



Projectes de fi de carrera

Titulació:

***Enginyeria  
Europea de Materials***

**223 Cayron, Méliissa***Nuevas formulaciones de cementos de fosfato de calcio macroporosos para la regeneración ósea***Director:** Ginebra Molins, Maria Pau**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica**Resum:**

El objetivo del presente proyecto es la mejora de la inyectabilidad y de la cohesión de un cemento de fosfato de calcio macroporoso desarrollado en estudios anteriores. La introducción de la macroporosidad en este tipo de materiales tiene como finalidad mejorar la reabsorción y la integración del cemento en el tejido óseo.

En aplicaciones quirúrgicas el cemento está en contacto con la sangre y los líquidos fisiológicos. Es necesario asegurar la cohesión de la pasta al entrar en contacto con estos líquidos para impedir toda reacción inflamatoria. Para mejorar la cohesión y la inyectabilidad del cemento se estudia la incorporación de un polímero soluble en agua (el alginato de sodio) en la fase líquida del cemento.

En primer lugar se estudia la influencia del porcentaje de alginato de sodio en las características de la espuma. Se observa un gran aumento de la estabilidad de ésta pero se reduce de manera dramática la espumabilidad del líquido, lo que deja suponer una disminución de la porosidad del cemento a continuación.

Posteriormente se estudia, vía un diseño factorial de experimentos (22 con un punto central), la influencia de dos variables (la relación L/P y el porcentaje de alginato de sodio) en distintas propiedades del cemento, como la cohesión, la inyectabilidad, la porosidad, la resistencia mecánica. La evaluación se lleva a cabo sobre muestras moldeadas con espátula o inyectadas con una jeringa a dos tiempos diferentes. Los cementos obtenidos se caracterizan por ensayos de cohesión y de inyectabilidad, microscopía óptica y electrónica, medidas de porosidad por picnometría de mercurio y porosimetría de mercurio, ensayos de resistencia a compresión.

Comprobamos la mejora de la cohesión y de la inyectabilidad al añadir alginato de sodio pero observamos una disminución de la macroporosidad y del tamaño de los poros.

Aunque no se pierda la macroporosidad, se nota un deterioro de la macroestructura del material si la pasta está inyectada a 5min, mientras que se mantiene la forma de los poros y la continuidad del material si la inyección se hace a 2min30.

**224 Chateau, Arnaud***Análisis por elementos finitos de andamios para la ingeniería de tejidos***Director:** Lacroix, Damien**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica**Resum:**

Los andamios, en la ingeniería de los tejidos, se usan con el fin de ayudar a la regeneración del hueso. Básicamente, estos andamios imitan el comportamiento mecánico del hueso trabecular, y al estimular con cargas mecánicas la estructura porosa de estos andamios, se logra la fijación de células madres, las cuales se diferencian luego en células parecidas a osteoblastos, es decir, las células responsables de la formación de tejido óseo. El objetivo de este proyecto fue vincular la estructura porosa de unos andamios (que permiten la regeneración ósea) con su comportamiento mecánico, para poder identificar y ubicar los estímulos mecánicos que favorecen la diferenciación celular. Por eso se recurrió a la  $\mu$ CT base FEM.

En primer lugar, se adquirió por microtomografía las radiografías TAC (Tomografía Axial Computerizada) de tres andamios cerámicos ( $\alpha$ -TCP no inyectado,  $\alpha$ -TCP inyectado, y uno de vidrio poroso), a fin de reconstruir los andamios en 3D. Se dispuso de 1024 radiografías de cada muestra, que se superpusieron según el eje z, para reconstruir el objeto 3D.

En segundo lugar, se cuantificó la porosidad de tres andamios distintos. Por tratamiento de imagen se pudo determinar por cada contorno de poro en el plano XY de las imágenes TAC: coordenadas, superficie, perímetro, circularidad, además del número de contorno por imagen. A partir de estos datos se diseñó un algoritmo para medir la interconectividad de los poros. Así se vio sobre unas muestras, que la interconectividad de las 3 muestras era parecida alrededor de 88%. Se observó también que la porosidad de andamios de vidrio era mucho más homogénea (distribución respecto a la altura de las muestras) que la de los cementos.

Para acabar, se modelizaron los tres objetos 3D de los andamios por elementos finitos para conocer su comportamiento mecánico. Por motivos de limitaciones del sistema de explotación de la máquina respecto al número de elementos elevados para una muestra entera, se debió reducir las muestras en cilindros más pequeños. Se pudo realizar mallado de volumen para 144 muestras, la mitad se analizó por elementos finitos. Los resultados de la simulación del comportamiento a compresión (2% de desplazamiento) de los andamios tienden a mostrar que los estímulos mecánicos (del orden de 3-5%) que favorecen la diferenciación celular se concentran alrededor de los poros cuanto más se acerca se ubican los poros los unos de los otros. También se determinó que las zonas de unión entre los poros ("puentes") estaban en tracción, provocando un alargamiento de los poros.

**225 Dambakizi, Franck**

*Estrategias para la modelización tridimensional de ensayos de indentación: -Aspectos micromecánicos-*

**Director:** Alcalá Cabrelles, Jorge

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

En el presente proyecto se presentan distintas técnicas y estrategias de modelización por elementos finitos con la finalidad de obtener una malla óptima para la realización de simulaciones de ensayos de micro y nano-indentación.

Se introducirán en primer lugar los fundamentos teóricos necesarios para comprender la naturaleza de los mecanismos de deformación responsables del comportamiento mecánico de los materiales a nivel microscópico. En particular se tratarán los mecanismos asociados a la plasticidad cristalina de los metales. También se presentarán algunos de los modelos constitutivos empleados para la modelización del comportamiento mecánico de los materiales metálicos a distintas escalas (j2-Flow, crystal plasticity).

En una segunda parte se presentará el desarrollo de las distintas mallas de elementos finitos y se analizará la influencia de varios parámetros de diseño (densidad de elemento, estructuración del mallado, tipo de elemento) sobre el resultado numérico de las simulaciones.

Este análisis permitirá escoger la malla más adecuada para la modelización de ensayos de indentación puntiaguda en monocristales y agregados cristalinos.

**226 Fossard, Arnaud**

*Desarrollo de andamios porosos biodegradables 3D para la ingeniería de tejidos*

**Director:** Planell Estany, Josep A.

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

El objetivo de este proyecto es poder producir andamios porosos con la técnica de separación de fases inducida térmicamente y de adaptar esta al laboratorio de Biomateriales. Así hemos hecho un diseño experimental con tres parámetros del proceso de fabricación que controlan la micro- y macro-estructura: la cantidad de material polimérico, la composición del solvente y la temperatura de temple. Hemos intentado entender, los mecanismos que dirigen la separación de fases e identificarlos a partir de las morfologías obtenidas y la influencia de los parámetros citados sobre características morfológicas tal como la porosidad y el tamaño de poros.

Nuestros resultados confirman los ejes principales de las teorías encontradas en los artículos científicos que se tratan de la producción de andamios con la técnica de separación de fases inducida térmicamente. Las investigaciones han permitido también de comparar dos técnicas diferentes para la extracción del solvente, etapa primordial del proceso de separación de fases: la liofilización (freeze-drying) y la extracción en frío (freezing-extracción). Hemos también desarrollado los moldes que permiten controlar la orientación de la morfología de los andamios.

Finalmente el proyecto nos ha permitido de circunscribir los ensayos a realizar en el futuro para responder a las necesidades de los andamios para aplicaciones muy atractivas tal como la regeneración nerviosa.

**227 Hedlund, Markus**

*Soldadura de aleaciones de titanio de aplicación en motores de aviones*

**Director:** Mateo García, Antonio

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

El objetivo de este proyecto es evaluar las propiedades mecánicas de la soldadura por fricción lineal de aleaciones de titanio, de aplicación en motores de avión, y de estudiar su relación con la microestructura. Concretamente se ha estudiado la unión de la aleación Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo con las aleaciones Ti-6Al-4V, Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo y Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo. Para ello se ha realizado un estudio con Dual Beam FIB, MEB y MET de los cambios microestructurales aparecidos en la zona afectada térmicamente después del proceso de soldar. Se ha mostrado que en esta zona la fase  $\alpha$  se disuelve completamente y que la fase  $\beta$  se recristaliza en un tamaño de grano muy fino. También se ha observado la formación de martensita dependiendo de la aleación.

Los ensayos de tracción de las probetas soldadas mostraron que la microestructura de grano fino de fase  $\beta$ , al nivel de la unión, contribuía a una mejora de las propiedades mecánicas en comparación con el metal base. Los ensayos se efectuaron a temperatura ambiente, 300°C y 450°C donde la evolución de las propiedades

mecánicas disminuía con el aumento de la temperatura.

### 228 Jonsson, Daniel

#### *Microstructure and Mechanical Properties of an Alumina/Zirconia Functionally Graded Material Prepared by Electrophoretic Deposition*

**Director:** Anglada Gomila, Marc J.

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

La microestructura y propiedades mecánicas de una alúmina/circona con función gradiente preparado con deposición electroforética fueron estudiadas. La microestructura fue observada por microscopia electrónica para caracterizarla con respecto a las fases, a los tamaños de granos y a su distribución. El material tenía una microestructura fina de alta calidad con muy poca porosidad y una distribución uniforme de ZrO<sub>2</sub> dentro de las capas. Las propiedades mecánicas como dureza, tenacidad, pero principalmente tensiones residuales, formados como una consecuencia de las diferencias de coeficientes de expansión térmica, fueron estudiadas por métodos de indentaciones. El material exhibió una dureza excelente en las capas exteriores, comparable a la de alúmina pura. Las tensiones residuales fueron también calculadas utilizando el método de elementos finitos y estimados usando un modelo simétrico de un material compuesto de capas. Sus influencias sobre la resistencia de propagación de grietas debido a choques térmicos fueron medidas por un ensayo de indentación-temple. Una resistencia altamente mejorada a la propagación de grietas superficiales en las capas exteriores fue encontrada. Los resultados fueron también comparados a otros resultados obtenidos de un material de referencia, un compuesto sin capas, preparado con la misma técnica de fabricación.

### 229 Mbacké, Pape Amadou

#### *Fragilización de aceros dúplex*

**Director:** Mateo García, Antonio

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

La meta de este proyecto es estudiar la fragilización de un acero dúplex SAF 2507 con principales elementos de aleación en las proporciones siguientes: 24,8 % Cr, 6,89 % Ni, 3,83% Mo y 0,27 % N.

Las muestras a estudiar han sido sometidas a diferentes tratamientos térmicos, la tabla siguiente da un resumen:

Tabla 1: designación de las muestras usadas en el proyecto:

Nombre	Tratamiento
750-A-1	Mantenido 1 hora a 750°C y templado al aire.
650-W-15	Mantenido 15 minutos a 650°C y templado en agua.
650-A-1	Mantenido 1 hora a 650°C y templado en aire.
600-A-3	Mantenido 3 horas a 600°C y templado en aire.

La caracterización se hace con el estudio de las propiedades mecánicas mediante ensayos de nanoindentación y por la técnica del punzonado de probetas pequeñas. Se obtiene así las durezas y módulos elásticos de las dos fases principales del Acero Inoxidable Dúplex (AID) de última generación SAF 2507: austenita y ferrita. También en este estudio se comparan las resistencias máximas y elásticas del material así como las deflexiones máximas.

Los valores de límite elástico y de resistencia se han obtenido para todas las muestras mediante un ensayo de punzonado de probetas pequeñas, utilizando expresiones que los relacionan con valores característicos de carga y desplazamiento en ensayos SPT.

Los valores de dureza y módulos elásticos son proporcionados por la máquina de nanoindentación.

Los resultados muestran que los valores de módulos elásticos son aproximadamente los mismos para la austenita y la ferrita alrededor de 200 Gpa, y casi no se ven afectados por el tratamiento térmico ya que de un material a otro no existen variaciones significativas. Cuando se trata de dureza, el 600-A-3 es la muestra más dura y teniendo un valor mínimo de deflexión máxima de 0,25, seguido por el 750-A-1, el 650-A-1 y el 650-W-15 que poseen valores cercanos. Hay que destacar que la dureza de la austenita es superior a la de la ferrita en nuestro material.

El 600-A-3 presenta las mejores propiedades de resistencia máxima y elástica mientras que el 750-A-1 se ve

muy perjudicado por la temperatura en un tratamiento térmico a 750°C. La principal razón es la aparición de fase  $\beta$ , muy probable a esta temperatura, lo cual le confiere unas propiedades mecánicas de resistencia pobres. El 650-W-15 y el 650-A-1 tienen valores medios cercanos entre estos dos extremos.

### 230 Öhman, Caroline

#### *Caracterización superficial de un cemento de fosfato de calcio*

**Director:** Ginebra Molins, Maria Pau

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

Este proyecto final de carrera se fundamenta en la investigación del desarrollo de nuevos materiales de tipo cemento, capaces de estimular la regeneración y reparación del tejido óseo. Se estudiaron seis formulaciones de cemento de fosfato de calcio, basados en fosfato tricálcico  $\alpha$  ( $\alpha$ -TCP), con el objetivo de evaluar el efecto de dos parámetros, el tamaño de partícula del polvo utilizado y la relación líquido/polvo, sobre la microestructura y la rugosidad del cemento.

Se estudiaron seis formulaciones distintas y se caracterizó el proceso de reacción, determinando los tiempos de fraguado y las fases presentes mediante la técnica de difracción de rayos X, que revelan la obtención de un polvo de  $\alpha$ -TCP casi puro (sin  $\beta$ -TCP). Se determinó también la porosidad de las seis series, observando que la porosidad aumenta con la relación líquido/polvo.

Se realizó un estudio de la topografía superficial de las seis formulaciones de cemento con el objetivo de evaluar las diferencias microestructurales y de rugosidad, para ello se emplearon técnicas como la microscopía electrónica de barrido, la microscopía óptica interferométrica y la microscopía de fuerzas atómicas. Se observó que la formación de aglomerados de hidroxiapatita de diferente tamaño según el tamaño de partícula del polvo de  $\alpha$ -TCP y la relación líquido/polvo empleada.

Los resultados de rugosidad obtenidos demuestran que el cemento presenta dos niveles de rugosidad, uno debido a los cristales de hidroxiapatita (en forma de agujas) y otro debido a las aglomeraciones de cristales.

Los estudios de rugosidad realizados con microscopía óptica interferométrica sobre las seis series del cemento demuestran que el polvo pequeño tiene una rugosidad de cristales menor. Los resultados de la microscopía de fuerzas atómicas demuestran que la rugosidad aumenta con la relación líquido/polvo.

### 231 Périé, Damien

#### *Preparación y caracterización de hidroxiapatitas substituidas con silicio obtenidas por mecano-síntesis*

**Director:** Ginebra Molins, Maria Pau

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

Es bien conocido que la hidroxiapatita puede incorporar diversos tipos de substituciones iónicas, con los cambios subsecuentes en sus parámetros estructurales y características fisicoquímicas. En estudios anteriores se ha presentado la mecano-síntesis como un nuevo método para obtener cristales nanométricos de hidroxiapatita con un buen control de la estequiometría. Aún más, esta técnica permite la incorporación de diversos iones en la estructura apatítica.

Tres formulaciones fueron realizadas en un molino planetario de bolas (Fritsch). Primero, para obtener una hidroxiapatita deficiente en calcio (CDHA), segundo una hidroxiapatita substituida con silicio (Si-HA) y tercero una hidroxiapatita deficiente en calcio substituida por silicio (Si-CDHA) con 2 silicatos de calcio diferentes.

Para hacer estas reacciones, los reactivos siguientes fueron utilizados: fosfato dicálcico dihidratada (DCPD), óxido de calcio (CaO) y silicato de calcio (CSH amorfo o CaSiO<sub>3</sub> comercial). Estos fueron molidos a una velocidad de 350 rpm y la masa molida total era 40 gramos para cada reacción.

Los productos obtenidos en cada una de las reacciones realizadas se estudiaron por espectroscopía de infrarrojos y difracción de rayos X para distintos tiempos de molido intermedios, a fin de estudiar la evolución de la reacción con el tiempo de molido. De dichos análisis se concluye que la introducción de iones silicio en la estructura apatítica aumenta su cristalinidad y su estabilidad a altas temperaturas, además de verse reflejada en la aparición de bandas adicionales en los espectros de infrarrojos. Dichos espectros de infrarrojos mostraron que las hidroxiapatitas substituidas con silicio sintetizadas contenían además iones carbonato según substituciones de tipo A, B o AB. Cabe destacar, que en el caso de la síntesis de hidroxiapatita deficiente en calcio sin introducción de iones silicio, se observa la transformación de dicha hidroxiapatita a fosfato tricálcico  $\beta$  para tiempos largos de molido.

La morfología de las hidroxiapatitas sintetizadas se estudió mediante microscopía electrónica de barrido ambiental, poniendo de manifiesto el tamaño nanométrico de los cristales de hidroxiapatita tanto para la hidroxiapatita deficiente en calcio sin substitución de iones silicio como en el caso de contener iones silicio.

Los dos silicatos de calcio utilizados en el estudio se analizaron mediante difracción de rayos X, espectroscopía

de infrarrojos y granulometría, para poder determinar la influencia de su utilización como fuentes de silicio en las reacciones de síntesis de hidroxiapatitas substituidas con silicio.

Esta comparación se hizo necesaria ya que los resultados de espectroscopía de infrarrojos mostraron diferencias según el silicato de calcio utilizado.

Finalmente, se realizó un estudio de la contaminación de ágata proveniente del tarro y las bolas del molino. Debido a que el molino utilizado es de ágata con un 99.9% de SiO<sub>2</sub> y muy poca cantidad de otras impurezas, se espera que esta contaminación no tenga un efecto excesivamente negativo en las propiedades biológicas de los fosfatos de calcio sintetizados.

Del estudio realizado se concluye la posibilidad de sintetizar hidroxiapatita deficiente en calcio y fosfato tricálcico  $\beta$  nanométricos a partir de mecano-síntesis. Permitiéndose además la introducción de iones silicio y carbonato en su estructura. Por todo ello, la mecano-síntesis es una técnica que permite sintetizar hidroxiapatitas con grandes propiedades para una potencial bioactividad, como son el contenido de sustituciones iónicas de silicio y carbonato, así como el tamaño nanométrico de sus cristales.

### 232 Quiquerez, Florent

#### *Comportamiento mecánico y químico de biomateriales para sustitución ósea*

**Director:** Gil Mur, Francesc Xavier

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

Los objetivos de este proyecto son la caracterización del comportamiento mecánico y químico de biomateriales para sustitución ósea.

En primero lugar hemos estudiado un implante dental de titanio cp. Hemos hecho ensayos mecánicos de fatiga y ensayos de corrosión. Ambos ensayos nos permiten asegurar que este implante tiene muy buenas propiedades mecánicas y electroquímicas, como una vida a fatiga de más de 4.10<sup>6</sup> ciclos con F<sub>max</sub> = 600N, y una resistencia a la corrosión excepcional, debida a una gran capacidad de repasivación.

Después se trató también de diseñar aleaciones de titanio con bajo módulo de Young para aplicaciones médicas. Tenemos pocos resultados para esta parte.

Finalmente se han podido estudiar las buenas propiedades mecánicas de espumas de tántalo, como un módulo de elasticidad de 7,7 GPa y un límite de fatiga de 107,7 MPa. Se realizaron las curvas S-N (Stress-Number of cycles) y el límite se consideró alrededor de 10<sup>6</sup> ciclos de carga-descarga. Además destaca su excelente comportamiento biológico. En este último aspecto, se ha podido observar en una pieza de espuma de tántalo colocada a un paciente en el hueso, que en 15 días toda la superficie de tántalo estaba recubierta de hueso neoformado reduciendo la porosidad de la espuma. Por tanto, la espuma de tántalo ofrece un buen soporte estructural para el crecimiento de hueso y su integridad mecánica es buena a corto y según los resultados obtenidos de fatiga también a largo plazo.

Este proyecto muestra el desarrollo reciente de biomateriales con propiedades excepcionales.

### 233 Rélot, Emmanuelle

#### *Estudio de mezclas y copolímeros de PET/PEN*

**Director:** Martínez Benasat, Antoni

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

En este presente trabajo se ha realizado el estudio de mezclas y copolímeros de Politereftalato de Etileno y Polinaftalato de Etileno con el objetivo de caracterizarlos térmicamente, mecánicamente y ópticamente.

La investigación se hizo sobre cuatro materiales diferentes: el PET SP04, dos copolímeros PET/PEN con concentraciones en naftenato distintas (el PEN831 y el PEN131) y una mezcla de 75% de PEN SP04 y de 25% de PEN831.

La caracterización térmica se hizo gracias a la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y permitió evaluar el efecto de la acumulación de diferentes historias térmicas tal como un enfriamiento brusco y un lento, identificar las diferentes temperaturas características de cada material y determinar la cristalinidad.

Se observó que a medida que aumenta la fracción de naftenato, aumenta la T<sub>g</sub> y reduce la cristalinidad. El PEN131 apareció como casi amorfo y la mezcla PET/PEN831 presentó láminas con una reducida cristalinidad y es la más barata.

La caracterización mecánica permitió evaluar el efecto de la adición en pequeña cantidad del PEN sobre los parámetros mecánicos clásicos a través de ensayos a bajas y altas velocidades de sollicitación. Se realizó ensayos de tracción y ensayos de resistencia al impacto por caída de dardo.

Los valores de las características a tracción a baja velocidad fueron prácticamente equivalente para los cuatro materiales. A altas velocidades de sollicitación; los PET, PEN831 y PET/PEN831 presentaron un

comportamiento dúctil mientras que el PEN131 tuvo tres tipos de fracturas diferentes: dúctil, frágil y otra intermedia. La mejor resistencia al impacto fue la de la mezcla PET/PEN831 y puede atribuirse a la microestructura en forma de distintas fases que hace actuar un mecanismo de múltiple yielding.

A través del método del Trabajo Esencial de Fractura (EWF), se determinaron parámetros intrínsecos del proceso de fractura: el trabajo real de fractura (término llamado esencial) y el trabajo plástico (o también llamado no esencial). Los resultados del Trabajo Esencial de Fractura fueron prácticamente equivalentes para los cuatro tipos de láminas.

La caracterización óptica se hizo determinando el Haze, la Transmitancia, el Índice de Amarillamiento y el Índice de Refracción. Todas las láminas presentaron valores muy parecidos de la transparencia, del Haze y del índice de amarillamiento. A medida que aumenta la fracción de naftenato sea por copolimerización como por mezcla aumenta el índice de refracción.

La mezcla PET/PEN831 presentó un mejor balance de resultados y su costo resultó mucho menor económicamente.

### 234 Suorsa, Matti

#### *Influence of the Microstructure to the Contact Damage Behaviour of Cemented Carbides of Type WC-Co*

**Director:** Llanes Pitarch, Luis M.

**Departament:** Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

**Resum:**

El comportamiento de daño por contacto de dos grados de carburos cementados, tipo WC-Co con diferentes microestructuras, fue estudiado. El daño por contacto fue inducido por indentadores esféricos siguiendo los métodos del contacto hertziano y ensayo de rayado. En el ensayo hertziano cuatro diferentes indentadores fueron utilizados: dos indentadores de metal duro del tipo WC-Ni que tenían diámetros de 3.2 milímetros y 5 milímetros, un indentador de alúmina y un de zafiro con diámetros de 3.2 milímetros. Los indentadores de alúmina y de zafiro se rompieron en las cargas relativamente bajas y la evaluación del daño fue realizada principalmente estudiando el daño inducido por los indentadores de WC-Ni. En el ensayo de rayado un indentador de diamante de Rockwell, teniendo radio 0.2 milímetro, fue utilizado. Este ensayo fue hecho con la carga constante y con el modo progresivo. Las pruebas de barra y los especímenes consolidados fueron utilizados en estos dos ensayos. Los ensayos hechos en las pruebas de barra sirvieron para calcular la deformación y los ensayos hechos en especímenes consolidados fueron utilizadas estudiar el daño subsuperficie. En estos dos ensayos las pruebas de grado más dulce demostraron ser más dúctiles que las de más duro, no demostrando ningunas grietas. En este último, aunque demostró una cierta ductilidad, las grietas eran evidentes, pero solamente en las cargas intermedias y altas.