steels: A Review,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 2, p. 255, Feb. 2020.
- [43] J. Schröder *et al.*, “On the influence of heat treatment on microstructure and mechanical behavior of laser powder bed fused Inconel 718,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 805, p. 140555, Feb. 2021.
- [44] M. Ozer, “Influence of heat treatments on microstructure and wear behavior of AISI H13 tool steel,” *Kov. Mater. Mater.*, vol. 60, no. 6, Nov. 2022.
- [45] “Markforged_H13_V1.1_fr.pdf.” 2023.
- [46] P. Nandwana, R. Kannan, and D. Siddel, “Microstructure evolution during binder jet additive manufacturing of H13 tool steel,” *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101534, Dec. 2020.
- [47] “17-4PH-v2-SS-Datasheet.pdf.” 2023.
- [48] C. Rowolt, B. Milkereit, A. Springer, C. Kreyenschulte, and O. Kessler, “Dissolution and precipitation of copper-rich phases during heating and cooling of precipitation-hardening steel X5CrNiCuNb16-4 (17-4 PH),” *J. Mater. Sci.*, vol. 55, no. 27, pp. 13244–13257, Sep. 2020.
- [49] “SITHERM 2344 Steel (Mat.No. 1.2344, DIN X40CrMoV51, AISI H13).” 2023.
- [50] F. Deirmina, N. Peghini, B. AlMangour, D. Grzesiak, and M. Pellizzari, “Heat treatment and properties of a hot work tool steel fabricated by additive manufacturing,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 753, pp. 109–121, Apr. 2019.
- [51] F. Christien, M. T. F. Telling, and K. S. Knight, “A comparison of dilatometry and in-situ neutron diffraction in tracking bulk phase transformations in a martensitic stainless steel,” *Mater. Charact.*, vol. 82, pp. 50–57, Aug. 2013.
- [52] R. Kapoor and I. S. Batra, “On the α' to γ transformation in maraging (grade 350), PH 13-8 Mo and 17-4 PH steels,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 371, no. 1–2, pp. 324–334, Apr. 2004.
- [53] H. R. Lashgari, C. Kong, E. Adabifiroozjaei, and S. Li, “Microstructure, post thermal treatment response, and tribological properties of 3D printed 17-4 PH stainless steel,” *Wear*, vol. 456–457, p. 203367, Sep. 2020.

**Interreg
Sudoe**



EUROPEAN UNION

ADDITool

European Regional Development Fund

www.additool.eu