

Desarrollo de materiales compuestos tipo Cermet de matriz Fe

E. GORDO, A. OLIVA, E.M. RUIZ-NAVAS, J.M. TORRALBA
Dpto. Ciencia de Mat. e Ing. Metalúrgica. Universidad Carlos III de Madrid.

El objetivo de este trabajo es el desarrollo de materiales compuestos de matriz Fe con alto contenido en carburos con propiedades entre los aceros rápidos y los carburos cementados, ya que estos últimos son más duros y presentan mayor resistencia al desgaste que los primeros pero también menor tenacidad. Además, se hace deseable la sustitución de Co o Ni por otros aglomerantes debido a los riesgos medioambientales y para la salud que estos metales representan. En este trabajo se estudia la obtención de un material formado por una matriz de acero con adición de 50 % en masa de carburos de wolframio (WC) y tantalio (TaC). Para ello se han utilizado técnicas de molienda de alta energía que permiten obtener un polvo compuesto con una buena unión metal-cerámica y una distribución homogénea de carburos en la matriz. Después de la caracterización del polvo compuesto se compactaron probetas en matriz uniaxial con objeto de estudiar la sinterabilidad del material. Los compactos fueron sinterizados en vacío a distintas temperaturas y tiempos, y se determinaron propiedades como la densidad, variación dimensional y dureza después de la sinterización. Por último se realizó un análisis por microscopía electrónica de barrido para observar la evolución de la microestructura.

Palabras clave: *Pulvimetalurgia, Cermets, Materiales Compuestos de matriz metálica, Carburos, Molienda de Alta Energía*

Development of Fe-based metal matrix composites

The objective of this study aims to the development of Fe-matrix composites with high carbide content to achieve properties between high-speed steels (HSS) and cemented carbides. Cemented carbides are harder and show higher wear resistance than HSS, but lower toughness. Besides, the substitution of Co or Ni for other binders is desirable due to the carcinogen character of these metals. In this work, a material constituted by an iron matrix and a 50 % wt of WC and TaC carbides is developed. High-energy milling has been used to obtain composite powders presenting a good bonding and homogeneous distribution of the carbides in the matrix. Those powders were characterised and compacted by die pressing. The green compacts were sintered at different temperatures, and properties like hardness and density were determined. Also, the wear behaviour was studied and microstructural analysis by SEM was carried out to complete the study.

Keywords: *Powder Metallurgy, Cermets, Metal Matrix Composites, Carbides, High-Energy Milling*

1. INTRODUCCIÓN

Los cermets, incluyendo los carburos cementados, constituyen una familia de materiales compuestos metal-cerámica, de amplia utilización industrial especialmente en el sector de las herramientas de corte. Se fabrican por técnicas pulvimetalúrgicas y están constituidos por una fase metálica, compuesta habitualmente por cobalto (Co) o níquel (Ni), que aglomera a una fase cerámica, formada típicamente por carburos o carbonitruros de metales refractarios. Sin embargo, los metales utilizados como matriz, Co y Ni, son escasos, caros, y están considerados como nocivos para la salud y el medioambiente. Por ello, existe un interés creciente en la sustitución de dichos metales por otros aglomerantes de entre los cuales el Fe, o aleaciones base Fe, son muy deseables por su abundancia, reciclabilidad, inocuidad, baja solubilidad con la fase cerámica, etc. En este sentido, estudios realizados para el desarrollo de materiales compuestos base acero rápido indicaban la dificultad de introducir porcentajes de carburos superiores al 15 % en volumen, mediante técnicas pulvimetalúrgicas (1-10), debido a los problemas para obtener buenas uniones matriz-refuerzo. Incluso con porcentajes menores existe el riesgo de formación de aglomerados de los carburos añadidos por una mala dispersión en la matriz (11). Sin embargo, el uso de técnicas de aleación mecánica (12, 13) pueden ayudar a resolver estos problemas ya que permiten la obtención de un polvo compuesto en el que los carburos añadidos se encuentran homogéneamente dispersos en cada partícula del material base. Trabajos

realizados combinando el uso de molienda de alta energía para la mezcla y compactación isostática en caliente para el conformado han dado lugar a materiales con comportamiento a desgaste significativamente mejorado (14). Estos resultados indican que el uso de estas técnicas puede permitir introducir porcentajes mayores de fase cerámica.

Por ello, el objetivo de este trabajo es estudiar la posibilidad de introducir altos porcentajes de carburos en una matriz de Fe utilizando técnicas de molienda de alta energía que implican procesos de aleación mecánica. En el mercado existen algunos tipos de materiales base Fe con alto contenido en carburo de titanio (15). En el presente estudio se han utilizado carburos de wolframio (WC) y de tantalio (TaC), por ser materiales comunes en los carburos cementados, lográndose la obtención de un polvo compuesto con carburos homogéneamente distribuidos en cada partícula, que puede ser procesado mediante técnicas pulvimetalúrgicas convencionales.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales utilizados han sido, como material base, polvo de Fe atomizado en agua, tipo ASC100.29, de Höganäs AB, Suecia, y 0,5 % en masa de grafito (>98% masa C, < 53 μm). Como fase cerámica se ha utilizado carburo de wolframio (99,5 % WC, < 1 μm) y carburo de tantalio (99,5 % TaC, < 45 μm). Los porcentajes de adición de carburos al mate-

rial base han 25 % en masa WC y 25 % en masa TaC. La suma de ambos porcentajes en masa representa un porcentaje en volumen del 35 %.

La mezcla se preparó en un molino de alta energía centrífugo, utilizando un ratio bolas/polvo de 10, en masa, y una velocidad de rotación de 500 rpm. Para estudiar la evolución del polvo en el proceso de mezcla se tomaron muestras cada 2 horas y se observaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), tomándose como tiempo final de molienda 10 horas. El polvo compuesto obtenido fue caracterizado, incluyendo un estudio de compresibilidad, utilizando presiones entre 550 MPa y 700 MPa, para determinar la posibilidad de compactar en matriz uniaxial. La densidad en verde obtenida fue del orden de la que presentan los carburos cementados, por lo que se procedió a la preparación de probetas mediante este método, y se realizó un estudio de sinterabilidad, en vacío, variando la temperatura (1230 °C a 1350 °C) y el tiempo de sinterización (30 y 60 minutos). En todos los casos la velocidad de calentamiento y de enfriamiento para la sinterización fue de 5°C/min. Las propiedades evaluadas fueron densidad, densificación, variación dimensional y dureza, además de un estudio microestructural. La densidad se determinó mediante un método basado en el Principio de Arquímedes, de acuerdo a la norma MPIF42; los valores obtenidos se expresan como densidad relativa frente a la densidad teórica (10,08 g/cm³). La dureza se midió en escala Rockwell A, siguiendo la norma MPIF 43. El estudio microestructural de los materiales sinterizados se realizó mediante MEB, utilizando la técnica de electrones retrodispersados (BSE) para identificar las fases por diferencia de contraste y por microanálisis por dispersión de energía (EDX).

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1. Obtención del polvo compuesto

La figura 1 muestra imágenes de MEB, tomadas en el modo de electrones retrodispersados (BSE), del polvo obtenido después de varios tiempos de molienda. En ellas se pueden distinguir las principales etapas implicadas en el proceso de aleación mecánica (16). Después de 2 horas de molienda solamente algunos carburos se han incorporado a las partículas del Fe base; después de 4 horas, se encuentran partículas formadas por láminas de Fe base y carburos. A partir de 6 horas las partículas de polvo están constituidas por carburos finamente dispersos en el Fe base, produciéndose a tiempos mayores la conminución de las partículas de polvo. Para esta fase del estudio se consideró que después de 10 horas de molienda se había obtenido un grado de homogeneización suficiente para su procesado posterior. Mayores tiempos de molienda podían endurecer el polvo en exceso y ser necesario un recocido previo (14), además de dar lugar a tamaños de partícula demasiado finos para ser conformado por compactación uniaxial. Este estudio microestructural indica que la etapa de molienda ha sido satisfactoria en cuanto a la obtención del polvo compuesto.

En la figura 2 se muestra la curva de compresibilidad del polvo obtenido después de 10 horas de molienda. La curva indica que el polvo puede ser compactado en matriz uniaxial incluso a presiones relativamente bajas aunque los mejores valores se obtienen para 700 MPa de presión, por lo que será ésta la presión utilizada para la fabricación de

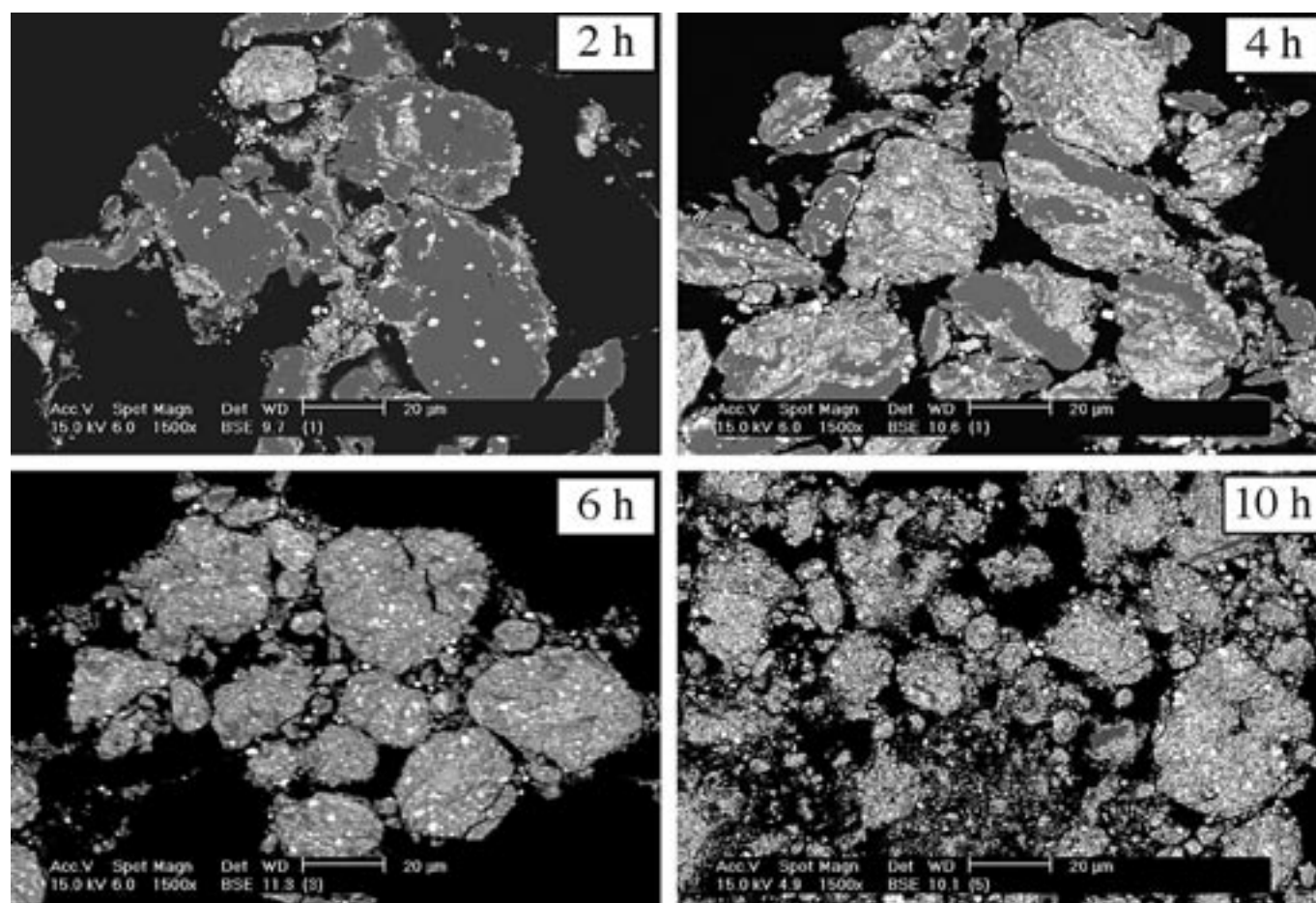


Figura 1. Evolución microestructural del polvo compuesto en función del tiempo de molienda.

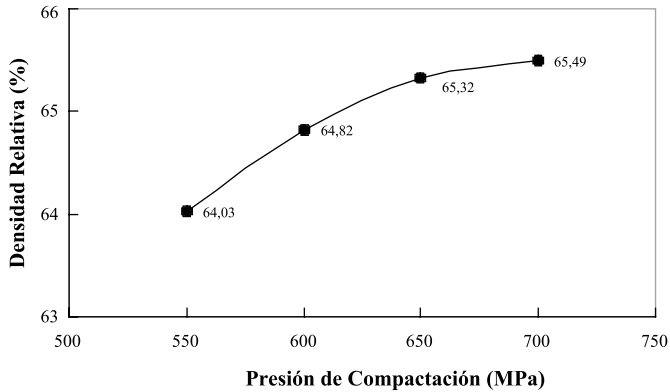


Figura 2. Curva de compresibilidad del polvo compuesto después de 10 horas de molienda.

las probetas del estudio de sinterabilidad. Los valores de densidad en verde alcanzan $6,6 \text{ g/cm}^3$, que corresponde a una densidad de 65 % de la teórica, valor similar a los obtenidos en la fabricación de carburos cementados (17).

3.2. Estudio de sinterabilidad

La evolución de la densidad relativa y la variación dimensional en función de la temperatura y tiempo de sinterización se muestra en la figura 3. La característica más destacable es que se alcanzan valores de densidad del 99,85 % de la teórica, a $1350 \text{ }^\circ\text{C}$, para los dos tiempos de sinterización empleados. Cabe destacar que la influencia del tiempo de sinterización en la densidad se aprecia para temperaturas inferiores a $1340 \text{ }^\circ\text{C}$, suponiendo un mayor tiempo incrementos de densidad considerables. Por otro lado, la variación dimensional que experimentan las probetas sigue la misma tendencia que la densidad, alcanzándose valores de contracción del 14 % para las temperaturas mayores, comparables también con las que experimentan los carburos cementados.

La evolución de la dureza con la temperatura y tiempo de sinterización sigue de nuevo las mismas tendencias que las anteriores propiedades, como se aprecia en la figura 4, alcanzándose valores máximos de 73 HRA, valor ligeramente inferior a los carburos cementados de mayor contenido en fase metálica, como era de esperar debido a que en el material objeto de estudio la cantidad de fase cerámica es menor. Sin embargo, este valor de dureza puede ser incrementado mediante tratamientos térmicos.

3.3. Estudio microestructural

El estudio microestructural realizado mediante MEB indica que el aumento de la temperatura de sinterización da lugar a cambios en la forma, tamaño y composición de los carburos presentes en los materiales. En la figura 5 se observan estos cambios: para bajas temperaturas de sinterización es difícil distinguir los dos tipos de carburos añadidos por diferencias de contraste, ya que ambos tienen números atómicos medios muy similares. Sin embargo, al aumentar la temperatura, se aprecian diferencias de contraste, que implican diferencias de composición, además de un cambio en el tamaño. Así, los carburos ricos en W adquieren una tonalidad más oscura debido a que reaccionan con el Fe de la matriz dando lugar a carburos complejos, de mayor tamaño, mientras que los carburos de Ta permanecen estables en composición y tamaño. Las reacciones entre carburos y matriz dan lugar a un incremento en la cantidad de fase cerámica. Con ayuda de técnicas de análisis de imágenes se ha contabilizado que el área ocupada por la fase cerámica a $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ es de 47 %, mientras que a $1350 \text{ }^\circ\text{C}$ es del 52 %. Estas reacciones aseguran además una buena unión matriz-refuerzo.

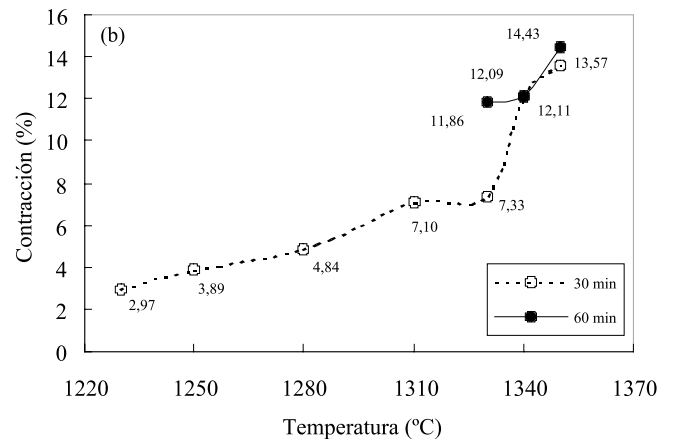
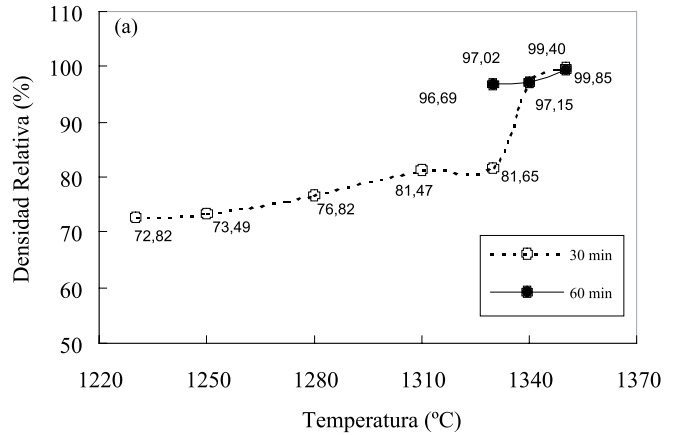


Figura 3. Evolución de la densidad relativa (a) y la variación dimensional (b) con la temperatura y el tiempo de sinterización.

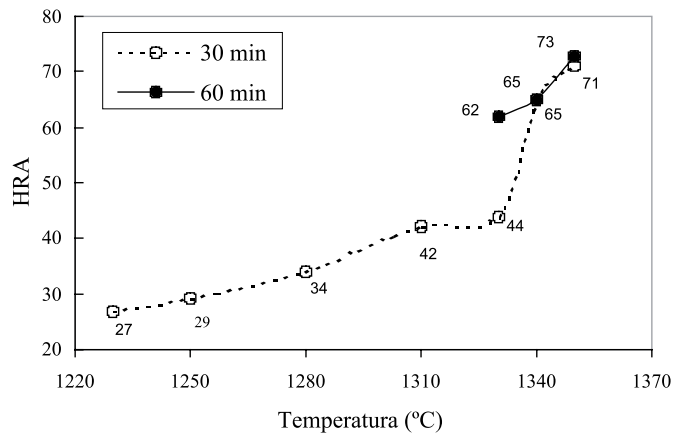


Figura 4. Evolución de la dureza con la temperatura y el tiempo de sinterización.

4. CONCLUSIONES

Es posible la obtención de materiales compuestos base Fe con densidad total mediante técnicas pulvimetalúrgicas convencionales.

El proceso de aleación mecánica es clave para el éxito en la producción de este tipo de materiales ya que permite una buena distribución de carburos en la matriz evitando la formación de aglomerados.

La dureza que presentan los materiales en estado sinterizado es comparable a la de los aceros rápidos en el mismo estado, siendo posible el aumento de la misma mediante tratamientos térmicos.

La microestructura de los materiales sinterizados presenta cam-

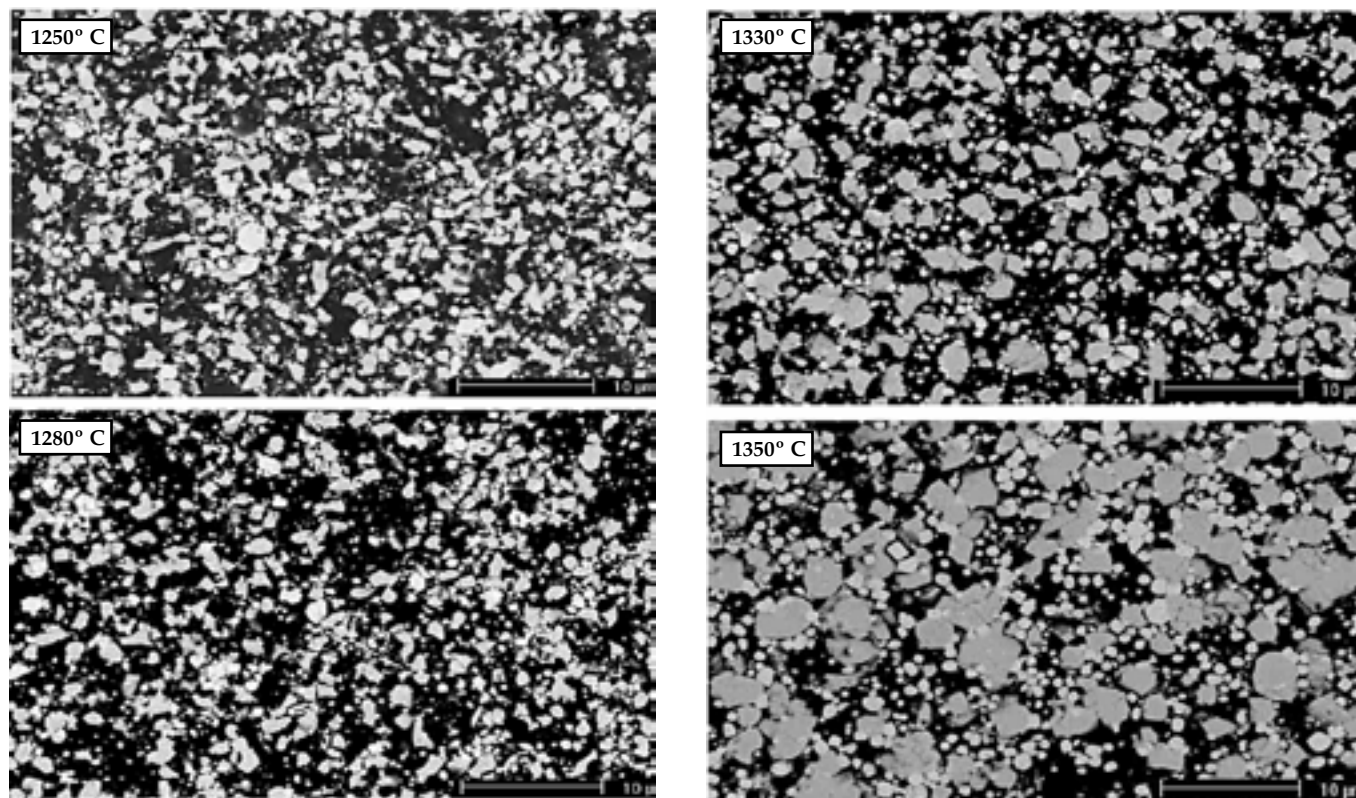


Figura 5. Evolución microestructural de los materiales compuestos Fe-WC-TaC con la temperatura de sinterización. Tiempo de sinterización, 30 min.

bios significativos al aumentar la temperatura de sinterización. Los carburos añadidos reaccionan con la matriz formando carburos complejos que dan lugar a mayor cantidad de fase cerámica presente, y proporcionando buena unión matriz-refuerzo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la CICYT la financiación aportada a través del proyecto MAT2000-0439-C02-02.

BIBLIOGRAFÍA

1. F. Thummler, Ch. Gustfeld. "Sintered steel with high content of hard phases". *Powder Metallurgy Int.*, vol. 23 (1991), 5, pp.85.
2. J.D. Bolton. "Sintered behaviour of composite mixtures based upon high speed steels with hard carbide content". *Controlling the properties of powder metallurgy parts through their microstructure*. París, 19-21 mars, 1990, n°15. Société Française de Métallurgie.
3. J.D. Bolton et al. «The structure and properties of sintered metal matrix composites based on mixtures of HSS and TiC». *Advances in Powder Metallurgy* (1992), vol. 8, pp. 97-110.
4. E.Y. Gutmanas, D. Zak. "Mechanical behaviour of cold sintered HSS - carbides composites". *Modern Developments in Powder Metallurgy* (1988), vol. 20, pp. 421-429.
5. J.M. Torralba, L.E.G. Cambroner, J.M. Ruiz-Prieto, M.M. Das Neves. "Sinterability study of PM M2 and T15 high speed steels reinforced with tungsten and titanium carbides". *Powder Metallurgy*, 1993, vol. 36, n° 1, pp. 55-66.
6. F. Thummler, Ch. Gustfeld. "Sintered steel with high content of hard phases". *Powder Metallurgy Int.*, vol. 23 (1991), 5, pp.85.
7. W.C. Zapata, C.E. Da Costa, J.M. Torralba. "Sinterability and wear behaviour of P/M high speed steel reinforced with NbC composite". *Journal of Materials Processing Technology*, 53, 1995, pp. 483-490.
8. J.D. Bolton, A.J. Grant. "Heat treatment of P/M high speed steel metal matrix composites". *Proceedings European Conference on Advanced PM Materials*, Birmingham 23-25 oct. 1995, vol.1, pp. 388-395.
9. J. D. Bolton, A.J. Grant. "Heat treatment response of sintered M3/2 high speed steel composites containing additions of manganese sulphide, niobium carbide and titanium carbide". *Powder Metallurgy*, vol. 39, n° 1, 1996, pp. 27- 35.
10. E. Gordo, "Refuerzo de aceros rápidos por adición de carburos complejos de tantalio y niobio", PhD Thesis, Universidad Politécnica de Madrid, (1998).
11. E. Gordo, F. Velasco, N. Antón, J.M. Torralba. "Wear mechanisms in high speed steels reinforced with (NbC)p and (TaC)p MMC's". *Wear* 239 (2000), 251-259.
12. E. M Ruiz-Navas, C. E. Costa, F. Velasco, J.M. Torralba. *Rev. Met.*, 36 (2000), 279-286.
13. Z.Y.Liu, N.H. Loh, K.A. Khor, S.B. Tor. "Mechanical alloying of TiC/M2 high speed steel composite powders and sintering investigation". *Mat. Science and Eng. A311* 13-21 (2001).
14. E.Gordo, A. Rubio, F.J. Velasco, J.M. Torralba. "Microstructural development of high speed steels metal matrix composites". *Journal of Materials Science Letters* (2000), 19, pp. 2011-2014.
15. J. L. Ellis. *Cermets. ASM Handbook*, vol 2, 1990.
16. J.S. Benjamin, T.E. Violin. "The mechanism of mechanical alloying". *Metallurgical Transactions* (1974), vol. 5, pp. 1929-1934.
17. *ASM Handbook. Powder technologies and applications*, vol 7, 1998.

Recibido: 1.2.03

Aceptado: 30.11.03