

Nafarroako Unibertsitatea
Zientzietako Fakultatea

Universidad de Navarra
Facultad de Ciencias



Sinterizazio-Atmosferaren eragina M graduko (ASP 30)
Altzairu Laster baten dentsifikazio eta propietate mekanikoetan

Influencia de la atmósfera de sinterización en la densificación y las
propiedades mecánicas de un acero rápido de grado M (ASP 30)

Zientzian Doktore maila lortu asmoz
IDOIA URRUTIBEASKOA IRALA
andereak aurkezten duen
MEMORIA

MEMORIA
que para optar al Grado de Doctor en Ciencias
presenta
IDOIA URRUTIBEASKOA IRALA

DONOSTIA, 1992-KO MAIATZA

Javiri

*neuk baino ondiokan
poza haundiaua
hartu dauana.*

*eta nerekin izan zarien
lagun guztioi*

ESKERRAK

Lan hau burutua izan baldin bada, pertsona eta erakunde hauei esker izan da:

Batez ere, J. Urcola Galarza Doktoreari, zeinek bere jakintasuna eta laguntza eskaini dizkidan, bai arazo teknologiko eta zientifikoetan bai adiskidetzat hartuz. Berarengatik izan ez balitz, lan hau inoiz ez litzateke burutuko.

Altzairu Lasterreko talde osoari: V. Martínez Doktoreari, zeinak metalurgiaren edertasuna ikusten erakutsi zidan; R. Palma Doktoreari, bere ikerketa bizi zuena; S. Jauregi Jaunari, azken urtetako adiskidea, hainbeste ordu pasatu ditugu elkarrekin "zergatik?" guztien bila, eta iritsi "berri"-ei, S. Talacchia Andereñoa eta I. San Martín Jaunari, argazkilari habilak; azkenik, X. Urzelai eta G. Solana Jaunei, gure lanaren jarraitzaileak.

J.M. Rodríguez Doktoreari, propietate mekanikoak aztertzen lagundu zidana eta euskara-arazoetan aholkularia izan dena.

A.S. Wronski Professorari, nigan izan duen interesarengatik eta saiakuntza mekanikoen azterketan eskaini zidan laguntzagatik.

K. Ostolaza Jaunari, nirekin izan dena hasiera-hasieratik, gauza on eta txarretan, fase guztiak nirekin batera bizitzen eta ilusioa ematen.

C.E.I.T.-eko ikertzailei, zekitenean lagundu didatenak eta askotan animatu nautenak.

Nire ikaskideei, nirekin sofritu eta poztu direnak, elkarrekin hainbeste gauza ikusi, egin eta pasatu ditugunak.

Gainontzeko pertsonalari, elkarrekin izan ditugun harremanak gizatartu egin bait dute nire ikertzaile-heziketa.

Nire ondoan izan ditudan guztiei, C.E.I.T.-etik kanpo eta barnean, beren ardura adierazi didatelako eta doktoradutzaren faseak jasan dituztelako.

Euskal Jaurlaritzari eta C.E.I.T, tesiaren iraopenaren zehar eman didaten laguntza ekonomikoarengatik.

Eta azkenik, zerrenda honetan agertzeko merezimendu guztiak izan arren, aipatuak izan ez direnei.

Guztiei adierazi nahi diet nire esker beroenak.

AGRADECIMIENTOS

Si este trabajo se ha concluido ha sido gracias a:

Ante todo, al Dr. J. Urcola Galarza, quien me ha ofrecido en todo momento su sabiduría y su ayuda tanto ante los problemas tecnológicos y científicos que me han surgido como con su apoyo humano. De no haber sido por él, este trabajo jamás se hubiese realizado.

A todo el grupo de Aceros Rápidos: al Dr. V. Martínez, que me enseñó a apreciar la belleza en la metalurgia; al Dr. R. Palma, que vivía la investigación; al Sr. S. Jauregi, compañero en los últimos años, con quien tantas horas he pasado en busca de los "por qué?", y a los "recien" llegados, Srta. S. Talacchia y Sr. I. San Martín, hábiles fotógrafos; finalmente, los Srs. X. Urzelai y G. Solana, continuadores de nuestro trabajo

Al Dr. J.M. Rodríguez, que me ayudó a analizar las propiedades mecánicas y fue mi consejero en las cuestiones relacionadas con el euskera.

Al Professor A.S. Wronski, por el interés mostrado y la ayuda que me ofreció en el análisis de los ensayos mecánicos.

Al Sr. K. Ostolaza, que ha estado conmigo desde el principio, en lo bueno y en lo malo, viviendo conmigo todas las fases y transmitiéndome ilusión.

A los investigadores del C.E.I.T., que me han ayudado en lo que en lo que sabían y me han animado muchas veces.

A mis compañeros, que han sufrido y se han alegrado conmigo y con quienes tantas cosas he compartido.

Al personal no investigador, pues su relación conmigo ha humanizado mi formación investigadora.

A cuantos han estado junto a mí, tanto dentro como fuera del C.E.I.T., me han expresado su preocupación y han soportado las fases del doctorado.

Al Gobierno Vasco y al C.E.I.T., por la ayuda económica que me han dado a lo largo de la duración de la tesis.

Y finalmente, a cuantos, injustamente, no aparecen en esta lista.

A todos ellos quiero expresar mi más sincero agradecimiento.

"SINTERIZAZIO-ATMOSFERAREN ERAGINA M GRADUKO (ASP 30) ALTZAIRU
LASTER BATEN DENTSIFIKAZIO ETA PROPIETATE MEKANIKOETAN".

LABURPENA

Bi M graduko tresneriarako altzairu lasterren, Px30 eta Px30S deritzenak, sinterizazio eta tratamendu termikoen aurreko portaera eta propietate mekanikoak aztertzen dira.

Sinterizazioaren ikerketarako sinterizazio-tenperatura eta -atmosferaren eta hautsei egindako % 0.2 C elementalaren gehikuntza izan ziren kontutan, sinterizazio-denbora 60 min.-zkoa zelarik. Kontutan hartutako atmosferak hutsea eta gas-nahasi industrialak izan ziren, azken hau % 90N₂, % 9 H₂ eta % 1 CH₄ -koa zelarik.

Dentsitate teorikoaren % 99-ko dentsifikazioak lortu ziren. Dentsitate hau lortzeko behar zen tenperatura beherena (Sinterizazio-Temperatura Optimoa) bi altzairuetan 25-30°C txikiagoa zen gasean sinterizatzean hutsean egitean baino. Grafito-gehikuntzak ere STO delako hau jeitsi egin zuen, 10-15°C hutsean eta 20-25°C gasean.

Altzairuen nitrogenazioaren beste ondorio batzu hondar-austenita kopuruaren handitzea (% 10-etik 60-etara) eta MC Banadiozko karburoen Karbono-edukinaren zati baten Nitrogenozko ordezkapena, Banadiozko karbonitruoak sortzen zirelarik, izan ziren. Karbonitruo hauek MC-ak baino xeheagoak eta sakabanatuagoak dira, eta gasean gain-sinterizatzean ale-hazkuntza eragozten dute.

Eragin hau da, eutektikoen agerpenaren atzerapenarekin bat, "sinterizazio-bitarte"-a zabaltzera daramana, gasean sinterizatutako altzairu lasterrak egokiak eginaz tenperatura-kontrol zehatza ez duten labeetan fabrikatuak izateko.

Tratamendu termikoak austenizazio eta tenplaketa eta ordu beteko iraketa hirukoitzatan datzate. Gogordura sekundarioaren tontorra gasean sinterizatutako laginetan hutsekoetan baino 85°C ere gorago gertatzen zen. Lortutako gogortasun gorena 1011 HV₁₀-koa izan zen gasean sinterizatutako Px30-ean eta 943 HV₁₀-koa hutsekoetan.

Haustura-zailtasuna neurtzeko Barker-ek proposatutako "v"-hozka duten probeta zilindriko motzeko metodoa erabili zen. % 40 γ_R -a zutenean tentsioen intentsitate-faktorea 18 MPa \sqrt{m} -ekoa izan zen Px30S-an eta 24 MPa \sqrt{m} -koa Px30 gasean sinterizatutakoetan. Hondar-

"INFLUENCIA DE LA ATMÓSFERA DE SINTERIZACIÓN EN LA DENSIFICACIÓN Y LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN ACERO RÁPIDO DE GRADO M (ASP 30)".

RESUMEN

Se analiza el comportamiento a sinterización y ante los tratamientos térmicos y las propiedades mecánicas de dos aceros rápidos de herramientas de grado M, Px30 y Px30S.

Para el estudio de la sinterización se tuvo en cuenta la temperatura y atmósfera de sinterización y el efecto de la adición de un 0.2 % C elemental a los polvos, siendo el tiempo de sinterización constante e igual a 60 min. Las atmósferas consideradas fueron vacío y mezcla gaseosa industrial, de composición 90 %N₂, 9 % H₂ y 1 % CH₄.

Se alcanzaron densificaciones del 99 % de la teórica, encontrándose que para ambos tipos de acero la temperatura mínima a la que se obtuvo dicha densidad (Temperatura Óptima de Sinterización) fue 25-30°C menor al sinterizar en gas que en vacío. También la adición de grafito redujo la TOS 10-15°C en vacío y 20-25°C en gas.

Otros efectos de la nitrogenación de los aceros fue el incremento en la cantidad de austenita retenida (de 10 a 60%) y la sustitución de parte del carbono de los carburos de vanadio, MC, por nitrógeno, produciéndose carbonitruros de vanadio. Estos carbonitruros, son más finos y dispersos que los MC e impiden el crecimiento de grano al sobresinterizar en gas.

Este hecho, junto con el retraso en la aparición de eutécticos lleva a una ampliación del rango o "ventana de sinterización", lo que hace a los aceros rápidos sinterizados en gas aptos para ser fabricados en hornos de control no muy estricto de temperaturas.

Los tratamientos térmicos consistieron en austenización y temple y revenidos triples de 1 hora cada uno. Se encontró que el pico de endurecimiento secundario se producía en las muestras sinterizadas en gas hasta a 85°C por encima del correspondiente a muestras sinterizadas en vacío. Las durezas máximas alcanzadas fueron de 1011 HV₁₀ para el Px30 sinterizado en gas y 943 HV₁₀ para el sinterizado en vacío.

Para medir la tenacidad a la fractura se utilizó el método propuesto por Barker con probetas cilíndricas cortas con entalla "chevron". Se encontró que para un 40 % γ_R el factor de intensidad de tensiones era de 18 MPa \sqrt{m} para el Px30S y de 24 MPa \sqrt{m} para el Px30 sinterizados en gas, mientras que cuando la cantidad de austenita retenida era de sólo el 5 %, $K_{IC} = 16$ MPa \sqrt{m} (Px30S) ó 13 MPa \sqrt{m} (Px30). En vacío no se obtuvo una variación tan grande de la cantidad de austenita retenida, con lo cual $K_{IC} \approx 15$ MPa \sqrt{m} (5 % γ_R , tanto para el Px30 como para el Px30S).

austenita kopurua % 5-ekoa bakarrik zenean, ordea, $K_{IC} = 16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -ekoa (Px30S) edo $13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -ekoa (Px30) bakarrik gertatu zen. Hutsean ez zen aurkitu honen hondar-austenita kopuruaren aldakuntza handia, beraz, $K_{IC} \approx 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (% 5 γ_R , bai Px30-aren bai Px30S-aren kasuan).

Lau puntutako makurdura saiakuntzei dagokienean, hausturarekiko erresistentzian eragin gehien zuen parametroa materialaren akatsak zirela ikusi zen, hauek hutsuneak eta zikinkeria zirelarik bereziki. Hortaz, bai hasierako hautsen garbitasuna bai erabilera axolatia garrantzi handikoak dira material ona lortzeko.

Plastizidatea kontutan izan zen hausturarekiko erresistentzia kalkulatzeko, kontutan hartzen ez bazen lortzen zen erresistentzia (itxurazko erresistentzia) % 20-a ere handiagoa agertzen bait zen.

Isurpen-tentsioa, bestalde, hondar-austenita kopuruaren menpekoa da. Fase martentsitiko eta austinitikoak kontutan izanaz nahasi-lege bat aplikatuz martensitaren isurpen-tentsioa handiegia lortu zen, baina hondar-austenita kopuru handiagoetan lege hau egokia agertu zen.

Azkenik, hondar-austenita edukin handietan saturazio bat gertatzen zen, bai elastikotasun-moduluarena bai haustura-zailtasunarena, beste autorek ere aurkitu duten bezala.

En cuanto a los ensayos de flexión en cuatro puntos, se observó que el parámetro que más influía sobre la resistencia a la fractura eran los defectos del material, que fueron principalmente poros o impurezas. Por lo tanto, tanto la limpieza de los polvos de partida como el cuidado en su manipulación resulta de primordial importancia para la obtención de buen material.

Para el cálculo de la resistencia a la fractura se tuvo en cuenta la plasticidad, encontrándose que cuando ésta se ignoraba (resistencia aparente) la resistencia se sobreestimaba en hasta un 20 %.

La tensión de fluencia, por su parte, varía con la cantidad de austenita retenida. La aplicación de una ley de mezclas teniendo en cuenta las fases martensítica y austenítica subestima la tensión de fluencia de la martensita, siendo en cambio aplicable para mayores contenidos en austenita retenida.

Finalmente, se observó una cierta saturación para contenidos altos en austenita retenida tanto del módulo de elasticidad como de la tenacidad a la fractura, hecho que también otros autores han encontrado.

AURKIBIDEA

1. Sarrera.	11
1.1 Potentzial ekonomikoa eta etekin industrialak.	13
1.2 Lanaren justifikazioa eta deskribapena.	15
2. Bilduma bibliografikoa.	19
2.1 Osagaiak.	19
2.2 Lorpena.	19
2.2.1 Lorpen tradizionala.	19
2.2.2 Hauts-metalurgia. Sinterizazioa.	20
2.3 Tratamendu Termikoak	22
2.3.1 Suberaketa.	22
2.3.2 Austenizazioa eta tenplaketa.	23
2.3.3 Iraoketa.	24
2.4 Propietate Mekanikoak.	25
2.4.1 Gogortasuna.	25
2.4.2 Hausturaren Mekanika Elastiko Linealaren aplikazioa.	26
2.4.2.1 Zailtasuna probeta trinkoetan.	26
2.4.2.2 Zailtasuna probeta zilindriko motzetan.	27
2.4.2.3 Hausturarekiko zailtasuna Altzairu Lasterretan.	30
2.4.3 Makurdurarekiko erresistentzia.	33
2.4.3.1 Lau puntutako makurdura-saiakuntza egoera elastiko eta plastikoan.	35
Irudiak.	41
3. Teknika Esperimentalak.	46
3.1 Hautsen karakterizazioa.	46
3.2 Nahasketa.	46
3.3 Trinkotzea.	46
3.4 Sinterizazioa.	47
3.5 Mikroegituraren behaketa.	48
3.5.1 Mikroskopia Optikoa.	48
3.5.2 Metalografia Kuantitatiboa.	48
3.5.3 Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoa.	48
3.5.4 X-Izpiren difrakzioa.	49
3.6 Tratamendu Termikoak.	51
3.7 Saiakuntza Mekanikoak.	52
3.7.1 Gogortasun-saiakuntza.	52
3.7.2 Barker zailtasun-saiakuntza	52
3.7.3 Lau puntutako makurdura-saiakuntza.	54

ÍNDICE

1. Introducción.	11
1.1 Potencial económico y beneficios industriales.	13
1.2 Justificación y descripción del trabajo.	15
2. Recopilación bibliográfica.	19
2.1 Constituyentes.	19
2.2 Producción.	19
2.2.1 Proceso convencional.	19
2.2.2 Procesos pulvimetalúrgicos. Sinterización.	20
2.3 Tratamientos Térmicos.	22
2.3.1 Recocido.	23
2.3.2 Austenización y temple.	23
2.3.3 Revenido.	24
2.4 Propiedades Mecánicas.	25
2.4.1 Dureza.	25
2.4.2 Aplicación de la Mecánica Elástica Lineal de la Fractura.	26
2.4.2.1 Tenacidad en probetas compactas.	26
2.4.2.2 Tenacidad en probetas cilíndricas cortas.	28
2.4.2.3 Tenacidad a la Fractura en Aceros Rápidos de Herramientas.	31
2.4.3 Resistencia a la flexión.	33
2.4.3.1 Ensayo de Flexión en Cuatro Puntos en Régimen Elástico y Plástico.	36
Figuras.	41
3. Técnicas Experimentales.	46
3.1 Caracterización de polvos.	46
3.2 Mezcla.	46
3.3 Compactación.	46
3.4 Sinterización.	47
3.5 Observación microestructural.	48
3.5.1 Microscopía Óptica.	48
3.5.2 Metalografía Cuantitativa.	48
3.5.3 Microscopía Electrónica de Barrido.	48
3.5.4 Difracción de Rayos X.	49
3.6 Tratamientos Térmicos.	51
3.7 Ensayos mecánicos.	52
3.7.1 Ensayo de dureza.	52
3.7.2 Ensayo de tenacidad Barker.	52

Taulak.	58
Irudiak.	62
4.Emaitzak.	66
4.1 Sinterizazioa.	66
4.1.1 Px30 altzairua.	66
4.1.2 Px30S altzairua.	70
4.2 Tratamendu Termikoak..	74
4.2.1 Px30 altzairua.	74
4.2.2 Px30S altzairua.	76
4.3 Saiakuntza Mekanikoak.	79
4.3.1 Barker zailtasun-saiakuntza probeta zilindriko motzetan.	79
4.3.2 Lau puntutako makurdura-saiakuntza.	83
Taulak.	91
Irudiak.	99
5. Eztabaida.	143
5.1 Dentsifikazioa.	143
5.1.1 Sinterizazio-Tenperatura Optimoa.	143
5.1.2 Nitrogeno-zurgapena.	143
5.1.3 Partikula Primarioak: beren eragina hondar-austenitaren ale- hazkuntzan.	146
5.1.4 Fase eutektikoen sorkuntzarako tenperatura apalena.	148
5.1.5 Karburoen konposaketa elementu metalikoetan.	149
5.1.5.1 M_6C karburoak.	149
5.1.5.2 MC karburoak.	150
5.1.5.3 MX karbonitruoak.	151
5.1.6 Karburo eutektikoen konposaketa kimikoa.	151
5.2 Tratamendu Termikoak.	153
5.3 Saiakuntza Mekanikoak.	155
5.3.1 Hausturarekiko zailtasuna.	155
5.3.1.1 Gogortasunaren eragina.	155
5.3.1.2 Hondar-austenita kopuruaren eragina.	155
5.3.1.3 Haustura-gainazalak.	156
5.3.2 Lau puntutako makurdura-saiakuntza.	157
5.3.2.1 Isurpen-tentsioa.	157
5.3.2.2 Hausturarekiko erresistentzia.	159
5.3.2.3 Pitzaduraren tamaina kritikoaren eragina.	160
5.3.2.4 Young-modulua.	162
Taulak.	164

3.7.3 Ensayos de flexión en cuatro puntos.	54
Tablas.	58
Figuras.	62
4. Resultados.	66
4.1 Sinterización.	66
4.1.1 Acero Px30.	66
4.1.2 Acero Px30S.	70
4.2 Tratamientos Térmicos.	74
4.2.1 Acero Px30.	74
4.2.2 Acero Px30S.	76
4.3 Ensayos Mecánicos.	79
4.3.1 Ensayos Barker de tenacidad en probetas cilíndricas cortas.	79
4.3.2 Ensayos de flexión en cuatro puntos.	82
Tablas.	91
Figuras.	99
5. Discusión.	143
5.1 Densificación.	
5.1.1 Temperatura Óptima de Sinterización	143
5.1.2 Absorción de nitrógeno.	143
5.1.3 Partículas Primarias: su efecto en el crecimiento de grano de la austenita retenida.	146
5.1.4 Temperatura mínima para la aparición de fases eutécticas.	148
5.1.5 Composición en elementos metálicos de los carburos.	149
5.1.5.1 Carburos M_6C .	149
5.1.5.2 Carburos MC.	150
5.1.5.3 Carbonitruros MX.	151
5.1.6 Composición química de los carburos eutécticos.	152
5.2 Tratamientos Térmicos.	153
5.3 Ensayos Mecánicos.	156
5.3.1 Tenacidad a la fractura.	156
5.3.1.1 Influencia de la dureza.	156
5.3.1.2 Influencia de la cantidad de austenita retenida.	156
5.3.1.3 Fractografía.	157
5.3.2 Ensayo de flexión en cuatro puntos.	158
5.3.2.1 Tensión de fluencia.	158
5.3.2.2 Resistencia a la fractura.	159
5.3.2.3 Efecto del tamaño crítico de grieta.	160
5.3.2.4 Módulo de Young.	162

Irudiak.	173
6. Ondorioak.	175
7. Iradokizunak.	177
Bibliografia.	179
Argitarapenak.	181

Tablas.	164
Figuras.	173
6. Conclusiones.	175
7. Sugerencias.	177
Bibliografía.	179
Publicaciones.	181

1. ATALA: SARRERA.

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN.

1. SARRERA

1975.ean hasita, hotzetako trinkotzea eta hutseko sinterizazioaren bidezko Hauts-Metalurgiaren teknikak altzairu lasterrezko piezak bukaerako formatan lortzea erraztu du (hala nola, tresneria, matrizeak eta plakatxoak); erraztasun hori dela eta, Hauts-Metalurgiak galdaketa eta forjaketaren bidez lortutako altzairu konbentzionalen merkatuaren zati handi bat hartu du. Sinterizazio zuzenak abantaila ekonomikoak ditu Berotako Trinkotze Isostatikoaren aurrean, mikroegitura larriagoa lortzen bada ere. Hutseko sinterizazio zuzenaz lortutako tresneriarako altzairu lasterren portaera konposaketa berdineko galdaketa eta forjaketaren bidez lortutako altzairu konbentzionalenaren antzekoa da termikoki tratatzen direnean, eta beraien propietate mekanikoak eta portaera ebaketan gutxienez parekoak dira. Altzairu Lasterren ohizko sinterizazio-tenperatura gutxienez 1240°C-koa da hutsean; tenperatura hori 1150°C-tara (edo gutxiagotara) jeisterik balego, sinterizazioa labe jarraietan egin ahal izango litzateke, honek ekarriko lituzkeen abantaila ekonomiko, teknologiko eta metalurgikoekin.

Helburu honi bi hurbiltze egiten ari zatzaizkio: konposaketa aldatu sinterizazio-bitarte (hau da, dentsitate totala lortzeko gai diren tenperatura-tartea) zabalagoak lortu asmoz, 1150°C-tara iritsiko liratekeenak eta konposaketa komertzialezko altzairuak Nitrogenokopuru handiko atmosferatan sinterizatzea. Bradford-eko Unibertsitateak ekin dio lehenengo hurbilketari, azkena, aldiz, CEIT-ean hasi zen. Zera aurkitu zen, hutsean beharrean $N_2-H_2-CH_4$ -atmosferatan sinterizatzean tresneriarako altzairuen sinterizazio-tenperaturek jeitsiera nabariak zituztela. Zenbait materialen sinterizazio arrakastatsuek lortu dira, adibidez, T42-a 1180°C-tan sinterizatu da, hutsean, berriz, 1235°C behar dira.

Sinterizazio-tenperaturaren jeitsiera hau disolbaturiko Nitrogenoak solidus-tenperaturan duen eraginagatik omen da. Sinterizagarritasun eta solidus-lerroaren arteko koerlazioa, fase-diagramaren γ +karburo+L eremuarekin, alegia, dagoeneko ezaguna da altzairu laster konbentzionaletan eta badirudi mantentzen dela karburoak karbonitruoek ordezkatuak direnean. Nitrogenoaren presentziak sinterizatu ondorengo hondar-austenita kopurua hutsean sinterizatutakoetan baino altuagoa izatea eragiten du, iraoketa-tenperatura altuagoak eskatuz gogortasun gorena lortzeko. Dena den, ez da Nitrogeno guztia austenitan disolbatzen sinterizazioan zehar: MC karburoak oso karbonitruo xeheak bihurtzen dira, Banadio asko dutenak eta ez direnak hazten gain-sinterizatzean.

Bi hurbilketa hauek konbinatzea sinterizazio-tenperatura industrialak jeisteko egokia badirudi ere, hau ez da ikertu. Industria japoiarrak, bereziki, Nitrogeno-kopuru handiko altzairu lasterrezko aleazioak lortzeko nahiago du Berotako Trinkotze Isostatikoa erabiltzea, zein metodo garestiagoa den.

Europa da sinterizazio zuzenaren ikerkuntza eta garapenaren buru; hala nola, Maulik eta Price-k hutseko sinterizazioan eta Palma eta lag.-ek $N_2-H_2-CH_4$ -atmosferakoan egindako lanek zerau erakutsi dute, badagoela sinterizazio-tenperatura jeisterik, hasierako hautsari

1. INTRODUCCIÓN

La vía de la pulvimetalurgia mediante compactación en frío y sinterización en vacío ha facilitado la producción a forma definitiva de piezas de acero rápido -como herramientas, matrices y plaquitas- desde 1975, llevando a la pulvimetalurgia a alcanzar un apreciable cuota del mercado de los aceros convencionales obtenidos por tecnología de fusión y forja. Frente a la vía de Compactación Isostática en Caliente, la producción por sinterización directa también ofrece una ventaja económica, aunque resulta una microestructura más grosera. Los aceros rápidos de herramientas producidos por sinterización directa en vacío tienen unas respuestas semejantes a los tratamientos térmicos y unas propiedades mecánicas y de corte por lo menos equivalentes a las de los aceros rápidos de composición similar obtenidos por fusión y forja. Si la temperatura de sinterización en vacío de aceros rápidos pudiera ser reducida de su nivel habitual de más de 1240°C a 1150°C o menos, la actual sinterización en lotes de piezas de acero rápido podría ser reemplazada por sinterización continua en horno de cinta, lo que podría tener considerables beneficios metalúrgicos, tecnológicos y económicos.

Se están realizando dos aproximaciones a este objetivo: modificar la composición para producir aleaciones de aceros rápidos de herramientas con amplias ventanas de sinterización -rango de temperaturas a las cuales la densidad total es alcanzable- que se extiendan hasta 1150°C y sinterización en atmósferas ricas en nitrógeno, normalmente de aceros de composiciones comerciales. La primera aproximación la ha iniciado la Universidad de Bradford, mientras que la última fue iniciada en el CEIT. Se encontró que sinterizando en atmósfera de $N_2-H_2-CH_4$ en lugar de en vacío se pueden alcanzar significativas reducciones en la temperatura de sinterización de los aceros de herramientas. Se ha publicado la sinterización con éxito, por ejemplo, del T42 a la temperatura de 1180°C, frente a los 1235°C que se precisan para sinterizar en vacío.

Se cree que la reducción de la temperatura de sinterización está asociada a la influencia del nitrógeno disuelto en la temperatura de solidus del acero. La correlación entre sinterizabilidad y la línea de solidus, con el campo de γ +carburo+L del diagrama de fases, ha sido ya establecida en aceros rápidos convencionales y parece mantenerse cuando los carburos son reemplazados por carbonitruros. La presencia de nitrógeno también lleva a que el nivel de austenita residual tras sinterizar sea más alto que en el acero rápido correspondiente sinterizado en vacío, necesitando de temperaturas de revenido ventajosamente más altas para alcanzar el pico de dureza. Sin embargo, no todo el nitrógeno está en solución en la austenita durante la sinterización: los carburos primarios MC cambian a carbonitruros muy finos, ricos en vanadio, que son muy resistentes al engrosamiento durante la sobresinterización.

Sería oportuno combinar ambas aproximaciones para minimizar las temperaturas de sinterización industriales, combinación que, sin embargo parece no haber sido investigada. La industria japonesa, en particular, parece preferir la más costosa ruta de la Compactación Isostática en Caliente para producir aleaciones de acero rápido ricas en nitrógeno.

Karbonoa gehituz, adibidez. Hutsean $N_2-H_2-CH_4$ -atmosfera sinterizatutako altzairu lasterretan egindako lan batzuk, bestalde, propietate mekanikoen eta higadurarekiko erresistentziaren hobekuntza lortu dute beste gehikuntza batzuren bitartez, galdaketa eta forjaketaren bitartez lor ez daitezkeen konposaketak erabiliz.

Hobetutako propietate hauei esker, altzairu laster hauek CVD- edota PVD-ren bitartez estaltzeko oinarritzko material hobiak izan litzakete. Honen garrantzia erremintek ertzeko karga handiak jasaten dutenean (torlojo-bururen konformaketarako matrizeak, adibidez) ikusten da batez ere, estaldura lodiagoa behar bait dute. Baina oraingoz sinterizazio-tenperatura konbentzionalak behar dira (hau da, $1240^\circ C$ baino altuagoak), Cu-P gehikuntzak ez badira egiten, behintzat, eta hauek materiala ebaketarako ez-egokia bihurtzen dute.

Hauts-Metalurgiazko altzairu lasterrezko erremintak estaldura gogor hauek izateko oso egokiak dira, beren egitura homogenoagoarengatik, estaldu ondoren jasan behar duten tratamendu termikoetan altzairu konbentzionalak baino tamaina-aldaketa eta distortsio txikiagoak izaten bait dituzte. Estaldura CVD-z egiten da, oso geruza meheak lortuz. CVD-ren bidezko estaldurak (Titanio Nitruoa, Titanio Karburoa eta Titanio Karbonitruoak erabiltzen dira, bai geruza bakarrekoa bai anizkuna, lehenbizikoa erabiliagoa delarik) altzairu lasterrezko erreminta askoren portaera hobetzen du, adibidez, hotzetan tinkatzeko puntzoiena, matrizena, tutuentzako terrailena, formarako erremintena eta plakatxoen.

Azken hauek bereziki oso garrantzitsuak dira. Aspaldian ezagutzen da ebaketa-plakatxoen zenbait altzairu laster konbentzionalazko ebaketa-erreminten piezak ordezkatzeko ahalmena. Hain garrantzitsuak dira non erabiltzaile, produktzaile eta ikertzaileren arteko inkesta batetan zera agertu zen, hamarkada honen hasieran, altzairu lasterrez egin ahal zen metal-ebaketaren % 50 -a plakatxo hauekin egiten zela.

Smith eta lag.-ek garatutako ikerkuntzak hutsean sinterizatutako altzairu lasterrezko plakatxoak CVD-ren bidez TiN-z estaltzeak abiadura normaleko ebaketa-portaera hobetzen duela agertu zuten. TiN-zko estaldurek edota hauen modifikazioek (adibidez, (C,N)Ti, TiAlN), nahiz CVD-z nahiz PVD-z eginak, ez dituzte ebaketa-abiadura erabilgarriak handitzen, eta eten bat dago altzairu lasterrezko eta metal gogorrezko erreminten ebaketa-abiaduren artean.

Aluminazko (Al_2O_3) estaldurek metal gogorrezko erreminten ebaketa-portaera hobetzen dute. Honen arrazoiak, estaldura hauen egonkortasun kimikoa eta goi-tenperaturatan herdoiltze-erresistentziaz gain, tenperatura igotzean beren eroankortasun kimikoak jeitsi egiten direla dira.

Al_2O_3 -zko estaldurek ebaketa-abiadura handiagoak permititzen dituzte, eta altzairu laster eta metal gogorraren arteko bitartea beteko dutela espero da. Baina ebaketa-abiadura handiagoa dela eta tenperatura altuagotan egiten bada lana, oinarritzko materialek gogor-

Es Europa quien lidera la investigación y el desarrollo en sinterización directa y, por ejemplo, los trabajos realizados por Maulik y Price y por Palma y col. en aceros rápidos sinterizados en vacío y en atmósfera de $N_2-H_2-CH_4$, respectivamente, han mostrado que se pueden alcanzar mayores reducciones de la temperatura de sinterización por adición de carbono al polvo de partida. Trabajos en aceros rápidos sinterizados en vacío y en atmósfera de $N_2-H_2-CH_4$ han demostrado, por otra parte, que se pueden lograr mejoras en propiedades mecánicas y de resistencia al desgaste por medio de otras adiciones, llevando a nuevas composiciones no obtenibles por fusión y forja.

Potencialmente, estas propiedades mejoradas pudieran proveer de mejores soportes para recubrimientos duros depositados en herramientas de acero rápido por CVD o PVD. Esto podría ser especialmente útil allá donde dichas herramientas están sujetas a altas cargas de borde, por ejemplo, matrices para el conformado de cabezas de tornillo, y podrían facilitar los deseables incrementos en el espesor del recubrimiento. Sin embargo, por el momento se necesitan temperaturas de sinterización convencionales (es decir, por encima de $1240^\circ C$) a no ser que se hagan adiciones de Cu-P, que hacen el material inadecuado para su uso como herramienta de corte.

Las herramientas de acero rápido pulvimetalúrgico son, de hecho, especialmente apropiadas para su recubrimiento con finas capas de recubrimiento duro mediante procesos de CVD, pues, como resultado de su más uniforme estructura metalúrgica, son mucho menos susceptibles que los aceros de fusión y forja a cambios en tamaño y distorsión durante el imprescindible tratamiento térmico post-recubrimiento. La aplicación de recubrimientos por CVD, incluyendo nitruro de titanio, carburo de titanio y carbonitruro de titanio, tanto en forma mono como multicapa (siendo la primera la más aplicada) mejora considerablemente el comportamiento de un amplio rango de herramientas de aceros rápidos, incluyendo punzones de recalcar en frío, matrices, terrajas para tubos, herramientas de forma y plaquitas.

Estas últimas son de particular significancia. Hace tiempo que se reconoció la capacidad de las plaquitas de corte de reemplazar a ciertas piezas de herramientas de corte de acero rápido convencional. De hecho, tal es su importancia que en una encuesta entre usuarios, productores e investigadores de herramientas de corte se sugirió que, al principio de la presente década, el 50% de todo el corte de metal apropiado para ser realizado con herramientas de acero rápido se hacía con estas plaquitas.

La investigación desarrollada por Smith y col. ha mostrado que la aplicación de recubrimientos de CVD de TiN a plaquitas de acero rápido de herramientas pulvimetalúrgico sinterizado en vacío provoca una marcada mejora en su comportamiento en corte a velocidades normales. Ni los recubrimientos de TiN por CVD o PVD ni los de sus modificaciones (p.e. (C,N),Ti, TiAlN) facilitan el deseado incremento en las velocidades de corte para cubrir la discontinuidad existente entre las velocidades de corte de los aceros rápidos y las de las herramientas de metal duro.

Actualmente se reconoce que los recubrimientos de óxido de aluminio (Al_2O_3) mejoran el comportamiento en corte de las herramientas de metal duro. Esto se debe a su gran es-

ragoak izan behar dute, eta batez ere, iraoketarekiko erresistentzi handiagokoak. Nitrogenoz sinterizatutako altzairuak dira abantail hau ematen dutenak.

1.1 Potentzial ekonomikoa eta abantail industrialak

Hauts-Metalurgiaz lortutako altzairu lasterren abantailak ongi ezagunak dira gaur egun, eta arrakasta honen arrazoi orokorrak ulergarriak dira. Gradu batzuren prolema, aldiz, batez ere oso erabilia den M2-arena, hutsean sinterizatutako altzairu lasterrezko piezak ez-berregingarriak direla da. Hau labearen luzeran tenperatura desberdinak lortzen direlako gertatzen da, azpi- edo gain-sinterizatutako pieza-kopuru handi bat izaten delarik laberaldi bakoitzean. Akats hauek zuzentzeko metodoek, Berotako Trinkotze Isostatikoa edota sinterizatu ondorengo berotako konformaketa, alegia, materiala gareztitu egiten dute. Beraz, metodo honen bidez oso pieza onargarriak lortzen badira ere, materialaren prezio handia jasan dezaketen piezei mugatua dago. Honez gain, zati bero osoan tenperatura-kontrol zehatza duten hutseko labeen prezioa eta hauen erabilerarena oso altuak izanik, metodo honetaz lortutako materialek ezin izan diete merkatu-zati handiago bat hartu galdaketaz lortutako altzairu lasterre. Arazo hauek konpontzeko, "sinterizazio-bi-tartea" zabaldu behar da eta altzairu lasterren sinterizazio-tenperatura jeitsi.

Azken honi dagokionean, altzairu lasterren sinterizazio-tenperatura 1150°C-raino jeitsiko balitz Kupre- eta antzeko elementu-gehikuntzarik egin gabe (hauek ebaketa-portaera gaitzesten bait dute), altzairu lasterrezko piezak trinkotze eta labe jarraietan sinterizazioaz lortuko lirateke. Sinterizazio gas-atmosferen erabilerak konposaketa berriak, altzairu lastertzat har badaitezke ere, dituzten erremintak 1150°C-tan labe jarraietan sinterizatzeko bide berri bat irekitzen du. Lorpen bide berri hau erabiliz altzairu laster honetazko erremintek ohizko metodoaz lortu eta gero mekanizatutakoak ordezkatzeara permitituko luke, hain handia da kosteen murrizketa. Hau da, zehatz mehatz, gaur egun gertatzen dena Hauts-Metalurgiazko burdin-aleazioekin, eta Hauts-Metalurgiazko osagai estrukturalen industria hain konpetitiboa egiten duena.

Sinterizazio-prezioan gertatzen diren diferentziak faktore hauetan datzate:

1. Labearen produkzioa

Hutseko labea

Karga bat bider bakoitzean. Berotze-ziklo bat behar da karga tenperaturara berotu, tenperatura finkatutako denboran mantendu eta giro-tenperaturara hozteko deskargatzeko. Hauexek lirateke balio tipiko batzuk: 60 Kg.-eko edukina, 24 ordu berotzeko, ordu beteko sinterizazioa, 24 ordu hozteko.

Labe jarraia

Zinta bakoitzeko karga, 1 Kg/150 mm karrera. Zintaren abiadura, 150 mm/min., produkzioa: 60 Kg/o.

tabilidad química y resistencia a la oxidación a elevadas temperaturas y a que su conductividad térmica decrece con la temperatura.

Los recubrimientos de Al_2O_3 permitirían unas velocidades de corte mucho más elevadas y se prevé que puedan cubrir el "gap" entre aceros rápidos y metal duro. Ahora bien, el trabajo a más altas temperaturas como consecuencia de las mayores velocidades de corte exige de sustratos más duros y, sobre todo, más resistentes al revenido. Los aceros sinterizados en nitrógeno parecen ofrecer esta ventaja.

1.1 Potencial económico y beneficios industriales

Las ventajas de los aceros rápidos producidos por la ruta de la pulvimetalurgia están actualmente bien documentadas y las razones tecnológicas para su éxito se comprenden en términos generales. Un problema con algunos grados, sin embargo, particularmente con el muy utilizado convencionalmente M2, es la difícil reproducibilidad de las piezas de acero rápido sinterizado en vacío. Esto se debe a diferencias de temperatura a lo largo del horno, que hacen que se produzca una apreciable cantidad de piezas subsinterizadas o sobresinterizadas en cada lote. Los métodos para corregir estos defectos, como son la Compactación Isostática en Caliente o la deformación en caliente tras el proceso de sinterización, encarecen notablemente el material. Por lo tanto, aunque es posible producir piezas altamente aceptables por este método, está limitado a aplicaciones que puedan soportar alto coste de material. Además, el coste de capital de hornos de sinterización en vacío con control preciso de temperaturas sobre toda la zona caliente y su coste de operación son suficientemente altos como para impedir una penetración mucho mayor de productos de acero rápido pulvimetalúrgico en áreas actualmente dominadas por materiales de fusión y forja convencional. Estos problemas pueden ser resueltos ampliando la "ventana de sinterización" y reduciendo la temperatura de sinterización de los aceros rápidos, respectivamente.

Con respecto a esto último, si la temperatura de sinterización de los aceros rápidos pudiera ser reducida a un nivel tan bajo como 1150°C sin recurrir a adiciones como puede ser el cobre, que causan un drástico deterioro en el comportamiento en corte, las herramientas de acero rápido podrían ser producidas por compactación y sinterización en hornos continuos. La utilización de atmósferas gaseosas de sinterización ofrece una ruta potencial por la cual herramientas de nuevas composiciones, aunque todavía reconocibles como aceros rápidos, podrían ser exitosamente sinterizadas en un horno continuo a 1150°C . Este nuevo sistema de fabricación reduciría los costos a un nivel tal que llevaría a las susodichas herramientas de acero rápido a reemplazar las convencionalmente fundidas, forjadas y mecanizadas. Esta es exactamente la situación que actualmente se da con aleaciones férricas pulvimetalúrgicas convencionales y que hace a la industria de componentes estructurales pulvimetalúrgicos tan competitiva en costo.

2. Erabileraren kostea

Hutseko labea: 45 KW Potentzia.

Labe jarraia: 72 KW Potentzia, gasaren erabilera (Hidrogeno eta Nitrogenoa).

Labe hauen depreziazioa ahaztuz, sinterizatutako Kg. bakoitzeko kostea hutseko labean 10-20 bat bider labe jarraian sinterizatzearena da. Material- eta trinkotze-gastoak berdinak direnez, aurrezki nabaria dago koste totalen labe jarraiak erabiliz.

Abantail industrial eta ekonomiko hauek Nitrogeno-atmosferatan sinterizatutako altzairu lasterren produkzioari hutsekoan egindakoaren aurrean bakarrik dagozkio. Beste abantail bat, atmosferan sinterizatutako altzairu lasterren funtsezkoa dena hauxe da: sinterizatu ondorengo hondar-austenita kopurua handiagoa dela. Honek iraoketa-tenperaturak handiagoak izango direla esan nahi du. Beraz, gas-atmosferan sinterizatutako altzairu lasterrek erabilera-tenperatura altuagoak jasan ditzake hutsean sinterizatutakoak edo galdaketaz lortutakoak baino. Honez gain, mikroegitura uniformeagoa denez gero, atmosferan sinterizatutako altzairu lasterrezko erremintak oso egokiak dira material gogorrezko geruza mehez estaltzeko CVD-ren bidez. Estaldura hauek ebaketa-portaera egokia eta zailtasun handia behar duten aplikazioetan erabiltzeko onargarritasuna hobetuko lituzkete, egungo ahalmen ekonomiko eta industrialak izugarri zabalduz.

Momentu honetan, altzairu lasterrezko erreminten estaldura komertziala Titanioan oinarrituei mugatua dago, batez ere, Titanio nitruroa erabiltzen delarik. Estaldura hauek altzairu lasterrezko erreminten portaera (ebaketan ala ez) hobetzen dute, baina lehendabizikoaren kasuan, ebaketa-abiadura ohizkoetan edota altuxeetan bakarrik. Estaldura hauek ez dute, ordea, ebaketa-abiadura erabilgarria igo, nahi zen bezala, altzairu lasterrezko eta metal gogorrezko erreminten arteko bitartea beteaz. Abiadura-igoera hori alumina-estaldura berriek (Al_2O_3) lor dezaketela deritzo, ohizko abiaduretan ebaketa-portaera hobetuz gain.

Beraz, alumina-geruzaz estaldutako Hauts-Metalurgiazko erreminta berriek (merkeagoak direnak), ez lituzkete galdaketaz lortutako altzairu lasterrezko eta TiN-z estalitako altzairu lasterrezko ebaketa-erremintak bakarrik ordezkatu, baizik eta metal gogorrezkoak ere zenbait baldintzatan: hauen erabilera-abiadura txikienetan eta aldizkako ebaketan, alegia, metal gogorrezkoak hautsi egiten bait dira azken kasu honetan. Altzairu lasterrek metal gogorrek konparatuta duten zailtasun handiaren aplikazio bat abiadura handiko zura-ebaketarako altzairu lasterrezko erreminten merkatuan dago, erremintaren haustura katastrofikoaren beldurrik gabe lortuko bait dira gaur egun metal gogorra erabiliz bakarrik lor daitezkeen abiadura handiak.

Hauts-Metalurgiazko altzairu lasterrezko erreminten aldeko koste-diferentzia % 30-ekoa izan daitekeela uste da. Aluminak TiN-arekin konparatuta duen mikrogogortasun handia dela eta, aluminaz estaldutako erreminten portaera TiN-z estaldutakoena baino hobea izango da.

Las diferencias en el coste de sinterización se deben a los siguientes factores:

1. Producción del horno

Horno de vacío

Una carga cada vez. Se requiere un ciclo de calentamiento para calentar la carga a temperatura, mantener la temperatura durante el tiempo fijado y enfriar a temperatura ambiente para descarga. Valores típicos podrían ser: capacidad de 60 Kg, 24 horas de calentamiento, una hora de sinterización, 24 horas de enfriamiento.

Horno continuo

Carga por cinta típicamente de 1 Kg/150 mm de carrera. Velocidad de la cinta 150 mm/min., producción: 60 Kg/hr.

2. Costes de utilización

Horno de vacío: Potencia 45 KW.

Horno continuo: Potencia 72 KW, gasto de gas (hidrógeno y nitrógeno).

Ignorando la depreciación en estos hornos, el coste por Kg de sinterización en el horno de vacío es aproximadamente de 10 a 20 veces el de sinterización en horno continuo. Como los costes de material y de compactación son los mismos, hay un ahorro substancial en los costes totales usando hornos continuos.

Estas ventajas industriales y económicas hacen referencia únicamente a la producción de acero rápido de herramientas sinterizado en atmósfera de nitrógeno frente a la de vacío. Una ventaja añadida inherente a los aceros rápidos producidos por vía de sinterización en atmósfera es el mayor nivel de austenita retenida tras el sinterizado. Esto implica el uso de mayores temperaturas de revenido durante el tratamiento térmico. Por ello, el acero rápido sinterizado en atmósfera podría ser capaz de soportar mayores temperaturas de servicio que el sinterizado en vacío o que el convencional fundido y forjado. Además, gracias a su microestructura más uniforme, las herramientas de acero rápido sinterizado en atmósfera son especialmente apropiadas para su recubrimiento mediante finas capas de material duro por CVD. Estos recubrimientos mejorarían su comportamiento tanto en aplicaciones de corte como en aquéllas que precisan de alta tenacidad y por ello ampliarían considerablemente su actual potencial económico e industrial.

En este momento, el recubrimiento comercial de herramientas de acero rápido está limitado a los de base titanio, predominantemente, nitruro de titanio. Tales recubrimientos producen sustanciales mejoras tanto en comportamiento en corte como en no-corte de las herramientas de acero rápido, pero en el caso del primero, sólo a velocidades de corte convencionales y modestamente elevadas. Sin embargo, dichos recubrimientos no han facilitado el deseado incremento en la velocidad de corte utilizable para cubrir la discontinuidad existente entre herramientas de aceros rápido y de metal duro. Como resultado

Abantaila hauek ebaketa-erreminta hobetuei badagozkie ere, asoziatutako industriei ere ekarriko lizkiekete hobekuntzak. Adibidez, higaduran eta goi-tenperaturako korrosioan.

Bultzada handi bat jasan duen beste Hauts-Metalurgia arlo bat plastikoren laguntzaz injekzioz moldeatutako hauts metalikoena da. Garapenean dagoen teknologia honek matrizetan trinkotuz lortzerik ez dagoen osagai konplexuen Hauts-Metalurgiazko lorpena permititzen du. Teknika honen eremu bat tresneriarako altzairu lasterrezko osagai konplexuena da, zeintzuk injekziozko moldeaketaz eginak direnean ez duten operazio sekundarioen beharrik aldenik aldeneko zuloak, hozkak eta geometriak txirbilasleak izateko. Konfidantzazko osagai konplexuak sinterizatzeko ahalmenak osagai hauen kredibilitatea nabariki hobetuko luke.

Orokorrean, prozedura jarraiek kontrol hobegoa daukate eta, hortaz, lagungarria litzateke altzairu lasterrak labe jarraietan sinterizatu ahal izatea; horretarako 1150°C baino beherago sinterizatu beharko genituzke dentsitate osotara.

1.2 Lanaren justifikazioa eta deskribapena

CEIT-ean lehenago egindako ikerketetan T graduko zenbait altzairu lasterren N₂-H₂-CH₄-atmosfera-tako sinterizazioa aztertu da, bide honetako Sinterizazio-Temperatura Optimoa (STO) hutseko sinterizaziokoa baino apalagoa zela aurkituz; beraz, teknika hau egokia zirudien sinterizazio-tenperatura apalak lortzeko. M2-ean, berriz, alderantzizkoa gertatzen zen, gasean sinterizatzeko tenperatura hutsekoa baino altuxeagoa bait zen.

Portaera desberdin hau M graduko altzairuen berezkoa zen ala M2-arena bakarrik aztertu asmoz, lan hau M graduko bi altzairuren hutseko eta aipatutako atmosferako sinterizazioaren ikerkuntzan datza.

Ikerketa hau zenbait zatitan sailkatu da, aktibitate eta edukinen arabera: lehenbizi, konposaketa antzekoa zuten bi altzairuren sinterizazioa ikertu da, Px30 eta Px30S, konposaketa-desberdintasun bakarra Sufre-edukina zelarik; azkena mekanizagarritasun hobetutakoa zen. Gero, tratamendu termikoen aurreko portaera ikertu zen eta, azkenik, beren propietate mekanikoak.

Sinterizazioaren ikerkuntzan sinterizazio-denbora konstantea hartu zen, 60 minutuzkoa, aldagai hauek hartzen zirelarik kontutan:

- Temperatura.
- Sinterizazio-atmosfera (hutsea eta gas-nahasi industrialak, 90%N₂-9%H₂-1%CH₄).
- Karbono-edukina (grafito-gehikuntza).

de sus propiedades, se ha anticipado que el innovador uso de alúmina (Al_2O_3) como nuevo recubrimiento para herramientas de acero rápido podría facilitar este deseado incremento, además de mejorar el comportamiento en corte a velocidades convencionales. La aplicación de recubrimientos de alúmina a las nuevas herramientas pulvimetalúrgicas, de menor coste, podría por tanto llevar a que no sólo reemplazaran a las herramientas de corte de acero rápido convencional fundido y forjado y de acero rápido recubierto de TiN, sino también las herramientas de metal duro bajo ciertas condiciones: por ejemplo, a las más bajas velocidades de corte del rango de éstas y para aplicaciones de corte intermitente, donde tienden a fracturarse las de metal duro. Un beneficio adicional de la alta tenacidad de los aceros rápidos de herramientas comparados con el metal duro estará en el mercado de herramientas de acero rápido para corte de madera de alta velocidad, pues se podrán alcanzar sin riesgo de fallo catastrófico de la herramienta las altas velocidades actualmente sólo alcanzables con metal duro.

Se ha anticipado que la diferencia de coste en favor de las herramientas de acero rápido pulvimetalúrgico podría ser de hasta un 30%. La mayor microdureza de la alúmina comparada con el TiN llevaría también a que el comportamiento de las herramientas de acero pulvimetalúrgico con recubrimiento de alúmina fuera superior al de las recubiertas con TiN.

Aunque las ventajas pudieran estar específicamente dirigidas a herramientas de corte mejoradas, traerían también beneficios a las industrias asociadas. Se incluyen ejemplos de desgaste y corrosión a altas temperaturas.

Otro área de la pulvimetalurgia que viene recibiendo un gran impulso es el moldeo por inyección de polvos metálicos vehiculados mediante plásticos. Esta tecnología en desarrollo está haciendo posible la producción por pulvimetalurgia de componentes complejos que no son obtenibles por compactación de polvos metálicos en matrices. Un campo de actividad es el de los componentes complejos de acero rápido de herramientas, que cuando son producidos por moldeo por inyección, no necesitan de operaciones secundarias para proveer de agujeros pasantes, muescas y geometrías rompe-viruta. Una capacidad de sinterizar componentes complejos de confianza mejoraría grandemente la credibilidad de tales componentes en el mercado. Generalmente, procesos continuos llevan a mejor control del proceso y, por tanto, la producción de aceros rápidos de herramientas capaces de ser sinterizados a densidad total por debajo de 1150°C , permitiría el uso de hornos continuos.

1.2 Justificación y descripción del trabajo

En anteriores estudios realizados en el C.E.I.T. se ha investigado la sinterización en atmósfera gaseosa compuesta de $\text{N}_2\text{-H}_2\text{-CH}_4$ de diversos grados de aceros rápidos de tipo T, encontrándose que la Temperatura Óptima de Sinterización (TOS) era menor que la de los mismos aceros sinterizados en vacío y, por tanto, la técnica resultaba prometedora para conseguir bajas temperaturas de sinterizado. En cambio, en el M2 ocurría lo contrario, siendo la temperatura necesaria para sinterizar en gas algo mayor que la de vacío.

Tratamendu termikoei dagokienean, austenizazio- eta iraoketa-denborak konstanteak izan ziren (3 min. eta 60 min. bakoitzak), eta honako aldagai hauek kontsideratu ziren:

- Austenizazio eta Iraoketa-tenperatura.
- Sinterizazio-atmosfera (aurreko sailekoak).
- Px30-aren kasuan, tenplaketa-ingurunea (airetan, oliotan edo uretan).

Azkenik, ondoko aldagai hauen eragina ikertu zen portaera mekanikoan:

- Sinterizazio-atmosfera (hutsea eta atmosfera industriala).
- Iraoketa-tenperatura.
- Sinterizatu ondorengo Berotan Trinkotze Isostatiko-zikloaren ezarketa, Px30-aren hondar-hutsuneak itxi asmoz.

Ezaugarri hauek ebaluatu ziren:

Sinterizazioan

- Sinterizatu ondorengo dentsitatea.
- Hondar-austenita frakzio-bolumetrikoa STO-an.
- Ale-tamaina tenperatura desberdinetan.
- Karburu eta karbonitruo primarioen mota, konposaketa, tamaina eta frakzio bolumetrikoa.
- Karbono-, Nitrogeno- eta Oxigeno-edukin totalak STO-an sinterizatu baino lehen eta ondoren.

Tratamendu Termikoetan

- Tenplaketa- eta iraoketa-gogortasunak tratamendu bakoitzeko.
- Hondar-austenita kopurua, tratamendu bakoitzeko.
- Tenplaketa ondorengo ale-tamaina.
- Karburu-tamaina eta -kopurua.

Propietate Mekanikoetan

- Eragindako tratamendu termikoaren efektibitatearen kontrola: saiatuko ziren probeten gogortasuna eta hondar-austenita kopurua.
- Zailtasuna (zilindro motzeko Barker-saiakuntza).
- Young-modulua.
- Elastikotasun-muga.
- Hausturarekiko erresistentzia eta deformazioa, azken guzti hauek lau puntutako makurduran.
- Hausturaren ebaluazio kualitatiboa: mota, ezaugarriak eta hasiera-tokia eta akats eragilea, eta makurdura-probeten trakzio-gainazalaren itxura.

Por ello, y a fin de comprobar si este diferente comportamiento era característica propia de los grados M o únicamente lo era del M2, este trabajo se dirigió a la investigación de la sinterización de dos aceros de tipo M en vacío y en atmósfera gaseosa de $N_2-H_2-CH_4$.

Para ello, este estudio se ha dividido en una serie de conjuntos de actividades y contenidos: en primer lugar se ha estudiado la sinterización de dos aceros de composición semejante, el Px30 y el Px30S, diferenciados únicamente en su contenido en azufre, siendo este último de maquinabilidad mejorada; posteriormente se estudió su comportamiento frente a los tratamientos térmicos, y, finalmente, sus propiedades mecánicas.

En el estudio de la sinterización se tomó el tiempo de sinterización constante e igual a 60 min., considerándose las siguientes variables:

- Temperatura.
- Atmósfera de sinterización (vacío y mezcla gaseosa industrial de 90% N_2 -9% H_2 -1% CH_4).
- Contenido en carbono (adición de grafito).

En lo referente a los tratamientos térmicos, con tiempos constantes de austenización (3 min.) y de revenido (triple, de 60 min. cada uno), se tuvo en cuenta:

- Temperatura de austenización y de revenido.
- Atmósfera de sinterización (las mismas que en el apartado anterior).
- En el caso del Px30, medio de temple (aire, aceite o agua).

Por último, se estudió la influencia en el comportamiento mecánico de variables como

- Atmósfera de sinterización (vacío y mezcla industrial).
- Temperatura de revenido.
- Aplicación de un ciclo de Compactación Isostática en Caliente post-sinterizado a fin de cerrar la posible porosidad residual en el acero Px30.

Se evaluaron las siguientes características:

Sinterización

- Densidad después de sinterizar.
- Fracción en volumen de austenita retenida a la TOS.
- Tamaño de grano austenítico a distintas temperaturas.
- Tipo, composición, tamaño y fracción en volumen de carburos primarios y carbonitruros.
- Contenidos totales de carbono, nitrógeno y oxígeno del acero antes y después de sinterizar a la TOS.

Tratamientos Térmicos

- Dureza de temple y de revenido para cada tratamiento.
- Cantidad de austenita retenida, también para cada tratamiento.
- Tamaño de grano de temple.
- Cantidad y tamaño de carburos.

Propiedades Mecánicas

- Control de la efectividad del tratamiento térmico aplicado: dureza y cantidad de austenita retenida de las muestras a ensayar.
- Tenacidad (ensayo Barker de cilindros cortos).
- Módulo de Young,
- Límite elástico,
- Resistencia y deformación a la fractura, todos ellos en flexión en cuatro puntos.
- Evaluación cualitativa de la fractura: tipo, características y lugar de iniciación y defecto desencadenante, así como aspecto de la superficie de tracción en las muestras de flexión.

2. ATALA: BILDUMA BIBLIOGRAFIKOA.

CAPÍTULO 2: RECOPIACIÓN BIBLIOGRÁFICA.

2. BILDUMA BIBLIOGRAFIKOA

2.1 Osagaiak

Tresneriarako Altzairu Lasterrak funtsean aleazio ternarioak dira, %21-25 Wolframioak, %0.7-1.5 Karbonok eta Burdinak osatuak direnak. Haez gain, %4 Kromo eta % 1 eta 5-en arteko Banadioa ere izaten dute; badago % 6-10 Banadio duten altzairu lasterrak aurkitzerik ere, Hauts-Metalurgiaren bidez lortuak. Batzutan, Wolframioa osorik ala partzialki Molibdenoz ordezkutzen da (propietate nahiko antzekoak bait dituzte eta atomikoki baliokideak bait dira), honela sailkapen bat sortuz: T motakoak (Wolframioan oinarrituak) eta M motakoak (Molibdeno edukin handikoak). Konposaketan aldakuntzarik ere badago, Kobaltoa ere izan dezakete edota osagaien bat Niobioz, Titanioz ala Tantaloz ordezkatu.

Altzairu hauen ezaugarri garrantzitsuena goi-tenperaturatan eta erabilpen-denbora luzeetan gogortasun handia mantentzea da. Gaur egun, ebaketa-erramintetan ez ezik hegazkintza eta espazioko industrirako motorren osagaietan ere erabiltzen ari dira, 1000 HV-ko gogortasuna bait dute, 500°C-tan ere mantentzen dutena /1-3/.

Urtuak daudenean tresneriarako altzairu lasterrak homogenotzat har daitezke, baina behin solidotzen hasiak, ez dira inoiz berriro fase bakarreko egoeran aurkitzen /3-5/. Honako fase hauek dira altzairu lasterrak osatzen dituztenak: matrize bat (zein altzairu tenplagarri bat den, hondar-austenita sortzeko konposaketa eta austenizazio-tenperaturarekiko menpeko joera duena) eta fase dispertsoa, karburoek edota karbonitruoek osatua; karburo eta karbonitruo hauek dira higadurarekiko ahalmena eragiten dutenak.

Solidotzean karburoen prezipitazioa gertatzen da, batez ere hauexena: M_6C , MC , M_2C eta $M_{23}C_6/6,7/$. Mukherjee-rentzat /8/ honako hauek dira karburo hauek altzairuaren propietatetean dituzten eraginak: alde batetik, austenizazioan zehar matrizean urtu egiten dira partzialki eta honen menpe dauden propietate guztiak kontrolatzen dituzte (berotako gogortasuna); bestalde, propietate mekanikoetan eragin zuzena dute, batez ere higadurarekiko ahalmenean, hau karburoen gogortasuna eta kantitateari esker hobetzen bait da.

2.2 Lorpena

2.2.1 Lorpen tradizionala

Gaur egun, Altzairu Lasterren lorpenerako galdaketa prozesua arkuzko labe elektrikoa eta indukzio-labearen bitartez egiten da. Lehenengoarekin elektrodo kontsumagarri birgaldaketaren teknika erabiltzen da, bi prozedura nagusi dagoelarik: ESR ("ElectroSlag

2. RECOPIACIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Constituyentes

Los aceros rápidos de herramientas son básicamente aleaciones ternarias con un 21-25% de wolframio, un 0.7-1.5% de carbono y el resto, hierro. Además, suelen poseer un 4% de cromo y cantidades de vanadio que oscilan entre el 1 y el 5%, aunque últimamente se encuentran aceros rápidos obtenidos por pulvimetalurgia con un 6 - 10% de vanadio. A veces, el molibdeno reemplaza por lo menos parcialmente al wolframio (ambos se consideran equivalentes a nivel atómico), dando lugar a denominaciones de tipo T (basados en el wolframio) o tipo M (con molibdeno como aleante mayoritario). Posibles variaciones en su composición son la presencia o no de cobalto y la sustitución de alguno de los aleantes por niobio, titanio o tántalo.

Estos aceros se caracterizan por su capacidad para retener una elevada dureza a altas temperaturas y largos tiempos de utilización. Actualmente, además de para herramientas de corte se desarrollan componentes de motores de aviación e industria espacial debido a que alcanzan una dureza de 1000 HV, manteniéndola aún a 500°C /1-3/.

En estado fundido, los aceros rápidos de herramientas pueden considerarse homogéneos, pero una vez que el material comienza a solidificar, en ningún momento pasa por una situación de fase única /3-5/. Constan de una fase matriz -un acero templable con una tendencia a producir austenita retenida que depende de la composición y de la temperatura de austenización- y una fase dispersa formada de carburos y/o carbonitruros que son los responsables de las buenas características de resistencia al desgaste.

Durante la solidificación se produce la precipitación de carburos, principalmente de tipo M_6C , MC , M_2C y $M_{23}C_6$ /6,7/. Mukherjee /8/ opina que estos carburos pueden influir considerablemente en las propiedades del acero en las dos formas siguientes: en primer lugar, durante la austenización se disuelven parcialmente en la matriz y controlan todas las propiedades que dependen de ella (dureza en caliente); por otro lado, los carburos influyen directamente sobre las propiedades mecánicas, sobre todo la resistencia al desgaste, la cual aumenta debido a la dureza de los carburos y a su cantidad.

2.2 Producción

2.2.1 Proceso convencional

En la actualidad, el proceso de fusión para la obtención de aceros rápidos se desarrolla fundamentalmente a través de la utilización del horno eléctrico de arco y del horno de inducción. Con el primero se emplea principalmente la técnica de refusión de electrodo consumible, existiendo dos procesos habituales: el de refusión mediante electro-escoria -ESR- y el de refusión mediante arco en vacío -VAR.

Refining"), elektrozeparen bidezko birgaldaketa, eta VAR ("Vacuum Arc Remelting"), birgaldaketa huts-arkuren bidez.

Prozesu bietan labea txatarraz betetzen da %65-75-eraino, gainontzeko guztia aleazio-elementuak direlarik. Elementu hauek W, Cr, V eta Mo izaten dira batez ere eta ferroaleazio bezala gehitzen dira. Wolframio eta Molibdenoaren kasuan, gehikuntza hauek prozesuaren hasieran egiten dira. Haien dentsitatea altua denez gero, homogenotasuna izateko partikula xeheak eginik gehitu behar dira eta gero irabiatu. Bukaerako desoxidazioa Aluminioa edota Magnesioa gehituz egiten da.

Urtze-tenperatura ahalik eta altuen izan behar du, 1625°C-koa. Dena den, isurketa-unean likidoaren tenperatura baxuagoa izatea komeni da, era honetaz eutektikoen sorkuntzarako joera txikiagotu egiten bait da. Eutektikoak oso karbuero heterogenoz osatutako produktuak dira eta altzairurentzat kaltegarriak dira propietate mekanikoen ikuspuntutik.

2.2.2 Hauts-Metalurgia. Sinterizazioa.

Altzairu lasterrak Hauts-Metalurgiaren (eta bapateko solidotze-teknologia laguntzailearen) abantailen adibide ezagunetarikoa dira. Tresneriarako altzairu hauek, eta batez ere aleazio-elementuetan kargatuenean, solidotze normal batean oso segregazio garrantzitsuak jasaten dituzte, karbuero larriak sortuz; bi ondorio hauek ia kentezinak dira geroko berotako konformaketa operazioetan, karga mekaniko handiak jasatzeko egitura ez-egokiak eraginez.

Tresneriarako altzairu lasterren egitura hozte-abiaduraren menpe dago, dentritarteko tartekak estuagoak direlarik hozte-abiadura igotzen den heinean.

Guzti hau dela eta, altzairuaren hozte azkarrean oinarritutako prozedura batzuk garatu dira, Hauts-Metalurgia izenaz ezagunak direnak. Tresneriarako altzairu lasterren kasuan, prozedurarik erabiliena metal likidoaren hausketan da, 10^3 - 10^5 °C/sg-ko hozte-abiadurak erabiltzen direlarik; hausketan hau bai gasez eta bai urez egin daiteke.

Gasezko hausketan, aleazio urtua zaliaren hondotik isurtzean presio handiko gas-zorrota-dak erabiliz tantatan deskonposatu egiten da; tanta hauek solidotzen direnean, hauts partikulak lortzen dira. Honela lortutako partikulak geometria esferikoa daukate, tamaina gasaren presioaren menpekoa delarik. Normalean ez dira 1 mm baino diametro handiagoko hautsak onartzen. Hauts hauen sinterizazioa Berotan Trinkotze Isostatikoaren (HIP) bidez bakarrik lor daiteke.

Urezko hausketan prozedura antzekoa da, baina gasaren ordez ura erabiltzen da. Lortzen diren hauts-partikulak geometria angularra daukate.

Solidotze-abiadura altua dela eta, hauts-partikulak mikrolingotzetan har daitezke, ohiko produktuetan baino homogenotasun kimikoa hobea lortzen delarik, ale-tamaina xeheagoa

En los dos procesos los hornos se cargan con chatarra, habitualmente en un porcentaje comprendido entre 65-75%, adicionándose los diferentes elementos de aleación que constituyen el acero rápido en forma de ferroaleaciones. En el caso del wolframio y del molibdeno, las adiciones se realizan prácticamente al inicio del proceso. Debido a su elevada densidad, es necesario realizar una agitación a fin de lograr la homogeneización, añadiéndose en forma de partículas pequeñas. La desoxidación final se completa añadiendo aluminio o magnesio.

La temperatura de fusión debe ser lo más elevada posible, 1625°C. Pero, debido a la tendencia a la aparición de eutécticos con distribuciones muy heterogéneas de carburos, es deseable colar a temperaturas más bajas.

2.2.2 Proceso pulvimetalúrgico. Sinterización.

Los aceros rápidos constituyen uno de los ejemplos más característicos de las ventajas de la aplicación de la metalurgia de polvos (con la tecnología asociada de la solidificación rápida). En efecto, sobre todo las variedades más cargadas en elementos de aleación, durante la solidificación convencional dan lugar a fortísimas segregaciones, con la consiguiente formación de carburos muy groseros; ambos efectos son prácticamente imposibles de eliminar en operaciones posteriores de conformado en caliente, dando lugar, por tanto, a estructuras no muy adecuadas para soportar elevadas cargas mecánicas.

La estructura de los aceros rápidos de herramientas depende de la velocidad de enfriamiento, lográndose espaciados interdendríticos menores a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento.

Por ello, se han desarrollado una serie de sistemas de producción que se basan en la solidificación rápida del acero y se agrupan bajo el nombre de Pulvimetalurgia. En el caso de los aceros rápidos de herramientas, lo más habitual es atomizar el metal líquido para la formación de polvo, alcanzándose velocidades de enfriamiento del orden de 10^3 - 10^5 °C/sg; la atomización puede realizarse con gas o con agua.

En la atomización por gas, el metal líquido es vertido en un contenedor, desde el cual pasa a una cámara donde es sometido a la presión de un chorro de gas que descompone el líquido en gotas que solidifican durante la caída libre. Las partículas así formadas presentan una geometría esférica, dependiendo su tamaño de la presión de gas empleada. En la práctica no se emplean partículas con diámetros mayores que 1 mm siendo la sinterización de estos polvos posible únicamente a través de métodos de Compactación Isostática en Caliente (HIP).

En la atomización por agua el proceso es similar, con la salvedad de que es un chorro de agua el que origina la atomización. El resultado es la formación de partículas con geometría angular.

eta karburo-banaketa finagoa eta uniformeagoaz gain. Egituraren hobekuntza honi esker tratamendu termikoan piezek izaten dituzten pitzadurak eta distortsioak gutxiagotu egiten dira, eta zailtasuna eta higidurarekiko ahalmena hobetu zen.

Solidotze-abiadura altua denez gero, hautsak oso gogorrak gertatzen dira eta, batez ere urezko hausketaren kasuan, gainazala oxidoz betea izaten da; horregatik suberatu egiten dira. Tratamendu honen ondoren, hautsen gogortasuna 300 bat HV-koa da, eta Oxigeno-edukina 1000 ppm baino txikiagoa.

Urez haustutako partikulek ardatz-bakarreko trinkotzea jasan dezakete suberatu ondoren, beraien forma irregularra denez gero; trinkotzean elkarte-prozesu batzuk gertatzen bait dira, dentsitate totalaren % 65-a lortzea permitituz.

Altzairu lasterren sinterizazioari buruz argitaratu ziren lehenengo lanak /9/ 60.eko hamarkadaren bukaeran atera ziren; geroztik, teknika hobetu egin da % 99-koa baino dentsitate hobeak lortu arte /10-19/, eta zerau aurkitu da, Hidrogenoan edo hutsean sinterizatzean Karbono-galerak gertatzen direla, hautsek daukaten Oxigenoarekin erreakzionatzen bait du.

Karbono-galera hauek konpensatu asmoz, hautsei elementu hau gehitu zitzairen sinterizatu baino lehen, altzairuaren konposaketa egokitzeko eta prozesuaren zinetika hobetzeko /14,20-22/. Altzairu lasterra bere solidus-aren gertu dagoen tenperatura erabiliz sinterizatzen da dentsitate totalera /14,20-26/. Honek esan nahi du altzairu lasterren sinterizazioa fase likidoaren bidez gertatzen dela, fase likido honen kopurua txikia izanik /27/.

Gipuzkoako Ikaskuntza eta Ikerkuntza Teknikoen Zentruan, 1986. urtean hasita, ikerkuntza bat garatzen ari da urez haustutako altzairu laster-hautsa Nitrogenoz, Hidrogenoz eta metanoz osatutako atmosfera batetan sinterizatzeke /27,28/. Lan hau M2 /29/, T15 /30/, T42 /31/, T6 /32/, M42 /33/ eta M3/2 /34/ altzairuetan garatu da. Teknika honen bitartez ia bukaerako formara trinkotutako hautsen sinterizazio jarraia lor daiteke, tenperatura apalak erabiliz /27-34/; beraz, tresneria, matrizeak eta injinerutzarako osagaien produktiorako bide berriak eskeintzen du. Urez haustutako hautsa hutsean beharrean Nitrogeno-edukin handiko atmosferatan sinterizatzeak abantail hauek ditu: taldeka sinterizatu ordez jarraian egitea, sinterizazio-tenperatura jeistea eta sinterizazio-tenperatura bitartea zabaltzea /27-37/; ondorio hauek dakartzaten hobekuntza teknologiko eta ekonomikoez gain zerau ere lortzen da: mikroegituraren kontrola (ale-tamaina xehagoa, karbonitruo txikiak karburo larrien ordez /35-37/) eta propietate mekanikoen hobekuntza (gogortasun eta zailtasun handiagoak /30,38-40/) tratamendu termiko egokiak eragiten duen egituraren hobekuntza dela eta.

Hidrogenoak erreduktorea egiten du nahasia eta metanoak altzairuaren deskarburazioari itzurtzen dioen Karbono-potentziala ezartzen. Sinterizazioan altzairuaren nitrogenazioa gertatzen da /36/ zurgatutako Nitrogeno-kopurua Banadioaren edukinarekiko menpekota delarik /27/. Zurgatutako Nitrogeno honek MC karburoen Karbonoa ordezkatzen du, MX karbonitruoak sortuz eta Karbonoa austenitan askatuz. T42 altzairu batetan egindako lan

Debido a la elevada velocidad de solidificación de las partículas, éstas pueden considerarse como un microlingote, obteniéndose una homogeneización química superior a la encontrada en los productos convencionales, junto con un tamaño de grano y distribución de carburos más fina y uniforme. La mejora microestructural permite reducir el agrietamiento y distorsión de las piezas durante el tratamiento térmico y proporciona mayor tenacidad y resistencia al desgaste.

Los polvos, debido a las altas velocidades de enfriamiento durante la atomización, presentan una elevada dureza y, especialmente en el caso de atomización con agua, cierta oxidación superficial, por lo que es necesario recocerlos. Tras este tratamiento, las partículas presentan una dureza de 300 HV y contenidos en oxígeno menores que 1000 ppm.

Las partículas atomizadas por agua pueden ser compactadas uniaxialmente tras el recocido debido a su forma irregular, dado que se producen uniones locales en frío durante esa etapa que permiten alcanzar una densidad en verde mayor que el 65% de la densidad total.

Tras los primeros trabajos publicados, a finales de los años 60 /9/, sobre sinterización de aceros rápidos, se ha mejorado la técnica hasta alcanzar densidades mayores que el 99% /10,11,12,13,14,15,16-19/, encontrándose que durante la sinterización en hidrógeno o en vacío se dan pérdidas de carbono por reacción con el oxígeno contenido en los polvos.

Para compensar las pérdidas de carbono, se añadió este elemento a los polvos antes de sinterizarlos, permitiendo ajustar la composición del acero y además mejorar la cinética del proceso /14,20-22/. El acero rápido se sinteriza a densidad total a una temperatura aproximadamente igual a su temperatura de solidus /14,20-26/. Esta afirmación sugiere que el mecanismo de sinterización en los aceros rápidos es por vía líquida, incluyendo pequeñas cantidades de esta fase /27/.

En el Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa se están realizando desde 1986 estudios tendentes a demostrar la factibilidad de sinterizar polvos atomizados en agua de diferentes tipos de aceros en una atmósfera industrial compuesta de nitrógeno, hidrógeno y metano /27,28/. El trabajo se ha realizado sobre los grados M2 /29/, T15 /30/, T42 /31/, T6 /32/, M42 /33/ y M3/2 /34/. Esta técnica permite la sinterización continua de polvos compactados a forma casi final y hasta densidad casi total a bajas temperaturas /27-34/ y, por tanto, puede ofrecer innovadoras rutas para la producción de diversos tipos de herramientas, matrices y componentes de ingeniería. La sinterización de polvos atomizados con agua en una atmósfera rica en nitrógeno, así como los beneficios tecnológicos y económicos de realizar una sinterización continua en lugar de en lotes, disminuyendo la TOS y ampliando el rango de sinterización /27-37/ ofrece diversos beneficios en comparación con la sinterización en vacío: control de la microestructura (tamaño de grano más fino, pequeños carbonitruros en lugar de carburos masivos /35-37/) y mejora de las propiedades mecánicas (mayor dureza y tenacidad /30,38-40/) debido al apropiado tratamiento térmico que produce mejoras en la microestructura.

berri batetan esaten denaren arabera /36/, oso Nitrogeno gutxi geratzen da austenitan disolbatuz. Nitrogenoa zurgatu eta gero hondar-austenita kopuruaren gehikuntza handia aurkitzen da (% 55-a baino handiagokoa) /33,40-42/; honek, austenitan Nitrogenorik ez aurkitzearekin batera, karburoak karbonituroz ordezkatzeko eragindako austenitaren Karbono-edukin handitzearen ondorioa dirudi.

T motatako altzairuen Nitrogeno-zurgapenak (T42 eta T15) /27,30,31,36/ dakar ez bakarrik sinterizazio-tenperatura optimoaren txikiagotzea, baizik eta sinterizazio-tenperatura bitartean zabalkuntza ere, ez bait dira agertzen altzairua erabilteza egiten zuten fase eutektikoak. Ondorio hau, M motatako altzairuetan aurkitu ez dena, interes industrial handikoa gertatzen da, bitartea zabala baldin bada tenperatura-kontrol sofistikaturik ez duten labeetan egitura egokizko pieza-portzentai handi bat lortzeko litzatekeelako; hutseko sinterizazioan, ordea, txanda bakoitzean pieza-portzentai handi bat bota behar da azpi- edo gain-sinterizatuak direlako, egitura egokia lortzeko tenperatura-bitartea oso laburra bait da. Artikulo berri batetan /37/ bitarte hau altzairu lasterren oreka-diagramekin ere erlazionatu da eta, era berean, Wright-ek /43/ T1 altzairuaren sinterizazio-tenperaturen tartea zabaldu egin du Karbono-edukina handituz Banadioarena mantentzen zuela.

Nitrogeno-edukin handiko atmosferan sinterizatzearen abantail bat, zein zenbait autorek azaldua den /27-40/, zera da, egitura askozaz xeheagoa lortzen dela: MC karburo larriak MX karbonituro txikiak (1 bat mm-koak) ordezkatzeko dira, zeintzuk karburoak baino egonkorragoak diren, eta ez diren goi-tenperaturatan disolbatzen; gasean sinterizatutako T motatako altzairuen ale-tamainaren kontrolean eragin handia daukate karbonituro txiki eta egonkor hauek. Eragin hau ez da aurkitu M2 altzairuan /37/.

2.3 Tratamendu Termikoak

Altzairu lasterren tratamendu termikoak nahiko konplexuak dira, alde batetik, austenizazio-tenperaturen tartea estua delako eta, bestetik, tenplaketa ondoren iraoketa anizkunak egin behar direlako. Propietate mekanikoak tratamendu termikoek eraginda dira eta, nahiz eta altzairu konbentzionalen tratamenduekiko erantzuna ondo ezaguna izan /44-46/, ezin da onartu Hauts-Metalurgiaren bidez lortutako altzairu lasterrek portaera bera izango dutenik. Dulis eta lag.-ek /47/, adibidez, altzairu hauek tratatuak zirenean karburo aleatuen disoluzioa altzairu konbentzionaletan baino handiagoa zela aurkitu zuten.

2.3.1 Suberaketa

Tratamendu honen beharra zer honi dagokio batez ere: altzairu hauek tenplagarritasun handikoak dira, sinterizazio-tenperaturetatik aurretan hoztu ondoren ere gogortasun handia aurkezten dutelarik. Hau dela eta, bigundu egin behar dira mekanizatuak izan baino lehen.

La presencia del hidrógeno hace a la mezcla reductora y el metano provee un potencial de carbono que evita parcialmente la decarburación del acero durante el proceso. Durante la sinterización se produce una nitrogenación del acero /36/, encontrándose que la cantidad de nitrógeno absorbido depende del contenido en vanadio del mismo /27/. Este nitrógeno absorbido sustituye al carbono en los carburos MC formando carbonitruros MX y liberando carbono en la austenita. En un trabajo reciente en un acero tipo T42 /36/ se ha encontrado que apenas queda nitrógeno disuelto en la austenita. Lo que sí tiene lugar tras la absorción del nitrógeno es un aumento importante en la cantidad de austenita retenida (más de un 55 %) /33,40-42/, lo que, de acuerdo con la observación anterior -ausencia de nitrógeno disuelto en la austenita-, parece ser consecuencia del alto contenido en carbono de la austenita debido a la sustitución de carburos por carbonitruros.

La absorción de nitrógeno por los aceros de grado T (T42 y T15) /27,30,31,36/ no sólo lleva a una disminución de la temperatura óptima de sinterización, sino que también a una ampliación del rango de temperaturas de sinterización a densidad total sin que aparezca la fase eutéctica extensiva, que haría al acero sinterizado inservible. Este hecho, que no ha sido comprobado para los aceros de grado M, resulta de un gran interés industrial, pues si dicho rango es lo suficientemente amplio, se podrían conseguir en hornos sin un sofisticado control de temperatura un elevado porcentaje de piezas con estructura adecuada, no como en el caso de la sinterización en vacío, en el que cada hornada se deben eliminar un importante porcentaje de piezas subsinterizadas y otro de sobresinterizadas, debido a que únicamente en un estrecho margen de temperaturas se obtiene la estructura adecuada. En un artículo reciente /37/ se ha relacionado este rango también con los diagramas de equilibrio de los aceros rápidos y, en la misma línea, Wright /43/ ha conseguido ampliar el rango de temperaturas de sinterización en un acero T1 mediante el incremento del contenido en carbono para los mismos contenidos en vanadio.

Una ventaja que se obtiene tras la sinterización en la atmósfera rica en nitrógeno, reportada por algunos autores /27-40/, es también la obtención de microestructuras mucho más finas. En primer lugar, se sustituyen los carburos MC masivos de gran tamaño por carbonitruros MX finos (del orden de 1 μm). Dichos carbonitruros son mucho más estables que los carburos, por lo que no se disuelven a elevadas temperaturas y, por ende, ejercen un importante efecto de afino de tamaño de grano en aceros grado T sinterizados en la atmósfera gaseosa. Dicho efecto, que no ha sido observado en un acero M2 /37/, es la razón por la cual los aceros sinterizados en gas a temperaturas superiores a la TOS presentan tamaños de grano muy inferiores a los sinterizados en vacío.

2.3 Tratamientos Térmicos

Los tratamientos térmicos de los aceros rápidos de herramientas son relativamente complejos debido a que el rango de temperaturas de austenización es muy amplio, por una parte, y, por otra, a la necesidad de revenidos múltiples tras el temple. Las propiedades mecánicas son determinadas por el tratamiento térmico y, aunque la respuesta de los aceros convencionales a estos tratamientos térmicos está muy bien documentada /44,45,46/, no puede

Austenizatu baino lehen ere tratamendu termiko hau eragiten da, tenplaketa aurreko ale-tamainan eragin handia duela baieztatu bait da /48,49/. Martínez-ek /28/ gasean sinterizatu ondorengo ale-tamaina nahiko fina dela ($9\ \mu\text{m}$ -koa) eta austenizazio-aurreko xehetze-suberaketa ez dela beharrezkoa aurkitzen du.

2.3.2 Austenizazioa eta tenplaketa

Altzairuen propietate mekanikoak, zailtasuna nahiz ebaketa-portaera, hobetu egiten dira prezipitatu txikiren dispersioarekin. Sinterizatu ondoren, altzairuak karbuero primario asko dauzka; karbuero hauek disolbatu egin behar dira, gutxienez partzialki, austenizazioan, gero txikiagoak eta sakabanatuak prezipita daitezten.

Cr_{23}C_6 karbueroak $900\text{-}1100^\circ\text{C}$ -tako tartean desagertzen dira. 1150 bat $^\circ\text{C}$ -tan M_6C -a hasten da disolbatzen, nahiz eta beti geratu kopuru nabari bat, solidus-tenperaturatan ere. Banadioak, aldiz, solidus-tenperaturaren gainetik ere egonkorak diren karbuero eta karbonitruoak osatzen ditu.

Austenizazio-tenperatura altzairu lasterren propietate mekanikoekiko kritikoa da. Adibidez, zailtasun handiko altzairu lasterra behar bada (errodamenduak,...), propietate hau tenperatura apalagoetan austenizatu ondoren handiagoa da; ebaketa-erremintetzako, aldiz, gogortasun sekundarioa bilatu behar da, eta hortaz ahalik eta tenperatura altuenetan austenizatu, urtze hasberrira ere iritsiz (solidus-tenperatura). Molibdenoak ere eragina dauka austenizazio-baldintzetan, elementu honen edukin handiak austenizazio-tenperatura optimoa jeitsi bait dezake 50 bat $^\circ\text{C}$ /51/. Urtze hasberri hau dela eta, oso garrantzitsua da austenizazio-denbora laburra izatea, karbueroen hazkuntza eta eutektikoen sorkuntza eragozteko.

Altzairu lasterrek oso gaizki eroaten dute beroa eta piezan pitzadurak eragingo dituzten hondar-tentsioak sortzeko arriskua dago; horregatik, berotze-abiadura oso geldoa izan behar du.

Tenplaketak, berriz, ahalik eta azkarrena izan behar du, karbuero aleatuen formazioa eragozteko. Tenplaketa airetan, oliotan edota gatz-bainutan egin daiteke; gatz-bainutan egiten denean, hau 550°C -tan egoten da, eta gero pieza airetan edo oliotan hozten da. Giro-tenperaturatan % 75-80 bat martensita besterik ezin denez espero (% 92-tara gehi daiteke -100°C -tako tratamendu zeruazpikoa erabiliz) iraoketa anizkunak egiten dira.

Hozten hasi bezain laster, aleazio-elementuen solubilitatea jeitsi egiten da, karbueroen berprezipitazioa eraginaz; efektu hau gutxiagotu egiten da tenperatura jeitsi heinean. Prezipitazioa, aldiz, aleazio-elementuen difusioaz gertatzen da, zein tenperatura apaletan txikiagoa den. Hortaz, prezipitazioak maximo bat dauka 800° eta 1000°C -en artean, tenperatura solubilitate eta difusioaren aldaketekiko menpekoa delarik.

asumirse que los aceros rápidos obtenidos por pulvimetalurgia se comporten de un modo idéntico. Así, Dulis y col. /47/ mostraron que al ser tratados térmicamente los aceros rápidos pulvimetalúrgicos se producía mayor disolución de los carburos aleados que en los mismos aceros fabricados por ruta convencional.

2.3.1 Recocido

Este tratamiento resulta necesario, en primer lugar, debido a que estos aceros presentan una alta templeabilidad, mostrando elevada dureza incluso tras enfriamiento en aire desde las temperaturas de sinterización. Así, es imprescindible un recocido previo para disminuir su dureza antes de ser mecanizados.

También se suele realizar este tipo de tratamiento antes de austenizar, ya que se ha demostrado que tiene una gran influencia en el tamaño de grano austenítico previo al temple /48,49/, lográndose un notable afino. Sin embargo, Martínez /28/ encuentra que tras la sinterización en gas el tamaño de grano resulta suficientemente pequeño ($9 \mu\text{m}$), resultando innecesario el recocido de afino antes de la austenización.

2.3.2 Austenización y temple

Las propiedades mecánicas de los aceros, tanto su tenacidad como su comportamiento en corte, mejoran con la dispersión de pequeños precipitados. En estado de sinterizado el acero contiene gran cantidad de carburos primarios. Estos carburos han de disolverse al menos parcialmente mediante la austenización a fin de que luego precipiten más pequeños y dispersos /50/.

Los carburos Cr_{23}C_6 desaparecen a partir de los 900°C hasta 1100°C . Sobre los 1150°C empieza a disolverse el M_6C , aunque siempre queda una cantidad apreciable aún a la temperatura de solidus. El vanadio, en cambio, forma carburos y carbonitruros muy estables aún por encima de la temperatura de solidus.

La temperatura de austenización resulta un factor crítico para las propiedades mecánicas de los aceros rápidos. Así, si se desea un acero rápido de alta tenacidad (aplicaciones para rodamientos,...), ésta es mayor tras austenizar a temperaturas más bajas; en cambio, para herramientas de corte ha de buscarse un importante endurecimiento secundario, con lo cual hay que austenizar a una temperatura lo más alta posible, llegando incluso a la fusión incipiente (temperatura de solidus). La presencia del molibdeno puede ser otro factor que altere las condiciones de austenización, ya que cantidades significativas del mismo pueden llegar a producir disminuciones de la temperatura de austenización óptima del orden de 50°C /51/. Dada esta fusión incipiente, es importante que el tiempo de austenización sea pequeño, a fin de evitar el crecimiento de carburos y la formación de eutécticos.

Gertakizun hauetan oinarriturik, tenplaketa-prozedura bat piezak 500-560°C-tan dagoen gatz-bainu batetan sartzean datza, piezaren leku guztietan temperatura berdina izan arte, gero airetan edo oliotan hozten delarik. 2.1. irudiko TTT kurbetan zerau ikusten da: 800°C azpitik tarte bat dagoela non ez dago transformaziorik denbora onargarrietan. Hau da aukeratzen den tarte gatz-bainuko temperaturak berdintzeko. 200°C-azpiko hozteak martensita sortzen du (giro-tenperaturan % 80-ren bat austenita martensita bihurtu da).

Karbono-edukinaren gehikuntzak, 2.2. ir. ikusten denez /44/, solidus-tenperatura jeits eraziz gain, tenplaketa ondorengo hondar-austenitaren kopuruaren gehikuntza eragiten du, % 70-a ere lortzen delarik % 1.35 C-edukinekin. Altzairu hauetan Nitrogenoaren presentzia Karbono-edukinaren gehikuntzaren baliokidea da, hondar-austenita gordetzearen ikuspuntutik. Altzairu hauen tratamendu normala zer honetan datza: giro-tenperaturarako tenplaketa eta hondar-austenita kendu iraoketa anizkunen bidez. Iraoketa-tratamenduak ahalik eta lasterren eragin behar dira tenplaketa ondoren, bestela austenita egonkorra bihurtzen da eta zailagoa egiten da iraoketaren bidez kentzea.

2.3.3 Iraoketa

Tenplatu ondoren, altzairu lasterrek % 15 bat karburo daukate, gainontzia % 20 bat austenita duen martensita-matrizea delarik. Austenita-kopuru hau oraindik handiagoa izan daiteke Nitrogeno-edukin handiko altzairuetan /28-30,32,33,37-40,42/. Iraoketaren helburua bikoitza da: alde batetik, martensita biguntzea, gogordura sekundarioa eragiten duten karburoak prezipitatzea eta bestetik, austenita egokitzea, Karbonoa, Nitrogenoa eta aleazio-elementuak askatuz, ondorengo hoztean martensita bihur dadin.

2.3. irudian /52/ hutsean eta atmosfera industrialean sinterizatutako T15 altzairu lasterren iraoketa-kurbak erakusten dira. Gogortasun gorena handiagoa da austenizazio-tenperatura altuagoa izan ahala, sinterizazio-tenperaturatan austenizatzea iritsi arte, eta orduan berriro txikiagotu egiten da. Handiagotze hau austenita aleazio-elementutan aberasten duten karburoen disoluzioari dagokio; karburo hauek soluzioan segitzen dute tenplatu ondoren, baina iraoketan altzairua gogortuko duten karburo sekundarioen prezipitazio fina eragiten dute. Nitrogenoaren eraginari dagokionean, hondar-austenita kopurua gehitzen dela eta, gasean sinterizatutako probetek iraoketa-tenperatura handiagoa behar dute maximo hura lortuko bada, eta gogortasun gorena ere altuagoa da hutseko probetetan baino.

Iraoketa-prozedura oso konplexua da, alde batetik martensitaren iraoketa (bigunketa) gertatzen delako, temperaturarekin gogortasuna jeitsiz, eta bestetik austenitaren transformazioarekin bat gogordura-prozesu bat gertatzen delako, karburoen prezipitazioa dela eta. Austenita martensita bihurtu iraoketako karburoen prezipitazioa gertatu ondorengo hoztean gertatzen denez gero, pieza berriro iraotu behar da martensita berria egokitzeke. Karbono edota aleazio-elementuen edukina handia bada, iraoketa bakar bat ez da nahikoa austenita-kopuru handia desegonkortzeko eta iraoketa hirukoitzak eragiten zaizkie piezei.

Los aceros rápidos de herramientas conducen muy mal el calor, por ello, la velocidad de calentamiento ha de ser muy lenta, existiendo el riesgo de crear tensiones residuales que provoquen grietas en la pieza.

El temple, en cambio, ha de ser lo más rápido posible a fin de evitar la formación de carburos aleados. La operación de temple puede ser realizada en aire, aceite o en baños de sales -hasta 550°C- seguidos de enfriamiento en aire o aceite. Como a temperatura ambiente sólo puede esperarse un 75-80% de martensita -pudiendo aumentar al 92% con un tratamiento subcero a -100°C - se suelen realizar revenidos múltiples.

Tan pronto como comienza el enfriamiento, la solubilidad de los elementos de aleación disminuye; este efecto es el que produce la reprecipitación de los carburos y disminuye al bajar la temperatura. Sin embargo, la precipitación ocurre por difusión de los elementos aleantes, la cual es menor al disminuir la temperatura. Por lo tanto, la precipitación llega a un máximo entre 800° y 1000°C, dependiendo de la variación de la solubilidad y de la difusión.

Basándose en estos hechos, uno de los métodos de temple consiste en introducir las piezas en un baño de sales a 500-560°C hasta que se igualan las temperaturas en todas las partes de las mismas y luego enfriar en aire o aceite. En las curvas TTT de la figura 2.1 se observa que por debajo de 800°C existe una banda en la que no se da transformación en tiempos alcanzables prácticamente. Esta es la zona que se elige para igualar las temperaturas en el baño de sales. El enfriamiento por debajo de 200°C lleva a la formación de martensita -a temperatura ambiente aproximadamente un 80% de la austenita se ha transformado en martensita.

Un incremento del contenido de carbono conduce, como se indica en la figura 2.2 /44/, además de a una disminución de la temperatura de solidus, a un aumento de la cantidad de austenita retenida en el temple, alcanzándose valores del 70% para carbonos del 1.35%. La presencia de nitrógeno en estos aceros es equivalente a un aumento en el contenido en carbono desde el punto de vista de la retención de austenita residual. La práctica normal de tratamiento de estos aceros consiste en templar a temperatura ambiente y eliminar la austenita residual mediante posteriores revenidos múltiples. Conviene destacar que se deben realizar los tratamientos de revenido lo antes posible después del temple, de otra manera la austenita se estabiliza y se hace más difícil eliminarla por revenido.

2.3.3 Revenido

Después del temple, los aceros rápidos contienen del orden de un 15% de carburos, siendo el resto una matriz de martensita que contiene alrededor de un 20% de austenita. Esta cantidad de austenita puede alcanzar niveles mucho más elevados en aceros con altos contenidos en nitrógeno /28-30,32,33,37-40,42/. El objeto del revenido es doble: por un lado, ablandar la martensita, precipitar los carburos que dan lugar a los fenómenos de endurecimiento secundario y acondicionar la austenita descargándola de carbono y/o nitrógeno y

Gogordura sekundarioa eragiteko prezipitatzen diren karburoen naturari dagokionean, ez dago argi zein den; alde batetik, oso analisi-teknika sofistikatuak erabili behar dira (TEM, STEM) eta bestalde altzairuaren konposaketaren menpekoak dira. Badirudi M_3C edo MC motakoak direla, baina $M_{23}C_6$ -ak ere har dezake parte. Batzutan M_2C -a ere ikusi da. Esaten den beste zerbait da ez direla prezipitatuak baizik eta aurre-prezipitatuak gogordura sekundarioa eragiten dutenak. Dena den, argi dagoena zerau omen da: goi-temperaturatan, biguntzea gertatzen denean ($600^\circ C$), aurkitzen diren karburoak M_6C eta $M_{23}C_6$ motatakoak direla.

2.4 Propietate Mekanikoak

2.4.1 Gogortasuna

Altzairu laster baten egoera deskribatzeko ezaugarri mekaniko erabiliena gogortasuna da, zein, gainera, neurtzeko oso erraza den. Altzairu hauen gogortasuna neurtzeko erabili izan den prozedura diamantezko sargailuarena da, Vickers sistema erabiliz.

Tenplaketa ondorengo gogortasuna austenizazio-temperatura eta -denbora eta aleazio-elementuen edukinarekiko menpekoa da. Austenizazio-denbora luzatzen den heinean, temperatura finko batentzat, gogortasuna jeitsi egiten da, karburoak hazi egiten bait dira eta hortaz haien arteko distantzia zabaltzen; gainera, ale-tamainaren handitzea ere gertatzen da /53-55/ eta karburoen austenitan disolbatze handiagoa /42/. Konposaketari dagokionean, altzairu lasterren tenplaketa ondorengo gogortasunean eragin handiena duten elementuak hauexek dira: Molibdenoa, Kobaltoa, Karbonoa eta Nitrogenoa /33,41,54,55/.

Bestalde, iraoketa ondorengo gogortasuna ere iraoketa-temperatura eta -denbora eta aleazio-elementuen edukinaren menpekoa da.

Wolframio, Kobalto edota beste elementu karburo-sortzaileen edukinak eragin handia du iraoketako gogortasun gorenean. Adibidez, T42 eta T6 altzairuak termikoki tratatuak izan ondoren 1020 HV /56/ eta 1000 HV /12/-ko gogortasunak lortzen dira. T6 altzairuaren Wolframio (% 20) eta Kobalto-edukina (% 12) handiak dira; T42-arenak, aldiz, hauexek dira % 10 Kobalto, % 3 Molibdeno eta %1.3 Karbono. M motatako altzairuak T motatakoak baino bigunagoak dira; adibidez, M2-aren gogortasun gorena 900 HV-koa da /57/. Garatzen ari diren M motatako altzairu berrien artean 40-en taldekoak daude, M42-a barne (%1.1 Karbono, % 1.15 Banadio, % 1.5 Wolframio, % 9.5 Molibdeno, % 4 Kromo eta % 8 Kobalto); iraoketa hirukoitza jasan ondoren 1000 bat HV-eko gogortasuna lortzen da /58/. Hortaz, erlazio estua dago konposaketa, tratamendu termikoa eta gogortasun makroskopikoaren artean.

elementos de aleación para que se transforme en martensita en el enfriamiento posterior a temperatura ambiente.

Se muestran en la figura 2.3 /52/ las curvas de revenido para un acero rápido T15 sinterizado en vacío y en atmósfera industrial. Se puede observar que el máximo de dureza aumenta al aumentar la temperatura de austenización hasta llegar a la temperatura de sinterización, en que disminuye. Este incremento se debe a la mayor disolución de carburos que enriquecen la austenita en elementos aleantes, que permanecen en solución después del temple, pero que durante el revenido darán lugar a una fina precipitación de carburos secundarios que endurecerán el acero. En cuanto al efecto del nitrógeno, debido al aumento de austenita retenida, las muestras sinterizadas en gas necesitan de una mayor temperatura de revenido para alcanzar dicho pico, siendo, además, éste más alto que el de las muestras sinterizadas en vacío.

El proceso global de revenido es muy complejo al producirse por un lado el revenido (ablandamiento) de la martensita, disminuyendo su dureza con la temperatura, y darse, por otro, un proceso de endurecimiento por precipitación junto con la transformación de austenita. Dado que la transformación de austenita a martensita tiene lugar durante el enfriamiento tras la precipitación de carburos en el revenido, se debe someter la pieza a un nuevo revenido para acondicionar la nueva martensita. Si el contenido en carbono y/o elementos de aleación es alto, un solo revenido no es suficiente para desestabilizar la gran cantidad de austenita presente, por lo que se someten las piezas hasta a tres revenidos.

En cuanto a la naturaleza de los carburos que precipitan para producir los fenómenos de endurecimiento secundario, tampoco existe una clara evidencia, pues por una parte se deben utilizar técnicas muy sofisticadas de análisis (TEM, STEM) y por otro lado dependen también de la composición del acero. Parecen ser del tipo M_3C o MC , pero también el $M_{23}C_6$ puede tomar parte. También se ha encontrado en alguna ocasión el M_2C . Se habla, incluso, de que en ciertos casos no son los precipitados sino los pre-precipitados los responsables del endurecimiento secundario. Sí existe una evidencia más clara de que a temperaturas superiores, en las que se produce el ablandamiento ($600^\circ C$) los carburos precipitados son del tipo M_6C y $M_{23}C_6$.

2.4 Propiedades Mecánicas

2.4.1 Dureza

La característica mecánica más utilizada para describir el estado de un acero rápido, que además es fácil de medir, es la de su dureza. El método tradicionalmente usado para la medida de dureza en los aceros rápidos es el de penetradores de diamante, ya sea con el sistema Vickers o Rockwell.

La dureza después del temple es función de la temperatura y tiempo de austenización y del contenido de elementos de aleación presentes en el acero. Aumentando el tiempo de auste-

2.4.2 Hasturaren Mekanika Elastiko Linealaren aplikazioa

2.4.2.1 Zailtasuna probeta trinkoetan

Hasturaren Mekanika Elastiko Linealaren, L.E.F.M.-aren, garapenak eta honen aplikazioak altzairu lasterrei posibilitate berriak ireki dizkiete altzairu hauen haustura-mekanismoen ikerketarako. L.E.F.M.-a 1920.-ean hasi zen, Griffith-ek /59/ beirekin egindako esperimentu batzuren ondoren bi energia-mota erlazionatu zituenean: pitzadura hazteko behar den energia (hazkuntza horretan sortutako gainazalaren azalera-unitateko energia, G_C , alegia) sistemaren energia-galerarekin (hau da, deformazio-energia) pitzaduraren higiduran. Griffith-ek zioenez, pitzadura haz zedin tentsioen lasaikuntzagatik sortutako energia elastikoaren txikiagotzeak gainazal-energiaren gehikuntza baino handiagoa izan behar du.

Gero, metale hauskorrenetan ere bazegoela deformazio plastikorik aurkitu zen, pitzadura-hazkuntzaren alderdi gertuetan. Griffith-ek proposatutako analisia, hortaz, haustura deformazio plastikoa txikia zela medio gertatzen zen materialetan bakarrik erabili zen. Kasu hauetan energia plastikoari zegokion gehigaia oso txikia zen energia-balantzean; material harikorretan, berriz, deformazio-energia bezala galdutako energia gainazal-energia baino garrantzitsuagoa zen.

K_{IC} , tentsioen intentsitate-faktorea definitu zen, tentsioen analisia egin ondoren planteatu eta ezarritako tentsioa eta pitzaduraren tamainaren funtzio bezala espresatu zena. I. eratako pitzaduraren hedapenean (trakzioan), tentsioen intentsitate-faktorea honela kalkulatu da

$$K_{IC} = \sigma \Phi \sqrt{\pi a} \quad (2.1)$$

non K_{IC} tentsioen intentsitate-faktoreak deformazio launan duen balio kritikoa da, σ haustura-tentsioa, Φ probetaren geometriaren menpeko faktore bat da eta a pitzaduraren luzera. Pitzadura tentsioen intentsitate-faktorea deformazio-egoera launan balio kritikora heltzen denean hazten dela suposatzen da.

Altzairu lasterren egiturak haustura hasteko toki asko dauzka. Sinterizatutakoetan, akats garrantzitsuenak hondar-hutsuneak dira.

L.E.F.M.-ak K_{IC} kalkulatzeko hurbilketa bat egiten du zerau suposatuz: probetaren dimentsioak oso handiak direla pitzadura-muturreko alderdi plastikoarekin konparatuz (deformazio-egoera launeko baldintzak). ASTM-E399 arauak K_{IC} kalkulatzeko proposatzen duen metodoak /60/ zerau eskatzen du:

nización, para una temperatura determinada, se da un descenso de la dureza, ya que debido al engrosamiento de los carburos presentes, se produce un aumento del espaciado entre carburos; además, se da un aumento del tamaño de grano austenítico /53-55/ y también una disolución mayor de carburos en la austenita /42/. En lo que se refiere a la composición, se puede mencionar que los elementos que más influyen en la dureza de los aceros rápidos después del temple son el molibdeno, cobalto, carbono y nitrógeno /33,41,54,55/.

Por otra parte, la dureza después del revenido depende de forma similar de la temperatura y del tiempo de revenido y del contenido en elementos de aleación.

El contenido de wolframio, cobalto o de otros elementos formadores de carburos influye altamente sobre la dureza máxima a alcanzar en el revenido. Así, los aceros T42 y T6 después de ser tratados térmicamente logran durezas de 1020 HV /56/ y 1000 HV /12/, respectivamente. Resalta en el acero rápido T6 su alto contenido en wolframio - 20% - y cobalto - 12% - y en el T42 un 10% de cobalto, 3% de molibdeno y 1.3% de carbono. Los aceros del tipo M presentan durezas más bajas que los del tipo T, una prueba de ello es el acero tipo M2, cuyo límite superior de dureza es aproximadamente 900 HV /57/. Dentro del desarrollo de nuevos aceros rápidos del tipo M están los de la serie 40, siendo uno de ellos el M42 con 1.1% de carbono, 1.15% de vanadio, 1.5% de wolframio, 9.5% de molibdeno, 4% de cromo y 8% de cobalto; después de ser revenido por tres veces alcanza durezas cercanas a los 1000 HV /58/. Así pues, existe una clara la relación entre composición, tratamiento térmico y dureza macroscópica.

2.4.2 Aplicación de la Mecánica Elástica Lineal de la Fractura

2.4.2.1 Tenacidad en probetas compactas

El desarrollo de la mecánica elástica lineal de la fractura -L.E.F.M.- y su aplicación a los aceros rápidos ha abierto nuevas posibilidades para el estudio de los mecanismos de fractura en estos aceros. La L.E.F.M. tuvo su origen en 1920, cuando Griffith /59/, en una serie de experimentos con vidrios, relacionó la energía requerida para propagar una grieta -en términos de energía por unidad de área creada al propagarse la grieta, G_c - con la disminución de energía del sistema -energía de deformación- a través del movimiento mismo de la grieta. Griffith consideró que la cantidad de energía disminuida por unidad de área - G - debe ser igual o mayor que el aumento en energía superficial de la grieta en el instante de la propagación inestable de la misma.

Posteriormente se encontró que aún en los metales muy frágiles existía alguna deformación plástica en las zonas próximas al paso de las grietas. Por lo tanto, el análisis propuesto por Griffith sólo se usó en aquellos materiales en los cuales la fractura ocurría con una muy pequeña deformación plástica. En estos casos se consideró que el término correspondiente a la energía plástica era muy pequeño dentro del balance de energía, pero cuando se trataba de materiales relativamente dúctiles, la energía consumida como energía de deformación era más importante que el término energía superficial.

$$B \geq 2.5 \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2.2)$$

non B probetaren lodiera den eta σ_y materialaren elastikotasun-muga.

K_{Ic} -ren balioa materialaren funtsezko propietatetzat har daiteke; lorpen-prozedura, tratamendu termikoa, egitura eta tenperaturaren menpekkoa da.

Egituraren eragina nabarmena izateko elementu mikroegituralak alderdi plastikoaren erradioarenaren parekoa edo handiagoa izan behar du. Erradio hau deformazio-egoera launaren baldintzetan honela definitu da /65/:

$$r_p = \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2.3)$$

2.4.2.2 Zailtasuna probeta zilindriko motzetan

(2.2)-ko probetaren tamaina minimoaren kriterioak izugarri mugatzen ditu saiakuntza hauek; batez ere, ASTM-E399 arauak probeta nekeaz aurre-pitzatua izatea eskatzen duela kontsideratzen bada. Prolema hauek txikiagotu asmoz, Barker-ek /62/ beste zailtasun-saiakuntza bat proposatzen du, probeta askozaz txikiagoak erabiltzen dituen (materiala aurreztuz) eta aurre-pitzaduraren beharrik ez duena.

Probeta hauen geometria zilindrikoa ala errektangularra izan daiteke, ete bi ebaketa dauzkate aldamenetan, "v" erako hozka bat sortuz. Aldameneko ebaketa hauek saiakuntzan deformazio-egoera launeko baldintzak izatea permititzen dute, nahiz eta ASTM-E399 arauak eskatzen duena baino probeta txikiagoa erabili. Saiakuntzan probetaren hozkaren muturrean pitzadura bat sortzen da, oso azkar iristen dena hazkuntza-egoera egonkorrera; egoera honek probeta trinkoen aurre-pitzadura ordezkatzen du. Material hauskorak dira saiakuntza hau gehien erabiltzen dutenak, pitzadura sortzeko oso karga txikiak behar direlako eta ondorioz materialak saiakuntzaren hasieran katastrofikoki hausteko probabilitate gutxiago bait duelako.

Haustura hauskorra

Aipatu den bezala, pitzaduraren hedapena egonkorra da, eta a_c luzera kritikoa izan arte kargaren gehikuntza konstantea eskatzen du. Orduan, karga jeitsi egiten da pitzaduraren

Se introdujeron los factores de intensidad de tensiones, K , que se plantearon a partir de un análisis de tensiones, y se expresaron en función de la tensión aplicada y del tamaño de la grieta. En el modo I de avance de la grieta (modo de tracción), el factor de intensidad de tensiones queda determinado por:

$$K_{IC} = \sigma \Phi \sqrt{\pi a} \quad (2.1)$$

donde K_{IC} es el valor crítico del factor de intensidad de tensiones en deformación plana, σ es la tensión de fractura, Φ es un factor que depende de la geometría de la muestra y a es la longitud de la grieta. La suposición básica es que la propagación de la grieta va a ocurrir cuando el factor de intensidad de tensiones en deformación plana alcance un valor crítico.

La microestructura de los aceros rápidos contiene muchos posibles lugares de iniciación de la fractura. En los aceros rápidos sinterizados, el defecto más importante es la posible porosidad residual.

La aproximación que la L.E.F.M. hace para medir el K_{IC} supone que las dimensiones de la muestra son muy grandes comparadas con el radio de la zona plástica en la punta de la grieta (condiciones de deformación plana). El método establecido en la norma ASTM-E399 para medir el K_{IC} establece que /60/:

$$B \geq 2.5 \left[\frac{K_{IC}}{\sigma_y} \right]^2 \quad (2.2)$$

donde B es el espesor de la muestra y σ_y es el límite elástico del material.

El valor de K_{IC} puede ser considerado como una propiedad fundamental del material; por lo tanto, depende de la ruta de fabricación, tratamiento térmico, microestructura y temperatura.

Se ha demostrado que el efecto de la microestructura es significativo únicamente cuando el elemento microestructural es comparable o más pequeño que el radio de la zona plástica. Éste ha sido definido /65/ en condiciones de deformación plana como

$$r_p = \frac{1}{6 \pi} \left[\frac{K_{IC}}{\sigma_y} \right]^2 \quad (2.3)$$

luzera hazten den heinean eta Barker-ek teorikoki frogatzen du /62/ a_c konstante dela probetaren geometria eta karga-egoera bakoitzeko. Azken hauek probetak L.E.F.M.-ren baldintzak betetzen baldin baditu ez dira materialaren menpekoak. Pitzadura a_c -tik pasatzen denean karga gorena da.

K_{Ic} kalkulatzeko ekuazioaren kalkuloan, Barker-ek (2.4. ir.) zerau suposatzen du /62/, pitzadura egonkorki hedatzeko behar den energia hau dela

$$\Delta W = G_{Ic} b \Delta a \quad (2.4)$$

non b a eta $a+\Delta a$ -ren arteko pitzadura-frontearen batez besteko zabalera den. ΔW saiakuntzan probetan egindako lan itzulezina da. Pitzadura sortu baino lehen, karga 2.5. irudiko malda elastikoarekin igotzen da /63/. Pitzaduraren sorkuntza hozkaren muturrean 2.5. irudiko malda aldaketarekin erlazionatuta dago. Bi deskarga eta karga ziklo egiten badira, A eta B puntuei dagozkiena, eta deskarga-zikloan ez dela pitzaduraren hedapenarik gertatzen suposatzen bada, ez bait da deformazio plastikorik gertatu (L.E.F.M.-ren baldintzak), pitzadura Δa gehikuntza bat luzatu da. Orduan OAB triangeluaren azalera ematen du W -en, hots, aitzinapen honetan egindako lan itzulezinaren, balioa, hau da,

$$\Delta W = \frac{1}{2} L \Delta X \quad (2.5)$$

non L A-tik B-rainoko batez besteko karga den eta ΔX deskarga-bideen arteko distantzi longitudinalala batez besteko karga-puntuan. Hau da A-tik B-raino kargatzean gertatzen den zurruntasun gehikuntza:

$$\Delta C = \frac{\Delta X}{L} \quad (2.6)$$

(2.4), (2.5) eta (2.6) ekuazioak lotuz hauxe daukagu

$$G_{Ic} = \frac{L^2}{2b} \left[\frac{dc}{da} \right] \quad (2.7)$$

Ekuazio hau ez da berria, 1954.ean Irwin eta Kies-ek /63/ argitaratutakoa da funtsean. G_{Ic} eta K_{Ic} erlazionatzen duen deformazio launaren egoeraren ekuazioa erabiliz,

2.4.2.2 Tenacidad en probetas cilíndricas cortas

El criterio de un tamaño mínimo de probeta establecido en la ecuación (2.2) limita considerablemente este tipo de ensayos; más aún si se considera que el procedimiento de ensayo exigido por la norma ASTM - E399 requiere que la muestra sea pre-agrietada por fatiga. Tratando de disminuir estos problemas, Barker /62/ propone un ensayo de tenacidad alternativo en el que se pueden utilizar probetas mucho más pequeñas, con el consiguiente ahorro de material, y que no requieren de pre-agrietamiento inicial.

La geometría de las probetas puede ser cilíndrica o rectangular y tienen dos cortes laterales que dan origen a un ligamento tipo chevron. Estos cortes laterales permiten crear durante todo el ensayo condiciones de deformación plana aún cuando se utilicen probetas de tamaño considerablemente menor que el especificado por la norma ASTM - E399. En el vértice del ligamento chevron de la probeta se crea durante el ensayo una grieta que rápidamente logra un estado estacionario o estable de crecimiento, que reemplaza el pre-agrietamiento de las muestras compactas. Los materiales frágiles son los más beneficiados con este efecto, ya que, debido a las bajas cargas iniciales que son necesarias para crear la grieta, se reduce la probabilidad de que el material falle catastróficamente en el comienzo del ensayo.

Fractura frágil

Como se mencionó anteriormente, el crecimiento de la grieta es estable y su avance requiere constantemente un incremento de la carga hasta alcanzar su longitud crítica, a_c . Entonces, la carga disminuye con la longitud de la grieta; Barker demuestra teóricamente /62/ que a_c es una constante para una geometría de muestra y una configuración de carga dada. Esta última también es independiente del material siempre y cuando la muestra se comporte de acuerdo a los principios de la L.E.F.M. Cuando la grieta pasa por a_c , la carga corresponde al punto máximo.

En la derivación de la ecuación para calcular K_{Ic} , Barker supone, de acuerdo a la Fig. 2.4 /62/, que la energía requerida para avanzar la grieta una pequeña distancia de forma estable es:

$$\Delta W = G_{Ic} b \Delta a \quad (2.4)$$

donde b es el ancho promedio del frente de grieta entre a y $a+\Delta a$. La energía ΔW corresponde al trabajo irreversible realizado sobre la muestra durante el ensayo. Antes de la iniciación de la grieta, la carga aumenta de acuerdo a la línea que representa la pendiente elástica en la Fig. 2.5 /63/. La iniciación de la grieta en el vértice de la entalla chevron está marcada por el cambio de pendiente en la Fig. 2.5. Si se realizan dos ciclos de descarga y carga, representados por los puntos A y B de esta misma figura, y si se supone que durante las descargas no existe crecimiento de la grieta, ya que no ha ocurrido deformación

$$G_{Ic} = K_{Ic}^2 \frac{(1-\nu)^2}{E} \quad (2.8)$$

non E Young-modulua den eta ν Poisson-modulua,

$$K_{Ic} = \frac{L}{B^{3/2}(1-\nu)^{1/2}} f(a/b) \quad (2.9)$$

non B probetaren diametroa den. Pitzadurak a_c neurtzen duenean, a_c/B konstante bat da (A) eta L_c karga gorena da,

$$K_{Ic} = \frac{A L_c}{B^{3/2}} \quad (2.10)$$

Hautura elastiko-plastikoa

Barker-ek /62/ bide alternatibo bat garatu zuen zailtasuna neurtzeko deformazio plastiko txikia aurkezten zuten probeta zilindriko motzetan.

2.6. irudian /62/ portaera elasto-plastikoa duen probeta baten saiakuntza-eskema aurkezten da. Kasu honetan analisiak deskargatzean pitzadura ez dela hazten suposatzen du, baina lasaikuntza-bidea ez da dagoeneko jatorrira iristen kargarik ez dagoenean, jatorritik X distantzi batetara baino (A-tik deskargatzean, C puntua). Hau OA deskargan gertatzen den deformazio plastiko finitoari dagokio, pitzaduraren muturrean gertatzen dena.

A-tik B-raino kargatzean egindako gainerako lan itzulezina ACDB-ren azalera da. Gainerako lan hau pitzaduraren gainazal berria sortzeko behar den energia da. ACDB-ren azalera CA'B'D-renaren antzekoa da, hau da,

$$\Delta W = \frac{1}{2} (1 + p) L \Delta X \quad (2.11)$$

non p probetak A-tik B-raino kargatzean aurkezten duen plastizidadetzat har daitekeen, eta honela definitzen den

plástica, condiciones de L.E.F.M., se tiene que la grieta ha avanzado un incremento Δa . Entonces, el trabajo irrecuperable W , realizado durante este avance, está representado por el área sombreada en el triángulo OAB; luego,

$$\Delta W = \frac{1}{2} L \Delta X \quad (2.5)$$

donde L es la carga promedio entre A y B y ΔX es la separación longitudinal de los caminos de descarga en el punto de la carga promedio. El cambio incremental de rigidez del sistema al cargar desde A a B es:

$$\Delta C = \frac{\Delta X}{L} \quad (2.6)$$

de las ecuaciones (2.4), (2.5) y (2.6) se tiene que:

$$G_{Ic} = \frac{L^2}{2b} \left(\frac{dc}{da} \right) \quad (2.7)$$

Esta ecuación no es nueva, ya que esencialmente es la misma que en 1954 publicaron Irwin y Kies /63/. Haciendo uso de la ecuación de deformación plana que relaciona G_{Ic} y K_{Ic} ,

$$G_{Ic} = K_{Ic}^2 \frac{(1-\nu)^2}{E} \quad (2.8)$$

donde E es el módulo de Young y ν es el coeficiente de Poisson, se tiene que

$$K_{Ic} = \frac{L}{B^{3/2}(1-\nu)^{1/2}} f(a/b) \quad (2.9)$$

donde B es el diámetro de la muestra. Cuando la grieta alcanza el valor a_c , a_c/B es una constante -A-, y la carga es máxima, L_c . Luego:

$$K_{Ic} = \frac{A L_c}{B^{3/2}} \quad (2.10)$$

Fractura elasto-plástica

Barker /62/ desarrolló también un método alternativo para determinar la tenacidad a la fractura en probetas cilíndricas cortas que presentaban una deformación plástica limitada durante el ensayo.

$$p = \frac{\Delta X_0}{\Delta X} \quad (2.12)$$

Beraz, hau da bi deskarga-bideren arteko zurruntasun-aldaketa

$$\Delta C = (1-p) \frac{\Delta X}{L} \quad (2.13)$$

(2.11) eta (2.13) ekuazioak lotuz

$$G_{Ic} = \left[\frac{1+p}{1-p} \right] \left[\frac{L^2}{2b} \right] \left[\frac{dc}{da} \right] \quad (2.14)$$

G_{Ic} saiakuntza elasto-plastiko batetan neurtzen denean materialaren ezaugarritzat hartzen da; beraz, bere balioa ez litzateke aldatu behar materiale berarentzat L.E.F.M.-baldintzak beteaz kalkulatu denean. Beraz, (2.14) ekuazioaren bidez neurtutako K_{Ic} -a materialaren propietatea da eta, L.E.F.M.-baldintzetan, probeta baten pitzadura-muturraren gertuko tentsio-eremua deskribatzen du. Hortaz,

$$K_{Ic} = K_Q \left[\frac{1+p}{1-p} \right]^{1/2} \quad (2.15)$$

non K_Q tentsioen intentsitate-faktorearen balioa den, L.E.F.M. analisiaren bidez lor daitekeena.

Haustura hauskorrean L_c karga gorena bazen ere, portaera elasto-plastikoan ez da gauza bera gertatzen. Pitzadurak a_c tamaina duenean lasaikuntza elastikoak duen malda hasierako karga elastikoaren maldaren erdia da, gutxi gora behera. Orduan, L_c A eta B-ren bitarteko kurba eta hasierakoaren malda erdia duen zuzenaren (lasaikuntzakoaren artean tartekatua) ebaketa da.

2.4.2.3 Haustura-zailtasuna Altzairu Lasterretan

Altzairu Lasterren zailtasuna neurtzeko lehenbiziko lanak lorpen-prozeduraren baldintzen propietate honekiko eragina finkatu nahian egin ziren. Hauts-Metalurgiaren bidez lortutako materialek ohizko prozeduraren bidez lortutakoaren aurrean zeuzkaten abantailen bila

La Fig. 2.6 /62/ presenta esquemáticamente el ensayo de una probeta que se comporta de manera elasto-plástica. El análisis en este caso sigue suponiendo que durante la descarga no existe crecimiento de la grieta, pero el camino de relajación ya no llega al origen cuando el nivel de carga es cero, sino a una distancia X del origen -punto C en el camino de descarga desde A-. Esto ocurre porque en la descarga OA existe una deformación plástica finita alrededor de la punta de grieta.

El trabajo irreversible adicional realizado al cargar desde A a B es claramente el área sombreada ACDB. Este trabajo adicional representa la energía necesaria para crear la nueva superficie de grieta. El área ACDB está definida aproximadamente por el área del trapecioide CA'B'D o, de otro modo,

$$\Delta W = \frac{1}{2} (1 + p) L \Delta X \quad (2.11)$$

en que p puede ser interpretado como el grado de plasticidad que presenta la muestra cuando es cargada desde A a B y que se define como el cociente:

$$p = \frac{\Delta X_0}{\Delta X} \quad (2.12)$$

Luego, el cambio en rigidez entre los dos caminos de relajación de la carga es:

$$\Delta C = (1-p) \frac{\Delta X}{L} \quad (2.13)$$

combinando las ecuaciones (2.11) y (2.13) resulta:

$$G_{Ic} = \left[\frac{1+p}{1-p} \right] \left[\frac{L^2}{2b} \right] \left[\frac{dc}{da} \right] \quad (2.14)$$

Se considera que el G_{Ic} evaluado en un ensayo elasto-plástico representa una propiedad del material, luego, su valor no debería cambiar de ser evaluado con condiciones de L.E.F.M. en el mismo material. Por lo tanto, el K_{Ic} determinado a partir de la ecuación (2.14) será una propiedad del material y describirá el campo de esfuerzos en la vecindad de la punta de la grieta de una muestra en condiciones de L.E.F.M., es decir,

$$K_{Ic} = K_Q \left[\frac{1+p}{1-p} \right]^{1/2} \quad (2.15)$$

donde K_Q es el valor del factor de intensidad de tensiones que podría ser obtenido según análisis L.E.F.M.

zebiltzan, eta pentsatu zen zailtasuna izan zitekeela bata ala bestearen onargarritasuna erabakiko zuen propietatea.

Johnson-ek /64/ M2 eta M7-ren zailtasuna ikertu zuen, probeta trinkoak eta nekeaz aurre-pitzatutakoak erabiliz. Bere emaitzak oso berregingarriak gertatu ziren eta aurkitu ziren zailtasun-balioak oso antzekoak ziren bi materialetan gogortasun bateko, zailtasuna 32-tik 12 MPa \sqrt{m} -ra jeisten zela gogortasuna 42-tik 66 HRC-ra igotzen zenean. Talkarekiko erresistentzietan aurkitutako desberdintasunak argitzeko Johnson altzairuen egituraren eta litekeen akatsetan oinarritu zen. M7 altzairuaren akats-tamaina kritikoa karburo-partikula edota ale-tamainaren parekoa zen, hau da, 10-17 μm -takoa. M2 altzairuaren kasuan, ordea, akats kritikoa tamaina 6 eta 14 μm -ren artekoa zen. Kontutan hartu zuen posibilitateak hauek izan ziren: karburoen haustura, ale barneko haustura, aleen arteko haustura, karburo edo inklusio baten matrizearekiko dekohesioa eta hondar-austenitaren haustura.

Olsson eta Fischmeister-ek /65/ hiru bidetatik lortutako M2 altzairu baten zailtasunak konparatu zituzten, ohizko bidetik, hautsen estrusioaz eta hautsen forjaketaz. Probeta trinkoak erabili zituzten, baina talkaz aurre-pitzatutakoak, Eriksson-en /66/ metodoaren arabera. Ohizko M2 altzairuaren emaitzak Johnson-enen hurbilak dira /64/, eta K_{IC} -ren balioak 32-tik 13 MPa \sqrt{m} -ra jeisten ziren gogortasuna 50 tik 65 HRC-ra igotzen zenean. Sinterizatu-estruitutako eta sinterizatu-forjatutako altzairuek zailtasun-balio antzekoak eman zituzten, nahiz eta hautsen Oxigeno-edukin handiak (>2000-2500 ppm) zailtasunean eragin txarra zuen.

Aurre-pitzaduraren hedapenaren bidea xehetasun guztiz analizatu ondoren, Olsson eta Fischmeister-ek zerau aurkitu zuten: ale-mugetatik hedatzen zela, baina hazteko indarra txikiagotzen zenean, pitzadurak kontu handiagoz bilatzen zituela puntu ahulak. Pitzadurak karburo bat aurkitzen zuenean, aldiz, bide nagusia matrize-karburo interfasea zen, eta karburo-taldeak bazeuden hedapen-bidea banatu egiten zen. Alderdi plastikoaren tamaina (> 1 μm) karburo lerrotuen ("stringers") antzekoa zela ere aurkitu zuten, eta karburo-lerro biren arteko bitartearen erdia.

Beste metodo bat oso erabilia dena zailtasuna neurtzeko /56,57,68-71/, aurre-pitzadurarik gabeko probeta bat makurduran saiateraz eta, bere haustura-azala behatuz, akats kritikoa tamaina finkatzea da. Orduan, (2.1) ekuazioaren laguntzaz deformazio launa egoerapeko tentsioen intentsitate-faktore kritikoa kalkula daiteke. Teknika honen onargarritasuna haustura-hasiera aurkitzearen erraztasunaren menpekoa da. Johansson-ek /69/ M3-2PM-3% V altzairuarekin erabili zuen metodo hau; gogortasun finko batentzako bere emaitzak handixeagoak dira (% 30-a) material berezko probeta aurre-pitzatutakoetan neurtua baino /66/. Autore honek bi arrazoi proposatzen ditu diferentzi hau esplikatzeko: lehenengoa, saiaturako material-bolumena aurre-pitzatutako probeta normalizatueta baino hiru bat bider handiagoa dela; bigarrena, inklusioen itxura oso desberdina izan daitekeela eta hortaz tentsio-konzentrazioa ere.

Mientras que L_C en condiciones de fractura frágil es siempre la carga máxima, en comportamiento elasto-plástico no lo es. La pendiente que corresponde a la relajación elástica cuando la grieta tiene un tamaño a_c es alrededor de la mitad del valor de la pendiente de la carga elástica inicial. Entonces, L_C puede ser obtenido como la intersección de la recta de pendiente mitad de la inicial (interpolada entre las de relajación) y la curva entre los puntos A y B.

2.4.2.3 Tenacidad a la Fractura en Aceros Rápidos de Herramientas

Los primeros trabajos para evaluar la tenacidad en aceros rápidos estuvieron orientados a determinar el efecto de las variables del proceso de fabricación sobre esta propiedad. Se trataba de medir las ventajas que podrían tener los productos pulvimetalúrgicos sobre los mismos aceros fabricados por procesos convencionales, y se pensó que la tenacidad a la fractura podía ser la propiedad que determinara la validez de uno u otro.

Johnson /64/ comparó la tenacidad a la fractura de dos aceros rápidos, M2 y M7, usando probetas compactas y pre-agrietadas por fatiga. Sus resultados fueron muy reproducibles y encontraron valores muy próximos de la tenacidad a la fractura en ambos aceros para durezas similares, variando desde 32 a 12 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ cuando la dureza aumentaba desde 42 a 66 HRC. Para explicar las diferencias que, sin embargo, existían entre las resistencias al impacto de ambos aceros, Johnson se fijó en su microestructura y posibles defectos. Para el acero M7 encontró que el tamaño crítico de defecto era del orden de magnitud de las partículas de carburos o del tamaño de grano más grande (10-17 μm). En cambio, para el acero M2 el tamaño de defecto crítico variaba entre 6 y 14 μm , resultando ser este valor algo menor que el tamaño de grano promedio y algo mayor que el diámetro de carburo más grande. Esto le hizo pensar que, por lo menos para el acero M2, durante el ensayo actuaba algún mecanismo para crear un defecto de tamaño crítico. Las posibilidades que incluyó eran: fractura de carburos, fractura intragranular, fractura intergranular, descohesión de un carburo o inclusión con la matriz y fractura de la austenita retenida.

Olsson y Fischmeister /65/ compararon la tenacidad a la fractura en un acero rápido M2 fabricado por tres rutas diferentes: convencional, extrusión de polvos y forja de polvos. Utilizaron probetas compactas, pero pre-agrietadas por impacto de acuerdo al método propuesto por Eriksson /66/. Los resultados para el acero M2 convencional eran muy próximos a los de Johnson /64/, y los valores de K_{IC} variaban desde 32 a 13 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ cuando la dureza se incrementaba de 50 a 65 HRC. Los aceros sinterizados-extruidos y sinterizados-forjados dieron valores de tenacidad similares, aunque encontraron que el elevado contenido en oxígeno de los polvos - >2000-2500 ppm- afectaba negativamente a la tenacidad a la fractura.

En un análisis detallado del camino de propagación de la pre-grieta, Olsson y Fischmeister observaron que ésta progresaba a través de las juntas de grano, pero al disminuir la fuerza impulsora para hacerla crecer, la grieta era más selectiva en la búsqueda de puntos débiles.

Kim eta lag.-ek /68/ tratamendu termikoen ondoko egituraren eta gogortasunaren zailtasunarekiko eragina ikertu zuten. Lana M2 eta VASCO-MA altzairuetan zentratu zen (azken honen konposaketa M2 altzairuaren matrizearenaren parekoa da, hau industrialki austenizatzen denean). Tenplatu ondoren, M2 altzairuak izan zuen zailtasuna gogortasun berarentzako VASCO-MA-k aurkeztu zuena baino $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ handiagoa izan zen. Desberdintasun hau esplikatzeke arrazoi hau eman zen: azken altzairu honek karburo-filme mehe bat zuela ale-mugetan zehar, pitzaduraren hedapena errazten zuena, honela aleen arteko haustura eraginaz. M2 altzairuaren haustura, aldiz, ale-barnekoa izan zen.

Iraotu ondoren, VASCO-MA altzairua M2 -a baino zailagoa gertatu zen, K_{IC} -a $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ handiagoa zelarik. Bi altzairuen haustura ale-barnekoa izan zen. Bestalde, tenperatura altuagotan austenizatu zirenean, ale-tamaina handiagoa lortuz, bi altzairuek $3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -etan hobetu zuten zailtasuna. Kim eta lag.-ek ez zuten gertakizun honen arrazoi argirik aurkitu, ez bait zegoen emaitza esperimentaletatik jakiterik zailtasunaren igoera ale-tamainaren handitzearen ondorioz zen ala austenizazio-tenperaturaren igoerarena.

Wronski eta lag.-ek /71/ 18-4-1 altzairu laster konbentzional eta sinterizatutako baten zailtasuna ikertu zuten. Bi materialen zailtasuna 18 eta $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -ren artekoa izan zen, baina nahiz eta biak $30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -tara iritsi, zailtasun-tartea aztertu ondoren, sinterizatutakoa zailagoa izan zela esan daiteke, batez besteko K_{IC} -a $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -koa bait zen. Rescalvo eta Averbach-ek /72/, 18-4-1 altzairu konbentzional berberazko nekez aurrepitzatutako probeta trinkoetan egindako lanean K_{IC} -balioak hauexek zirela aurkitu zuten, 20 eta $22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -tartekoa gogortasuna 63-tik 59 HRC-ra jeisten zenean. Olsson eta Fischmeister-ek bezala /65/, zerau planteatu zuten, zailtasuna egitura eta matrizearen propietateekiko menpekota zela. Wronski eta lag.-ek, Knott-en analisia erabiliz /61/, beren probeten alderdi plastikoen erradioak kalkulatu zituzten, 2 eta $6 \mu\text{m}$ artekoa gertatu zirenak. Rescalvo eta Averbach-ek aurkitutako alderdi plastikoaren erradio-balioak Wronski eta lag.-enak baino txikiagoak dira, 2 eta $3 \mu\text{m}$ artekoak; balio hauek segurasko ez direla haustura partikulen zehar eragiteko nahikoak diote.

Lan berriago batetan, Martínez eta lag.-ek /38/ zailtasunaren gogortasunarekiko jeitsiera nabarmena aurkitzen dute T6, T15 eta T42 altzairuetan: zailtasuna $35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -koa izate-tatik 500 eta 600 HV_{10} -en arteko gogortasunarentzat, hau 950 HV_{10} -ekoa denean $13\text{-}15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -koa izatera pasatzen delarik. Hondar-austenitaren eraginari dagokionean, autore hauek zerau aurkitu zuten: hasiera batean zailtasuna handiagotzen zela hondar-austenita gehiago zegoen heinean, % 30 hondar-austenita edukinera iritsi arte, non zailtasunak handitzeari uzten zion; eragin bera aurkitu zuen Aranzábal-ek /73/ ADI burdinurtze bate-tan. Austenita-edukin handiko laginetan zera aurkitu zuten, nahiz eta haustura quasi-cleavage motakoa izan, bazegoela plastizidade lokala. Martínez eta lag.-ek beste lan bate-tan /29/ hondar-austenita edukin handiko probetetan haustura-pitzaduren hazkuntza-bideen gertu austenita martensita bihurtzen zela argitaratu zuten. Autore hauek beste zerau ere diote: zailtasunak hondar-austenita kopuruaren handitzearekin igotze izugarria dauka, arrazoa, austenitaren transformaziorako zurgatutako energia izan daitekeelarik.

Sin embargo, cuando la grieta encontraba un carburo, normalmente el camino preferencial era la interfase matriz-carburo y cuando había un racimo de carburos el camino de propagación se ramificaba. También encontraron que el tamaño de la zona plástica - $>1\mu\text{m}$ -, era similar al espaciado entre los carburos alineados -"stringers"- y la mitad del espaciado entre dos alineamientos paralelos de carburos.

Otro método muy empleado en la determinación de la tenacidad a la fractura /56,57,68-71/, es ensayar una muestra sin pre-agrietamiento en flexión y, observando su superficie de fractura, determinar la forma y tamaño del defecto crítico. Con la ayuda de la ecuación (2.1) se puede calcular entonces el factor de intensidad de tensiones crítico en deformación plana. El éxito de esta técnica depende de la facilidad con que se pueda determinar el lugar de inicio de la fractura. Johansson /69/ empleó este método con el acero rápido M3-2PM - 3% de vanadio-; sus resultados son ligeramente más altos -30%- para un mismo nivel de dureza que los medidos en el mismo material, pero en muestras pre-agrietadas /66/. Dicho autor propone dos razones para explicar esta diferencia: la primera es que el volumen de material ensayado es alrededor de tres órdenes de magnitud mayor que en el de probetas normalizadas con pre-agrietamiento. La segunda razón se refiere a que la forma de las inclusiones varía considerablemente, y por tanto la concentración de tensiones puede variar enormemente.

Kim y col. /68/ analizaron la dependencia de la tenacidad a la fractura con la microestructura y dureza resultantes de diferentes tratamientos térmicos. El trabajo se centró en los aceros rápidos M2 y VASCO-MA -su composición corresponde a la matriz del acero rápido M2 cuando se austeniza de acuerdo a la práctica industrial-. En la condición de temple, el acero M2 presentó una tenacidad a la fractura $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ más alta que la encontrada en el acero VASCO-MA para un nivel comparable de dureza. Se trató de explicar la diferencia en términos de que en este último acero existía una fina película de carburos en los bordes de grano, lo cual facilita la propagación de la grieta, produciéndose una fractura intergranular. Por el contrario la fractura en el acero M2 fue transgranular.

Después de revenido, el acero VASCO-MA resultó ser más tenaz que el acero M2, presentando un K_{IC} de $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ mayor. La fractura en ambos aceros fue transgranular. Por otra parte, cuando el tamaño de grano se incrementó con una austenización a más elevada temperatura, ambos aceros mejoraron su tenacidad a la fractura en $3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Kim y col. no encontraron una explicación clara para el fenómeno, ya que de los resultados experimentales no se deducía si el aumento de tenacidad se debía realmente al efecto del tamaño de grano o era causado por el aumento de la temperatura de austenización.

Wronski y col. /71/ estudiaron las propiedades de tenacidad de un acero rápido 18-4-1 convencional y otro similar, pero sinterizado. La tenacidad a la fractura de ambos materiales estuvo dentro del rango de 18 a $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, aunque ambos aceros alcanzaron los $30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, pero de acuerdo al rango de variación, se puede decir que el acero sinterizado fue el más tenaz, con un valor medio de K_{IC} de $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Rescalvo y Averbach /72/, en su trabajo con el mismo acero 18-4-1 convencional, determinaron en muestras compactas pre-

Martínez-ek /28/, bestalde, iraoketa-gogortasun gorenetan T15-a bai gasean sinterizatuak eta baita hutsean sinterizatuak zailtasun berdintsua zutela aurkitu zuen, $13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -koa.

2.4.3 Makurdurarekiko erresistentzia

Altzairu lasterren erresistentzia neurtzeko ohizko teknika hiru puntutako makurdurarena da. σ_R , zeharkako hausturarekiko erresistentzia, materialen erresistentziaren formula erabiliz kalkulatzen da, zeinek deformazio lineala suposatzen duen /74/. Hiru puntutako makurduran oso bolumen txikia saiitzen da erresistentzia gorenean eta haustura pitzaduretan hasten bada, geometria honek, Weibull-en analisiaren arabera, lau puntutako makurduran edota trakzioan lortzen direnak baino erresistentzia altuagoak emango ditu (estatistika arazoa da, bolumen txiki bat bakarrik saiitzen bait da). Teoria elastikoa erabiltzearen beste arazo bat deformazio plastikoa kontutan ez hartzea da, nahiz eta oso nabaria den, adibidez, M2 forjatuan. Deformazio plastikoa kontutan hartu eta gogordura lineala kontsideratzen bada, % 50-a baino σ_f haustura-tentsioaren gain-estimazio handiagoak egin daitezke. Elastikotasun-muga (isurpen-tentsioa), σ_y (zentruan deflexioa neurtzeko LVDT bat erabiliaz kalkulatu) haustura-tentsioa baino askozaz txikiagoa izan daiteke eta sinterizatutako eta forjatutako materialetan berdintsua da. Azken kasu honetan, balio hauek ez dira saiakuntza-probeten norabidearen menpekoak, berotako konformaketa-norabidearekiko paraleloki ala perpendikularki ebakiak izan.

Orokorrean, altzairu laster forjatuen erresistentzia (norabide luzetarakoan saiaturik, hau da, ijeketa-norabideari paralelo) sinterizatuena baino altuagoa da. Zailtasuna, aldiz, altuagoa da sinterizatueta, zailtasuna eta gogortasunen arteko alderantzizko koerlazioa gertatzen delarik. Hau eragiten duten arrazoi egiturak ezezagunak dira, baina atmosfera industrialean sinterizatuz lortutako altzairu lasterretan hondar-austenita edukin handiagoarekin erlazionatu da.

Zailtasuna altzairu laster askotan kalkulatu da, kojinetetan aplikatzeko.

Haustura-saiakuntzen arauak pitzadura nekeaz sortu eta distantzia finko bat hedatzea eskatzen dute. Batzutan prozedura honen ordez talka-sistema erabiltzen da.

1948.ean Grobe eta Roberts-ek /75/ lehenengo ikerketa egin zuten, T1- eta M42-en makurdurarekiko erresistentzia neurtuz. Ez zen deformazio plastikoaren frogarik aurkitu, eta makurdurarekiko erresistentzia makurdura elastikoaren teoria erabiliz kalkulatu zen. T1-aren kasuan, zeharkako hausturarekiko erresistentzia 4.1-etatik 4.4 GPa-etara hobetu zen austenizazio-tenperatura 1100°C -tik 1260°C -tara igotzean. Elastikotasun-muga austenizazio-tenperaturarekin bat igotzen zela ere aurkitu zuten, bere balio gorena 3.2 GPa-ekoa izan zelarik altzairua 1290°C -tan austenizatu zenean. Elastikotasun-muga edo isurpen-muga eta makurdurarekiko erresistentziaren igoera gogortasunaren 60-tatik 65 HRC-tarako igoerarekin batera gertatu zen iraotu ondoren. M2 altzairuak portaera bera

agrietas por fatiga, un valor de K_{IC} que variaba desde 20 a 22 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ cuando la dureza disminuía de 63 a 59 HRC. Al igual que Olsson y Fischmeister /65/, plantean que la tenacidad a la fractura es controlada principalmente por la microestructura y propiedades de la matriz. Wronski y col. encontraron que para sus probetas el radio de la zona plástica, según el análisis de Knott /61/, estaba en el rango de 2 a 6 μm . Los valores de radio de zona plástica encontrados por Rescalvo y Averbach son menores que los de Wronski y col., ya que su rango de variación estuvo entre 2 y 3 μm , y concluyen que probablemente estos valores son insuficientes para inducir fractura a través de partículas.

En un trabajo más reciente, Martínez y col. /38/ encuentran una clara disminución de la tenacidad en los aceros T6, T15 y T42 con la dureza, pasando la tenacidad de 35 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ para durezas comprendidas entre 500 y 600 HV_{10} a valores de 13 a 15 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ para durezas de 950 HV_{10} . En cuanto a su dependencia con la austenita retenida, dichos autores encontraron un incremento inicial de la tenacidad con la cantidad de austenita residual, llegándose a una saturación para valores de austenita retenida mayores de 30%; este mismo efecto lo encontró Aranzábal /73/ en una fundición ADI. En muestras con altos contenidos de austenita observaron que aunque el modo de fractura era del tipo quasi-cleavage sí se daba cierta plasticidad local. Martínez y col. /29/ reportan también en otro trabajo reciente que en las muestras con altos contenidos en austenita residual se produce en una región próxima al paso de las grietas de fractura una transformación de la austenita a martensita. Los mismos autores argumentan que la energía absorbida en dicha transformación podía explicar el importante incremento de la tenacidad a la fractura con el aumento de la cantidad de austenita retenida.

Martínez /28/ encontró, por otra parte, que, para durezas máximas de revenido, tanto el T15 sinterizado en gas como el de vacío presentan una tenacidad a la fractura similar, 13 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

2.4.3 Resistencia a la flexión

La técnica convencional para determinar la resistencia de los aceros rápidos de herramientas es la flexión en tres puntos. La "resistencia" transversal a la ruptura, σ_R , se evalúa usando la fórmula de resistencia de los materiales, que asume deformación lineal elástica /74/. En la flexión en tres puntos, sólo se ensaya a la tensión máxima un volumen muy pequeño, y si la fractura se inicia en grietas, esta geometría, de acuerdo con el análisis de Weibull, lleva -por cuestiones estadísticas, se ensaya únicamente un pequeño volumen- a valores más altos que los obtenidos en flexión en cuatro puntos o en tracción. Otro hecho complicado de usar la teoría elástica es que se ignora la deformación plástica, que, sin embargo, es fácilmente detectable, por ejemplo, en el M2 forjado. Si se considera la deformación plástica y se supone un endurecimiento lineal, se pueden cometer sobreestimaciones de más del 50 % en el valor de la tensión a fractura, σ_f . También se ha mostrado que la tensión en el límite elástico (tensión de fluencia), σ_y , -determinado usando, por ejemplo,

izan zuen: zeharkako hausturarekiko erresistentzia 3.0-tatik 4.5 GPa-etara igo zen eta elastikotasun-muga 1.58-tatik 3.2 GPa-etara. Elastikotasun-modulua T1 altzairuarentzako 220 GPa-ekoa izan zen.

1959.-eko urtean Hoyle eta Ineson-ek /76/ lau puntutako makurdura-saiakuntzan eta lehen aipatutako probeta txikiagotan deformazio plastiko pixkat aurkitu zuten eta, hortaz, egokitze-faktore bat sartu behar izan zuten. Honela aurkitutako zeharkako hausturarekiko erresistentziaren emaitzak 2.2 eta 2.7 GPa-en artekoak izan ziren M2 altzairu batentzako. Balio hauek Grobe eta Roberts-ek /75/ aurkitutakoak baino txikiagoak izan ziren, hauek makurdura-teoria elastikoa erabili zutelarik deformazio plastikorik kontsideratu gabe.

Takigawa eta lag.-ek /77/ KHA-z lortutako zenbait altzairu laster saiatu zituzten hiru puntutako makurduran; Hauts-Metalurgia bide honek Berotako Trinkotze Isostatikoa erabiltzen du produktu zeharo trinkoa lortzeko. Zerau aurkitu zuten, Banadio-edukina handitu ahala altzairu konbentzionalen zeharkako hausturarekiko erresistentzia txikiagotu egiten zela. M2 altzairuarentzako, % 2-ren bat V daukana, hausturarekiko erresistentzia 4.5 bat GPa-ekoa da, aldiz, 2.5 GPa-etara jeisten da T15 konbentzionalen, % 5 V daukana. Hauts-Metalurgiako prozeduraz lortutakoetan, ordea, Takigawa eta lag.-ek zerau ikusi zuten: lehengo Banadio-edukin desberdineko altzairuetan 65 bat HRC-etako gogortasuna zutenen hausturarekiko erresistentzi desberdintasunak txikiak zirela. Hau sinterizatutako produktuen karburo-banaketa konbentzionalena baino homogenoago eta finagoa zelako gertatzen zen. Bestalde, makurdurarekiko erresistentzia jeitsiera forjatutako produktuetan MC karburo primarioak handiagoak zirelako gertatzen zela esan zen, Banadio-edukin handiagoak zirela eta.

Haswell, Stasko eta Dax-ek /78/ T15 konbentzional baten eta CPM (Crucible Particle Metallurgy) prozeduraz lortutako konposaketa berako baten makurdurarekiko erresistentziak konparatu zituzten. Altzairu biak tenperatura berean austenizatu ziren (1232°C) 4 minutuz eta 550°C-tan irautu hiru bider, 66 eta 67 HRC-etako gogortasuna eman zutelarik. Altzairu konbentzionalak 2.15 GPa-eko hausturarekiko erresistentzia izan zuen, CPM-ak, aldiz, 4.7 GPa-ekoa.

Azkenik, Martínez-ek /28/ gasean eta hutsean sinterizatutako T15 altzairu baten makurdurarekiko erresistentzia eta zailtasuna ikertu zuen; hutsean sinterizatutakoak hauskorki hautsi ziren, tratamendu termikoaren eraginik aurkitu ez zelarik, eta berdin % 10 hondar-austenita baino gutxiago zuten gasean sinterizatuak. Hutsean sinterizatutako % 10 hondar-austenita baino gehiago zuten probetek, aldiz, haustura gertatu baino lehen deformazio plastikoa aurkeztu zuten. Elastikotasun-muga 190-205 GPa-ean egonkor agertu zen hutsean sinterizatutakoan; gasean sinterizatutakoetan 150 eta 215 GPa-en artean gertatu zen (% 70 eta % 10 hondar-austenita). Trakzio handieneko azalean austenita deformazio plastikoak eraginda martensita bihurtzen zela aurkitu zuen.

Kasak eta Dulis-ek /145/ hausturarekiko erresistentziaren balio batzuk argitaratu zituzten, T15 altzairu konbentzionalen eta CPM-z lortutako konposaketa bereko beste batean neurtuak. Ikertzaile hauek Haswell eta lag.-ek /78/ aurkitu zituzten desberdintasun berberak aurkitzen dituzte, altzairu konbentzionalak 2.18 GPa-eko erresistentzia bait du

una LVDT para medir la deflexión en el centro- puede ser mucho menor que la tensión de ruptura y tiende a ser similar en magnitud en los materiales sinterizados y forjados. En este último caso, estos valores son también independientes de si los ensayos son sobre muestras cortadas paralela o perpendicularmente a la dirección de deformación en caliente.

En general, la resistencia del acero rápido forjado -ensayado en dirección "longitudinal", es decir, paralela a la dirección del laminado- es más alta que la de los sinterizados. La tenacidad a la fractura, sin embargo, tiende a ser más alta para los materiales sinterizados, dándose una correlación inversa entre tenacidad y dureza. Las razones microestructurales para esto son desconocida, pero en los aceros rápidos producidos en atmósfera industrial esto se ha asociado con el contenido en austenita retenida.

La tenacidad a la fractura ha sido determinada para un considerable número de aceros rápidos para aplicaciones de cojinetes.

Las normas de ensayos de fractura requieren que la grieta se inicie y propague a una distancia predeterminada por fatiga. A veces, este procedimiento se sustituye por un sistema de impacto /28,67/.

En 1948, Grobe y Roberts /75/ realizaron el primer estudio, determinando la resistencia a la flexión de los aceros T1 y M42. No encontraron evidencia de deformación plástica, por lo que la resistencia a la flexión fue calculada usando la teoría de la flexión elástica. En el caso del acero T1, la resistencia a la ruptura transversal mejoró de 4.1 a 4.4 GPa cuando la temperatura de austenización aumentó de 1100 a 1260°C. También encontraron un aumento del límite elástico con el incremento de la temperatura de austenización, alcanzando su valor máximo de 3.2 GPa cuando el acero se austenizó a 1290°C. Este aumento del límite elástico o de fluencia y de la resistencia a la flexión, fue acompañado por el incremento de la dureza de 60 a 65 HRC después de ser revenido. El acero M2 mostró un comportamiento semejante, ya que la resistencia a la ruptura transversal aumentó de 3.0 a 4.5 GPa y el límite elástico varió de 1.58 a 3.2 GPa. El módulo de elasticidad para el acero T1 fue de 220 GPa.

En el año 1959, Hoyle e Ineson /76/, utilizando un ensayo de flexión en cuatro puntos y probetas más pequeñas que las de los trabajos anteriormente mencionados, encontraron cierta deformación plástica y necesitaron, por tanto, introducir un factor de corrección para el cálculo. Los resultados así encontrados para la resistencia a la ruptura transversal corregida para un acero tipo M2 variaron entre 2.2 y 2.7 GPa. Estos valores son más bajos que los encontrados por Grobe y Roberts /75/, quienes usaron la teoría elástica de flexión y no consideraron deformación plástica.

Takigawa y col./77/ ensayaron en flexión en tres puntos varios aceros rápidos fabricados por el proceso KHA, ruta pulvimetalúrgica que usa el prensado isostático en caliente para lograr un producto totalmente denso. Encontraron que según aumentaba el contenido de vanadio en el acero convencional la resistencia a la ruptura transversal disminuía. Para el acero tipo M2, que contiene alrededor de un 2% de vanadio, la resistencia a la ruptura es de

eta CPM-T15-ak 4.75 GPa-ekoa. Kasak eta Dulis-ek diote askotan, hutsune edo inklusiorik ez dagoenean karburo-banaketa eta -tamainak, batez ere MC-enak, direla hausturaren hasiera eragiten dutenak. Heurek dioten arabera, altzairu bien karburoen bolumenportzentaia antzekoa zen (% 12.8) baina aldakuntza-tartea oso desberdina zen, CPM-T15-arentzako % 12.2-13.4-koa izan bait zen eta T15 konbentzionalarentzat % 6.3-20.8-koa.

Altzairu laster desberdinetan edota prozedura desberdinen bidez lortutakoetan egindako Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoaren bidezko haustura-gainazalen ikerketak zera erakusten du: hausturaren hasiera ez dela beti puntu bakar batetan gertatzen, alderantziz, trakzio-gainazalaren gertu dagoen heterogenotasun-gune batetan hasten da haustura. Altzairu sinterizatueta heterogenotasun hauek hutsuneak edo partikulen arteko lotura ahulak izan daitezke /28,29/; altzairu konbentzionaletan, berriz, haustura-hasiera puntuak inklusioak edo karburo primario larriak izaten dira. Kasu askotan ez dago hasiera-puntu zehatz bat aurkitzerik, baizik eta hasiera-gunea. Akatsaren hazkuntza normalean konposatua da, hau da, ale eta karburoen artean eta barnetik.

2.4.3.1 Lau puntutako makurdura-saiakuntza egoera elastiko eta plastikoan

Makurdura egoera elastikoan

Makurdura elastiko-saiakuntza batetan saiaturako probetaren kanpoko gainazalaren gertatzen da tentsio gorena, eta zuntz-neutrorantz hurbiltzean gutxiagotuz dihoa, 2.7 a) irudiko zeharkako-sekzioak erakusten duenez.

Hiru edo lau puntutako makurdura-saiakuntza batetan normalean hausturarekiko erresistentzia sekzio karratu edo errektangularreko probetak erabiliz neurtzen da. Barraren gainazaleko trakzio-tentsio gorena materialen erresistentziaren ekuazio tradizionala erabiliz aurki daiteke /74/:

$$\sigma_{\max} = \frac{Mb}{I} \quad (2.16)$$

ekuazio honetan, M makurdura-momentua da, $b = W/2$, zuntz-neutroarekiko distantzia kanpoko gainazalatik eta I intertzi-momentua da:

$$I = \frac{(\text{zabalera})(\text{altuera})^3}{12} = \frac{B W^3}{12} \quad (2.17)$$

4.5 GPa, en cambio, ésta disminuye a 2.5 GPa para el acero T15 convencional que contiene 5% de vanadio. Sin embargo, para aceros de fabricación pulvimetalúrgica, Takigawa y col. observaron que para los aceros anteriores con diferentes contenidos en vanadio, la diferencia en resistencia a la ruptura transversal para durezas cercanas a 65 HRC es pequeña; 5 GPa para el acero M2 y 4.5 GPa para el acero T15. Esto fue atribuido a que los productos sinterizados presentaban una distribución de carburos más homogénea y más fina que los aceros convencionales. Por otro lado, atribuyeron el descenso de la resistencia a la flexión en los productos de colada a la presencia de carburos primarios más grandes - MC -, como consecuencia de contenidos de vanadio más elevados.

Haswell, Stasko y Dax /78/ compararon valores de resistencia a la flexión de un acero T15 convencional y otro similar en composición, pero fabricado a través del proceso CPM-Crucible Particle Metallurgy. Ambos aceros se austenizaron a la misma temperatura (1232°C) durante 4 min. y revenieron a 550°C tres veces, dando durezas de 66 y 67 HRC respectivamente. El acero convencional presentó una resistencia a la ruptura transversal de 2.15 GPa, mientras el acero CPM presentó una resistencia mucho mayor, 4.7 GPa.

Por último, Martínez /28/ estudió la tenacidad y resistencia a la flexión de un acero T15 sinterizado en gas y vacío: todas las muestras sinterizadas en vacío, independientemente del tratamiento térmico aplicado, fallaron de modo frágil, así como las sinterizadas en gas con una cantidad de austenita retenida inferior al 10%. En todas las muestras sinterizadas en gas y con un contenido en austenita mayor que el 10%, en cambio, se encontró deformación plástica anterior a la fractura. El módulo de elasticidad permaneció aproximadamente constante a 190-205 GPa para el acero sinterizado en vacío; para el sinterizado en gas variaba desde 150 a 215 GPa para contenidos de austenita retenida de 70 y 10%, respectivamente. Encontró que en la superficie de tracción máxima la austenita se transformaba en martensita inducida por la deformación plástica.

Kasak y Dulis /15/ publicaron las resistencias a la ruptura transversal de un acero rápido tipo T15 fabricado convencionalmente y otro de similar composición, pero elaborado a través de la ruta CPM. Estos investigadores encuentran diferencias semejantes a las de Haswell y col. /78/, ya que el acero convencional posee una resistencia a la flexión de 2.18 GPa y el CPM T15, 4.75 GPa. Kasak y Dulis plantean que, a falta de defectos tales como porosidad o inclusiones, la distribución y tamaños de los carburos, principalmente MC, juegan un papel muy importante como iniciadores de la fractura. Determinaron que ambos aceros tenían un porcentaje en volumen promedio de carburos similar -12.8-, pero el rango en el cual variaba este porcentaje era muy diferente, ya que para el acero CPM T15 resultó ser de 12.2 -13.4%- y para el T15 convencional fue de 6.3 -20.8%.

El estudio de las superficies de fractura a través de microscopía electrónica de barrido, para diferentes tipos y rutas de fabricación de aceros rápidos de herramientas, indica que el inicio de la fractura no siempre corresponde a un punto simple, sino que por el contrario, está representado por una área de heterogeneidades cercana a la superficie que está en tracción. En los aceros sinterizados estas áreas consisten de poros o zonas con ligamentos entre partículas incompletos /28,39/. En el material convencional los puntos de inicio de la frac-

M makurdura-momentua barne-arrabolen arteko edozein puntutan ezarritako karga (L) bider barne- eta kanpo-arrabolen arteko distantzia (A) -ikus. 2.8. ir.- kontsideratuz, trakzio-tentsio handiena hau da:

$$\sigma_{\text{máx}} = \frac{3LA}{BW^2} \quad (2.18)$$

Ekuazio honen deribazioan zerau suposatzen da: saiakuntza baino lehen launa zen sekzioa gero ere launa dela (Bernouilli-Euler-en printzipioa) eta materialaren portaera elastiko-lineala dela /74/.

Karga-deflexio irudiaren zati linealari teoria elastikoa aplikatzean, Young-modulua ondoko espresio honi esker kalkula daiteke /74/:

$$E = \frac{L A [3(A+C)^2 - A^2]}{B W^3 z} \quad (2.19)$$

non C barne-arrabolen arteko distantziaren erdia den eta z gezi handiena kanpo-arrabolen arteko zuzenarekiko (2.8. ir.)

Makurdura egoera plastikoan

Teoria elastikoaren erabilerak deformazio plastikorik dagoenean haustura-tentsioaren gain-estimazio batetara eramaten du. 2.7 b) irudian ikus daiteke tentsio-banaketa deformaziozko gogordura lineala kontsideratzen denean, dagoeneko ez dela gutxiagotzen kanpo-gainazalatik zuntz-neutrorantz, kasu elastikoan bezala (2.7 a). Beraz, kasu elastikoan baino material gehiago dago karga altuago jasaten kanpo-gainazalatik urruti. Hortaz, haustura eragiten duen tentsioa deformazio elastikoa bakarrik kontsideratzen denean baino txikiagoa da.

Hau dela eta, deformazio plastikorik ez dagoelako hipotesian lortzen den hausturarekiko erresistentziari "makurdurarekiko azken erresistentzia" deritzo. Izen hau trakzio-saiakuntzetan kalkulatu den U.T.S. edo trakzioarekiko erresistentziaren baliokidea da, muga-elastikorarte bakarrik onargarria den tentsio-banaketa kontsideratuz. "Makurdura azken tentsioak", aldiz, benetako tentsioa gain-kontsideratzen du, tentsio-banaketa makurdura elastikoaren teoria erabiliz lortzen denaren desberdina bait da.

Kontsideratuz, beraz, materialaren deformaziozko gogordura lineala dela eta barraren sekzio launek launak segitzen dutela (hipotesi onargarria /79/) honela deskriba daiteke e deformazioa zuntz-neutrotik y distantzia batetara:

tura corresponden a inclusiones o carburos primarios de gran tamaño; es interesante resaltar que en muchos casos no es posible encontrar el lugar de origen de la fractura, sino que más bien es posible identificar una región originaria de la misma. La propagación del defecto normalmente es de un modo mixto, es decir, a través y alrededor de granos y carburos.

2.4.3.1 Ensayo de Flexión en Cuatro Puntos en Régimen Elástico y Plástico

Flexión en régimen elástico

En un ensayo de flexión elástica, la tensión es máxima en las superficies externas de la probeta ensayada, y disminuye linealmente hacia el eje neutro, tal como lo muestra una sección transversal de la barra en la Fig. 2.7 a).

En un ensayo de flexión en tres o cuatro puntos normalmente se evalúa la resistencia a la fractura por flexión utilizando probetas de sección cuadrada o rectangular. El esfuerzo de tracción máximo en la superficie de la barra es posible determinarlo empleando la ecuación tradicional de resistencia de materiales /74/:

$$\sigma_{\max} = \frac{Mb}{I} \quad (2.16)$$

donde M es el momento flector, $b = W/2$ es la distancia al eje neutro desde la superficie exterior e I es el momento de inercia:

$$I = \frac{(\text{ancho})(\text{altura})^3}{12} = \frac{B W^3}{12} \quad (2.17)$$

considerando que el momento flector M en cualquier punto comprendido entre los rodillos interiores, es la carga aplicada (L) por la distancia (A) entre los rodillos internos y externos (ver Fig.2.8), resulta que la tensión máxima de tracción es:

$$\sigma_{\max} = \frac{3LA}{BW^2} \quad (2.18)$$

En la derivación de esta ecuación se supone que la sección plana existente antes del ensayo permanece plana después de él - principio Bernuilli-Euler - y también, que el comportamiento del material es elástico-lineal /74/.

La teoría elástica aplicada a la parte lineal del gráfico carga-deflexión permite determinar el módulo de Young de acuerdo a la siguiente expresión /74/:

$$E = \frac{L A [3(A+C)^2 - A^2]}{B W^3 z} \quad (2.19)$$

$$\varepsilon = \frac{y}{\rho} \quad (2.20)$$

ρ barne-arrabolen arteko kurbatura-erradioa da (2.8. ir.) eta balio hau hartzen du:

$$\rho = \frac{(\delta^2 + C^2)}{2\delta} \approx \frac{C^2}{2\delta} \quad (2.21)$$

non δ deflexio gorena den barne-arrabolen arteko zuzenarekiko neurtua (ikus. 2.8. ir.). Deformazioak txikiak baldin badira eta ez badago jausketarik elastikotasun-muga ondoren (Lüders-en bandak deritzenak) badago kontsideratzerik $d\sigma/d\varepsilon$ gogordura-abiadura lineala dela. Nadai-k /79/ proposatutako analisiari jarraituz,

$$\sigma = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \varepsilon < -\varepsilon_y \quad \text{denean} \quad (2.22)$$

$$\sigma = E\varepsilon \quad -\varepsilon_y < \varepsilon < \varepsilon_y \quad \text{denean} \quad (2.23)$$

$$\sigma = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \varepsilon < \varepsilon_y \quad \text{denean} \quad (2.24)$$

non ε_y makurduran isurpen-mugari dagokion deformazioa den, H deformaziozko gogordura-modulua eta E elastikotasun-modulua, (2.19) ekuazioa definitzen duena.

2.7. b irudian ematen da makurdura-tentsioen banaketa barraren zeharkako sekzio batetan. Makurdura-momentua hauxe da:

$$M = 2 (L_1 y_1 + L_2 y_2 + L_3 y_3) \quad (2.25)$$

Nadai-k /79/ zerau lortzen du:

$$\begin{aligned} L_1 &= \frac{\sigma_y B y_0}{2} & y_1 &= \frac{2}{3} y_0 \\ L_2 &= \sigma_y B \left[\frac{W}{2} - y_0 \right] & y_2 &= \frac{1}{2} \left[\frac{W}{2} + y_0 \right] \\ L_3 &= \frac{\sigma_y B H}{2 E y_0} \left[\frac{W}{2} - y_0 \right]^2 & y_3 &= \left[\frac{W + y_0}{3} \right] \end{aligned} \quad (2.26)$$

en que C es la mitad del espaciado entre los rodillos de carga interno y z es la flecha máxima medida con respecto a la línea que une los rodillos de carga externos - Fig. 2.8.

Flexión en régimen plástico

El uso de la teoría elástica cuando existe deformación plástica lleva a una sobreestimación del esfuerzo de fractura. En la Fig. 2.7 b) se puede observar que la distribución de tensiones cuando se considera un endurecimiento por deformación lineal ya no disminuye linealmente desde la superficie exterior hacia el eje neutro, como en el caso elástico (Fig. 2.7a). Se desprende de esta distribución esquemática de tensiones que existe una mayor cantidad de material lejos de la superficie exterior soportando una carga más elevada que en el caso elástico. Por lo tanto, el esfuerzo que causa la fractura es más pequeño que cuando se considera únicamente deformación elástica.

En estas circunstancias la resistencia a la fractura obtenida en la hipótesis de que no existe deformación plástica ha sido llamada "resistencia última a flexión". Este término es equivalente a la resistencia a la tracción (U.T.S.) que se calcula en los ensayos de tracción considerando una distribución de esfuerzos que solamente es válida hasta el límite elástico. En cambio, el "esfuerzo último a flexión" sobreestima el esfuerzo verdadero, ya que la distribución de esfuerzos es diferente a la existente cuando se usa la teoría de flexión elástica.

Considerando, por tanto, que el endurecimiento por deformación del material es lineal y que las secciones planas de la barra permanecen planas, hipótesis razonable /79/, se tiene que la deformación, ε , a una distancia y del eje neutro, viene descrita por:

$$\varepsilon = \frac{y}{\rho} \quad (2.20)$$

donde ρ es el radio de curvatura entre los rodillos de carga internos -Fig. 2.8- y toma un valor:

$$\rho = \frac{(\delta^2 + C^2)}{2\delta} \approx \frac{C^2}{2\delta} \quad (2.21)$$

en que δ es la flecha máxima, medida con respecto a la línea que une los rodillos de carga internos, según la Fig. 2.8. Si las deformaciones son pequeñas y no existe caída tras el límite elástico, o bandas de Lüders, es factible considerar que la velocidad de endurecimiento $d\sigma/de$ es lineal. Siguiendo el análisis propuesto por Nadai /79/ se tiene que:

(2.25) ekuazioan ordezkatur,

$$M = \sigma_y B \left[\frac{2y_0^2}{3} + \left[\frac{W}{2} \right]^2 - y_0^2 + \frac{H}{E} \left[\frac{W}{2} - y_0 \right]^2 \left[\frac{W+y_0}{3y_0} \right] \right] \quad (2.27)$$

Isurpen-mugan, $y_0 = W/2$, eta (2.27) ekuazioa (2.28) ekuazioa bihurtzen da:

$$\sigma_y = \frac{3 L_y A}{B W^2} \quad (2.28)$$

haustura-karga L_f bada, zerau izango da:

$$\frac{L_f}{L_y} = 6 \left[\frac{1}{4} - \frac{1}{3} \left[\frac{y_f}{W} \right]^2 + \frac{H}{E} \left[\frac{1}{2} - \frac{y_f}{W} \right]^2 \left[\frac{W+y_f}{3y_f} \right] \right] \quad (2.29)$$

Haustura-unean, zuntz-neutrotik muga elasto-plastikorako distantzia $y_0 = y_f$ izango da eta (2.20) ekuazioa erabiliz kalkula daiteke:

$$\rho_f = \frac{y_f}{\varepsilon_y} = \frac{E y_f}{\sigma_y} \quad (2.30)$$

y_f -ren balioa orduan (2.20) ekuazioan ordezkatu daiteke eta H gogordura-modulua kalkulatu. Hortaz, badago (2.24) ekuazioatik kalkulatzetik haustura-tentsioa plastizidaderik dagoenean:

$$\sigma_f = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad (2.31)$$

$$\sigma = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \text{cuando} \quad \varepsilon < -\varepsilon_y \quad (2.22)$$

$$\sigma = E\varepsilon \quad \text{cuando} \quad -\varepsilon_y < \varepsilon < \varepsilon_y \quad (2.23)$$

$$\sigma = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \text{cuando} \quad \varepsilon > \varepsilon_y \quad (2.24)$$

donde ε_y corresponde a la deformación asociada al límite de fluencia a flexión, H es el módulo de endurecimiento por deformación y E es el módulo de elasticidad, definido por la ecuación (2.19).

La distribución de las tensiones de flexión en una sección transversal de la barra se muestran en la Fig. 2.7 b). El momento flector es:

$$M = 2 (L_1 y_1 + L_2 y_2 + L_3 y_3) \quad (2.25)$$

Nadai /79/ determina que:

$$\begin{aligned} L_1 &= \frac{\sigma_y B y_0}{2} & y_1 &= \frac{2}{3} y_0 \\ L_2 &= \sigma_y B \left[\frac{W}{2} - y_0 \right] & y_2 &= \frac{1}{2} \left[\frac{W}{2} + y_0 \right] \\ L_3 &= \frac{\sigma_y B H}{2 E y_0} \left[\frac{W}{2} - y_0 \right]^2 & y_3 &= \left[\frac{W + y_0}{3} \right] \end{aligned} \quad (2.26)$$

sustituyendo en la ecuación (2.25) se tiene que:

$$M = \sigma_y B \left[\frac{2y_0^2}{3} + \left[\frac{W}{2} \right]^2 - y_0^2 + \frac{H}{E} \left[\frac{W}{2} - y_0 \right]^2 \left[\frac{W + y_0}{3y_0} \right] \right] \quad (2.27)$$

En el inicio de la fluencia, $y_0 = W/2$, y la ecuación (2.27) se reduce a la ecuación (2.28):

$$\sigma_y = \frac{3 L_y A}{B W^2} \quad (2.28)$$

Si la carga de fractura es L_f , se tiene que:

$$\frac{L_f}{L_y} = 6 \left[\frac{1}{4} - \frac{1}{3} \left[\frac{y_f}{W} \right]^2 + \frac{H}{E} \left[\frac{1}{2} - \frac{y_f}{W} \right]^2 \left[\frac{W + y_f}{3 y_f} \right] \right] \quad (2.29)$$

En el momento de la fractura, la distancia desde el eje neutro al borde elástico-plástico será $y_0 = y_f$ y puede ser evaluada desde la ecuación (2.20):

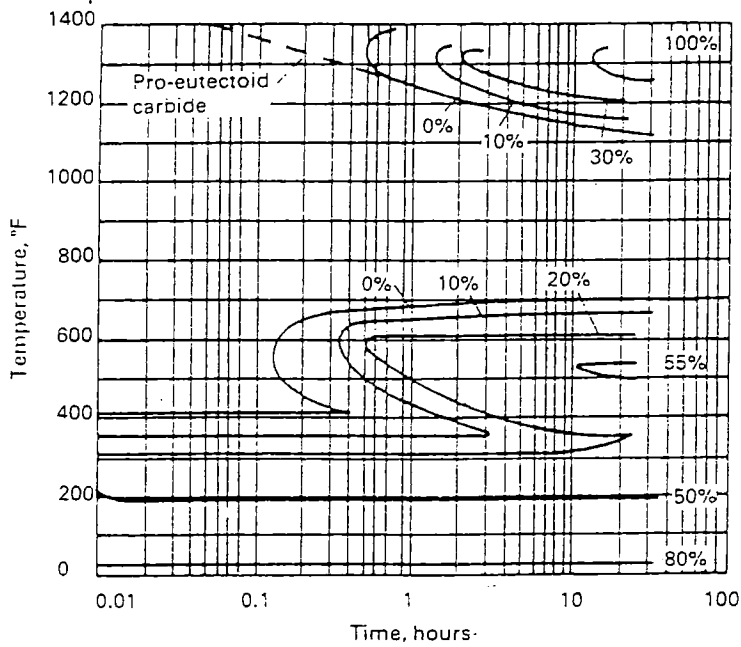
$$\rho_f = \frac{y_f}{\varepsilon_y} = \frac{E y_f}{\sigma_y} \quad (2.30)$$

El valor de y_f puede entonces sustituirse en la ecuación (2.29) y calcularse el módulo de endurecimiento, H . Por lo tanto, de la ecuación (2.24) es posible determinar el esfuerzo de fractura cuando existe plasticidad:

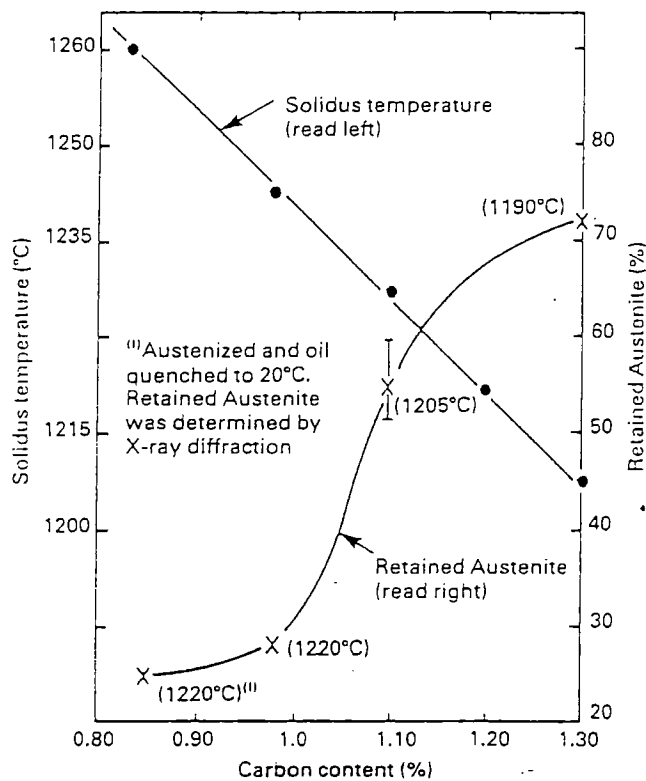
$$\sigma_f = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad (2.31)$$

IRUDIAK

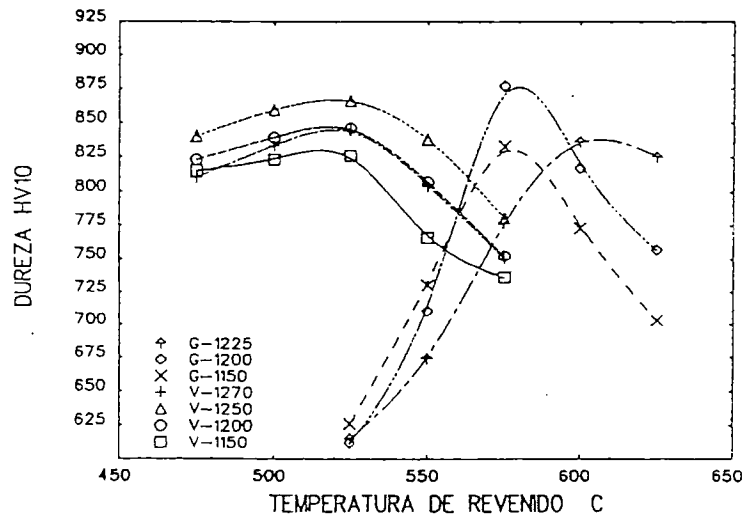
FIGURAS



2.1. Ir.: M2 altzairu baten TTT-kurba.
Fig. 2.1: Curva TTT de un acero M2.

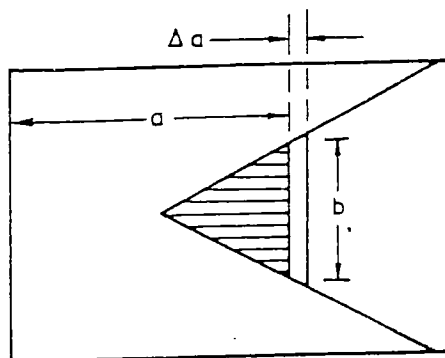


2.2. Ir.: Karburo-kopuruaren eragina M2 altzairuaren hondar-austenita portzentaian.
Fig. 2.2: Efecto del contenido de carburos en el porcentaje de austenita retenida en el acero M2.



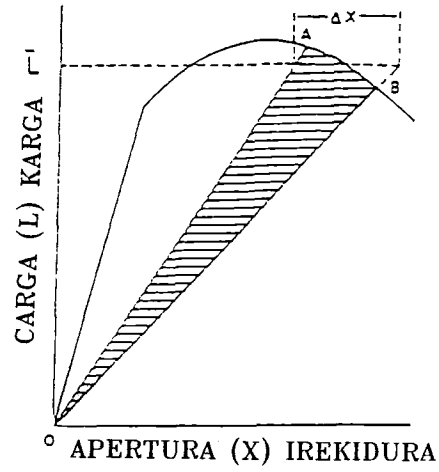
2.3. Ir.: Nitrogenoaren eragina hutsean edota atmosfera industrialean sinterizaturiko T15 altzairuaren iraoketa-gogortasunean.

Fig. 2.3: Influencia del nitrógeno en la dureza de revenido en un acero T15 sinterizado en vacío y en atmósfera industrial.

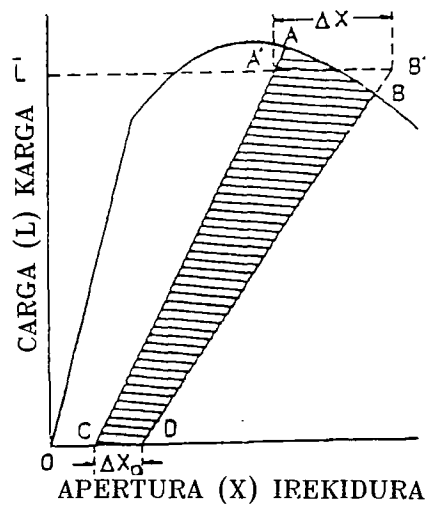


2.4. Ir.: Pitzaduraren hedapena karga-gehikuntza baten ondorioz.

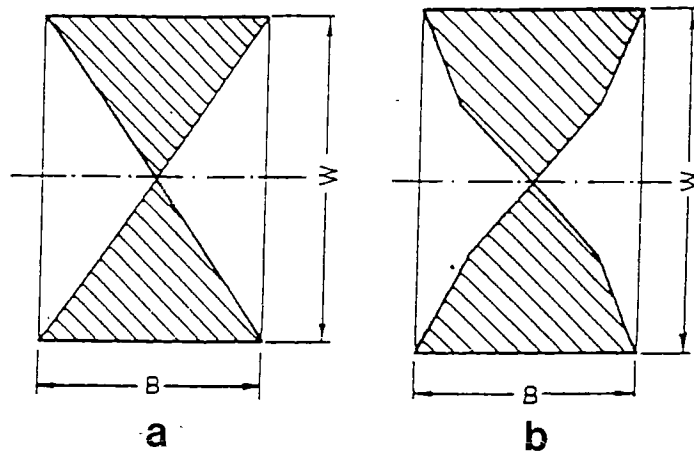
Fig. 2.4: Avance de la grieta con un incremento de carga.



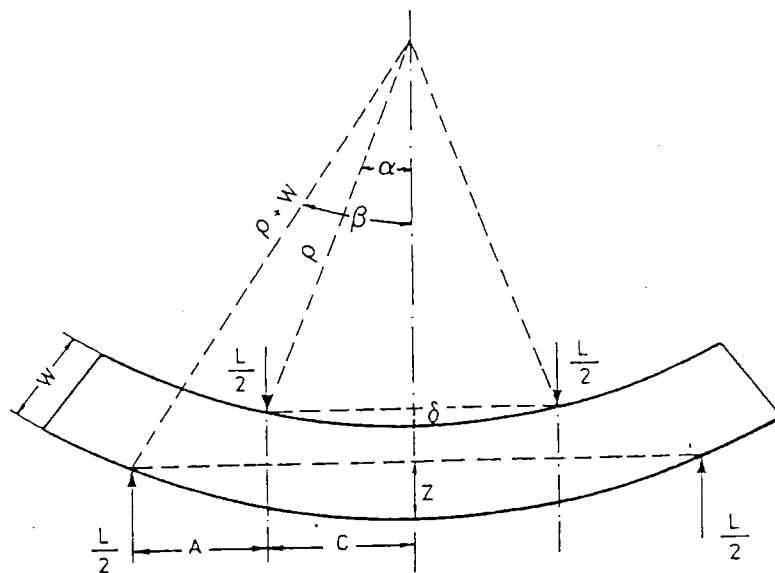
2.5. Ir.: Barker-saiakuntzaren kurba. Portaera elastikoa.
 Fig. 2.5: Curva de ensayo Barker. Comportamiento elástico.



2.6. Ir.: Barker-saiakuntzaren kurba. Portaera elasto-plastikoa.
 Fig. 2.6: Curva de ensayo Barker. Comportamiento elasto-plástico.



2.7. Ir.: Tentsio-banaketa makurduran dagoen gorputz batetan a) portaera elastikoa b) portaera plastikoa.
 Fig. 2.7: Distribución de la tensión en un cuerpo en flexión a) elástica b) plástica.



2.8. Ir.: Lau puntutan makurdura-saiakuntzaren geometria.
 Fig. 2.8: Geometría del ensayo de flexión en cuatro puntos.

3. ATALA: TEKNIKA ESPERIMENTALAK.

CAPÍTULO 3: TÉCNICAS EXPERIMENTALES.

3. TEKNIKA ESPERIMENTALAK

3.1 Hautsen karakterizazioa

Hauts aurre-aleatua eta urez haustua erabili da. Hauts-mota honek morfologia iregularra aurkezten du, 3.1. irudiko argazkietan ikus daitekenez; argazki hauek Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoaren bidez atera ziren. Mikroegitura zeharo ekiaxikoa da, segregaziorik ikusten ez delarik.

3.I eta 3.II tauletan hauts-partikulen tamainak eta konposaketa nominalak, egileak emandakoak, erakusten dira.

Px30S altzairua Px30-aren antzekoa da, baina Sufre asko duena.

Altzairu biei %0.2 C gehitu zitzairen, beherago esaten den eran; gehikuntza hau elementu honek altzairuen dentsifikazioan duen eragina ikertu asmoz egin zen.

3.2 Nahasketa

Karbono gehikuntzaren eragina ikusteko, 15 μm partikula-tamainuko grafitoa gehitu zen hasierako hautsari; nahaste honen proportzioa %0.2-koa izan zen, pisutan, nahasketa 4 orduz zirauela.

Nahastearen homogenotasuna baieztatzeko, ontziaren altuera desberdinetan hartutako hautsaren karbono kopuruaren analisisa egin zen. Ez ziren konglomeraturik aurkitu eta lagin sinterizatuek ez zuten mikroegitura heterogenorik aurkeztu.

3.3 Trinkotzea

Altzairu guztietan trinkotze-presio bera erabili zen, 500 MPa-ekoa, alegia.

Trinkotzea ardatz-bakarrekkoa izan zen, puntzoi bi erabiliz eta matrizea airean mantenduz. Matrizearen betetze egokia zigurtatzeko, presioa eragin baino lehen puntzoiak sartuak zirelarik matrizea erautsi egiten zen, hautsa birkoloka zedin.

Puntzoiaren azalean bakarrik ematen zen labaingarria, zein Zinc Estearatoa izan zen.

Erabilitako prentsa 30 Tm-eko Tinius Olssen bat izan zen, Px30-eko makurdura-barrak trinkotzeko ezik; hauek 100 Tm-eko Mega prentsa hidrauliko batetan trinkotu ziren, Px30S-zko barrak Tinius Olssen-eant trinkotzeko erabili zen matrize berean.

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

3.1 Caracterización de polvos

Se ha utilizado polvo prealeado y atomizado en agua. Este tipo de polvo presenta una morfología irregular, como puede verse en las micrográficas obtenidas en el Microscopio Electrónico de Barrido y que se muestran en la Fig. 3.1. La microestructura es totalmente equiáxica, sin que se aprecie segregación alguna.

En las tablas 3.I y 3.II se muestran los tamaños de partícula y la composición nominal, según informe del fabricante.

El Px30S es un Px30 con gran cantidad de azufre.

A ambos se les añadió carbono en 0.2% en peso de la forma que se indica más abajo, a fin de investigar el efecto de este elemento sobre la densificación de los diferentes aceros.

3.2 Mezcla

Para observar el efecto de la adición de carbono se mezcló grafito de 15 μm de tamaño de partícula al polvo inicial, en una proporción de un 0.2% en peso durante 4 horas.

La homogeneidad de la mezcla se comprobó mediante análisis de carbono en muestras tomadas a distintas alturas del recipiente. En cualquier caso, no se observaron conglomerados y las muestras sinterizadas no presentaron heterogeneidades estructurales.

3.3 Compactación

Se utilizó en todos los casos una presión de compactación de 500 MPa.

Se realizó la compactación de forma uniaxial, con dos punzones y manteniendo la matriz flotante. Para garantizar el perfecto llenado de la matriz, antes de aplicar la presión se golpeó repetidas veces con los punzones metidos, a fin de provocar la recolocación del polvo.

Se lubricaron sólo las paredes de los punzones, empleándose para ello Estearato de Zinc.

La prensa utilizada fue una Tinius Olssen de 30 Tm de capacidad máxima, salvo para las barras de flexión de Px30, que se compactaron en una prensa hidráulica Mega de 100 Tm. con la misma matriz que se utilizó para compactar en la Tinius Olssen las barras de Px30S.

3.4 Sinterizazioa

Sinterizazioak 6 Silizio Karburozko berogailu duen Lindberg labe batetan egin ziren. Labe hau 1500 °C-tako temperaturara iristen da.

Labe-ganbara izateko zera erabili zen: 26 mm diametroko tutu metalikoa, herdoilezinezko altzairu erregogorrezkoa. Tutu hau oso erraz sar eta atera zitekeen labetik. Probetak alumina-zko ontzitzo batzuren gainean jartzen ziren.

Periodikoki perfilatu zen labea. Honela zigurtatzen zen bai temperaturaren zehaztasuna eta baita ere tutua labean sartzen zenetik probeta temperaturara heltzen zenerako berotze-denbora. Hauexek dira lortu ziren balioak: 70 eta 100 mm arteko alderdi erabilgarria (alderdi horretan temperatura gradientea $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ -takoa zelarik) eta 20 min.zko berotze-denbora. Azken parametro hau kontu handiz neurtu zen tratamendu termikoak egiterakoan, austenizazio-denborak oso laburrak bait dira, 3 min.-zkoak.

Sinterizazio-denbora konstante hartu zen, 60 minutuzkoa.

Hutsezko sinterizazioetan tutua huts-ponpa bati itsatsi zitzaion, 10^{-5} bar lortuz. Tutua labe beroan sartu ondoren, hutsea 10^{-3} bar-etara jeisten zen, sinterizazioan 2×10^{-5} bar-etan mantentzen zelarik.

Gasezko sinterizazioetan %90N₂-%9H₂-%1CH₄-zko nahasi industrialia erabili zen. Labean sartu baino lehen, 2-5 minutuz sinterizazioan erabiliko zena baino gas-fluxu askoz handiago bat eragiten zen. Gasa probetatik 15 mm-tara sartzen zen, aluminako lantza edo tutu estu bat (6 mm-ko barne diametroa duena) erabiliz.

Sinterizazio-denbora bukatua, tutua labetik ateratzen zen eta airetan hoztu. Atmosfera-baldintzak mantentzen ziren (gas-fluxua edo huts-presioa) probeta hoztu arte, 25-30 bat minutu.

Probeten dentsitateak urperatzez neurtu ziren, lehenik eta behin %5 baselina petroleo-eter soluzioaz estaliz, edota merkurioan barruratuz. Probeta mekanizatueta metodo geometrikoa ere erabili zen.

Sinterizazio-kurben lorpena 4 g.-tako pastilatan egin zen, "berde"-an 16 mm-tako diametroa zutenak. Barker saiakuntzarako probetak 16 mm diametro eta 24 bat mm altuerako zilindroak mekanizatuz egin ziren. Makurdurarako barratxoak, aldiz, 63 x 9 x 9 mm tan trinkotu ziren. Azkenik, sinterizazio-optimoko Karbono, Nitrogeno eta Oxigeno analisisietarako 16 mm diametro eta 12-20 g pisutako probetak trinkotu ziren.

Mekanizatu behar ziren probetak lehenengo suberatu egin ziren biguntzeko beherago esaten den eran. 5 mm diametro zuten zilindroak bidali ziren INASMET-era, %N₂- eta %O₂-aren analisiak egiteko, hauexek Leco DC-136 apareilu batetan egin zirelarik. Mekanizazioan

3.4 Sinterización

Las sinterizaciones se realizaron en un horno Lindberg de 6 calefactores de carburo de silicio que permite alcanzar temperaturas de hasta 1500°C.

Como cámara del horno se utilizó un tubo metálico de acero inoxidable refractario de 26 mm de diámetro, de modo que podía ser fácilmente introducido o sacado de dicho horno. Las probetas se apoyaron sobre navecillas de alúmina.

Se realizaron periódicos perfiles del horno a fin de asegurar tanto la precisión de la temperatura como la del tiempo de calentamiento desde la introducción del tubo con la probeta en el horno hasta que ésta alcanzaba la temperatura deseada. Los valores obtenidos fueron de entre 70 y 100 mm de zona útil (con un gradiente de $\pm 0.5^\circ\text{C}$) y 20 min. de calentamiento. Este último parámetro fue medido con especial cuidado antes de realizar los Tratamientos Térmicos, debido a los cortos tiempos de austenización empleados, 3 min.

Se consideró un tiempo de sinterización constante de 60 min.

En las sinterizaciones en vacío se acopló el tubo a una bomba, lográndose 10^{-5} bars. Una vez introducido en el horno caliente, este vacío descendía a 10^{-3} bars y durante la sinterización se mantenía constante a $2 \cdot 10^{-5}$ bars.

En las sinterizaciones en gas se utilizó una mezcla industrial 90%N₂-9%H₂-1%CH₄. Previo a la introducción en el horno se purgó el tubo durante 2-5 min. con un flujo de gas mucho mayor que el utilizado durante la sinterización. El gas se condujo hasta 15 mm de la probeta mediante una lanza de alúmina de diámetro interno 6 mm.

Terminado el tiempo de sinterización se sacaba el tubo del horno y se enfriaba en aire. Se mantenían las condiciones de atmósfera (sea flujo de gas, sea presión de vacío) hasta el enfriamiento de la probeta, unos 25-30 min.

Las densidades de las probetas se midieron por inmersión en agua, en cuyo caso se recubrían primero con una solución de vaselina en éter de petróleo al 5% en peso, o en mercurio; en el caso de probetas mecanizadas, también se utilizó el método geométrico.

El estudio de las curvas de sinterización se realizó sobre pequeñas pastillas de 4 g de peso y 16 mm de diámetro en verde. Las probetas de ensayos Barker se obtuvieron a partir de cilindros de 16 mm de diámetro y unos 24 mm de altura. En cuanto a las barras de flexión en 4 puntos, se compactaron a 63 x 9 x 9 mm. Por último, para los análisis de carbono, nitrógeno y oxígeno en los óptimos de sinterización se compactaron probetas de 16 mm de diámetro y unos 12-20 g de peso.

Las probetas de análisis se recocieron para ablandarlas (según se indica más adelante) antes de mecanizarlas a cilindros de 5 mm de diámetro. Se guardó la viruta resultante, que, debidamente triturada y lavada, se utilizó para medir %C en un aparato Strohlein

lortutako txirbila xehekatu eta garbitu egin zen, %C-aren analisirako erabiltzeko; analisi hau Strohle C.S. Universal batetan egin zen.

Hondar-porositateari itzurtzeko, Px30ko makurdura-probeta batzuei Berotako Trinkotze Isostatikozko ziklo bat ezarri zien sinterizatu ondoren. Zikloaren baldintzak hauexek izan ziren: 1200°C-tako tenperatura eta 150 MPa-eko presioa ordu betez.

3.5 Mikroegituraren behaketa

Laginen zeharkako sekzioak arbastatu eta mekanikoki leundu ziren, 80-tik 1200-erako SiC-zko lixak erabiliz. Leunketa fina 1 μm -tako diamantez egin zen. Makurdura-probeten trakzio-gainazalak 0.3 eta azkenik 0.05 μm -tako aluminaz ere leundu ziren.

3.5.1 Mikroskopia Optikoa

Leitz mikroskopia optiko bat erabili zen, olioko objektiboak erabiliz. Eraso-erreaktibo hauexek erabili ziren: Nital %3 eta Picral %5-a. Batzutan, erreaktibo biak nahastu ziren, eta baita klorhidrikoa gehitu ere.

3.5.2 Metalografia Kuantitatiboa

Ale-tamaina mikroskopia metalografikoaren pantailan neurtu zen, ebakidura linealezko metodoaz /80/ 600 bat ebaketa hartzen zirelarik kontutan. Termikoki tratatutako laginen kasuan, austenizatu eta tenplaturikoetan neurtu zen. Laginak %5-eko Nitalez erasotu ziren.

Karburoen frakzio bolumetrikoaren determinazioa AME-z ateratako argazki haundituetan egin zen, mikroskopia honek zenbaki atomikozko kontrastasan egokia ematen bait du, zeinek karburo desberdinak bereiztea permititzen duen. Erabili den metodoa puntu kontaktarena da, gutxi gora-behera 600 kontatu zirelarik lagin bakoitzeko.

Karburo hauen tamainaren neurketa argazki berauek digitalizatuz egin zen, gero Materiale Sailan garatutako software-a aplikatuz. Digitalizazioa bai eskuz bai irudien tratamendu automatizatu baten bidez (CUANTIMET apareilu batetan) egin zen. Lagin bakoitzeko gutxienez 600 karburo digitalizatu ziren, datuen tratamendu estatistikorako.

3.5.3 Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoa

Apareilu honek zenbaki atomiko desberdineko alderdiak bereizteko duen ahalmena karburoak bereizteko erabili zen. Karburo hauen konposaketa EDAX 9100 X-Izpiren energia dispersiboaren analisirako sistema baten bidez analizatu zen; sistema hau Philips 501B Arakapenezko Mikroskopia Elektroniko bati itsatsia zen. Analisisirako honako lerro hauek

C.S. Universal. El cilindro se envió a INASMET para el análisis de %N₂ y %O₂ en un aparato Leco modelo DC-136 .

A fin de evitar la porosidad residual, parte de las muestras de flexión de Px30 se sometieron a un ciclo de Compactación Isostática en Caliente posterior al sinterizado. Las condiciones del ciclo fueron de 1200°C de temperatura y 150 MPa de presión durante una hora.

3.5 Observación microestructural

Las secciones transversales de las muestras se desbastaron y pulieron mecánicamente con lijas de CSi de 80 a 1200. El pulido fino se realizó con diamante de 1 μm. Las superficies a tracción de las probetas de flexión se pulieron también con alúmina de 0.3 μm y finalmente de 0.05 μm.

3.5.1 Microscopía Óptica

Se utilizó un banco metalográfico Leitz, empleando objetivos de inmersión en aceite. Como reactivos de ataque se utilizaron principalmente Nital 3% y Picral 5%. A veces se realizaron mezclas de ambos reactivos e incluso se añadió una gota de clorhídrico.

3.5.2 Metalografía Cuantitativa

El tamaño de grano se midió sobre pantalla en el banco metalográfico por el método de intersección lineal media /80/ sobre un promedio de 600 intersecciones. En el caso de muestras tratadas térmicamente, se midió sobre las austenizadas y templadas. Las muestras se atacaron con Nital 5%.

La determinación de la fracción volumétrica de carburos se realizó sobre fotos ampliadas de SEM, puesto que este microscopio da un buen contraste por número atómico para diferenciar los carburos. El método utilizado fue el de conteo de puntos, con un promedio de 600 puntos por muestra.

El tamaño de estos carburos se midió digitalizando bien de forma manual bien por tratamiento automatizado de imágenes (mediante un aparato CUANTIMET) estas mismas fotos y aplicando después software desarrollado en el Departamento. Se digitalizaron un mínimo de 600 carburos por muestra para el tratamiento estadístico de estos datos.

3.5.3 Microscopía Electrónica de Barrido

Se utilizó la capacidad de este aparato de distinguir zonas de diferente número atómico para diferenciar los distintos tipos de carburos, cuya composición fue determinada por medio de un sistema analizador de energía dispersiva de Rayos X, EDAX 9100, incorporado a un Microscopio Electrónico de Barrido 501B, Philips. Para dicho análisis se con-

hartu ziren kontutan: Banadio-, Kromo-, Burdina-, Manganeso-, Sufre- eta Kobalto-ren K lerroak eta Molibdeno- eta Wolframio-ren L-ak, beharrezko korrekzioa aplikatzen zelarik /27/.

Argazkiak atera zitzaizkien laginei karburoen frakzio bolumetrikoko eta tamaina neurtzeko; MC karburoak eta matrizea ondo bereizten ez zirenean erasotu egiten ziren %5-eko Nital edo %5-eko Pikralez.

Hondar-hutsune eta sinterizazioaren homogenotasuna ere begiratu zen.

Beste zerbaitetarako ere erabili ziren Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoko teknikak: Haustura-azalak behatzeko eta haustura-hasiera akatsen behaketa eta identifikaziorako, azken hau makurduran saiatutako probetetan, hain zuzen ere.

3.5.4 X-Izpiren Difrakzioa

Hondar-austenita kopurua X-Izpiren difrakzioaren bidez neurtu zen, Philips PW1825/00 bat erabiliz, zein konputagailuz kontrolatua zen eta laguntza eta datu-tratamendurako APD 1700 sistema bat zuen; azken honek tontor bakoitzaren azpiko azalera ematen zuen. Kuprearen K_{α} radiazioa erabili zen, $\lambda=1.542 \text{ \AA}$ -eko uhin-luzerakoa, grafitozko monokromadore bat ($2\theta=26^{\circ}$) erabiliz. 31.99° eta 100.57° artean arakatu zen, $0.01^{\circ}\text{s}^{-1}$ -eko abiadura erabiliz.

Maeder eta lag.-ek /81/ proposatutako metodoa erabili zen: intentsitate integratuak (hau da, difraktatutako tontorren azpiko azalera) neurtzen ziren, eta fase bakoitzaren frakzio bolumetrikoa kalkulatu zenbait iterizazioen bidez; hauetan tontor bereiztuak ez ezik, estaliak ere hartzen ziren kontutan.

Kontutan hartu ziren faseak hauexek dira: austenita (γ), martensita (α) eta M_6C karburoak eta MX partikulak (karbonitruoak gasezko sinterizazioan eta MC karburoak hutsezkoan). Fase hauen frakzio bolumetrikokoak honela kalkulatu ziren:

$$V^{\alpha} = \frac{A_q}{A_q + B_q + C_q + D_q}$$
$$V^{\gamma} = \frac{B_q}{A_q + B_q + C_q + D_q}$$
$$V^{M_6C} = \frac{C_q}{A_q + B_q + C_q + D_q}$$
$$V^{MX} = \frac{D_q}{A_q + B_q + C_q + D_q}$$

sideraron las líneas K del vanadio, cromo, hierro, manganeso, azufre y cobalto y las L del molibdeno y wolframio, aplicando la correspondiente corrección /27/.

Se fotografiaron las distintas muestras para medir la fracción volumétrica y tamaño de los carburos, atacándose las superficies con Nital 5% o Picral 5% sólo en aquellos casos en que no se distinguían bien los carburos MC de la matriz.

Se observó asimismo la porosidad residual y la homogeneidad de la sinterización.

También se utilizaron técnicas de Microscopio Electrónico de Barrido para analizar las superficies de fractura y para la búsqueda e identificación de los defectos de iniciación de la fractura en las probetas ensayadas a flexión.

3.5.4 Difracción de Rayos X

La cantidad de austenita retenida se midió por difracción de rayos X en un equipo Philips PW 1825/00 controlado por computador y con un sistema de ayuda y tratamiento de datos APD 1700 que determinaba el área comprendida bajo cada pico. Se empleó la radiación K_{α} del cobre, de longitud de onda $\lambda = 1.542 \text{ \AA}$, utilizando un monocromador de grafito ($2\theta=26^\circ$). Se barrió entre 31.99° y 100.57° a una velocidad de 0.01°s^{-1} .

Se siguió el método propuesto por Maeder y col. /81/, consistente en medir las intensidades integradas -área bajo el pico difractado- y calcular la fracción volumétrica de cada fase mediante sucesivas iteraciones en las que se tienen en cuenta no sólo los picos resueltos de cada fase, sino también los solapados.

Los valores de las fracciones volumétricas de las diferentes fases: austenita (γ), martensita (α) y carburos M_6C y partículas MX (carbonitruros en el caso de sinterización en gas y carburos MC en vacío) se calcularon como

$$V_{\alpha} = \frac{A_q}{A_q + B_q + C_q + D_q}$$
$$V_{\gamma} = \frac{B_q}{A_q + B_q + C_q + D_q}$$
$$V_{M_6C} = \frac{C_q}{A_q + B_q + C_q + D_q}$$
$$V_{MX} = \frac{D_q}{A_q + B_q + C_q + D_q}$$

donde A_q , B_q , C_q y D_q son los coeficientes obtenidos tras q iteraciones de las expresiones:

A_q , B_q , C_q eta D_q ondoko koefiziente hauek dira, espresio hauen q iterazio egin ondoren:

$$A_{n+1} = \frac{1}{N_\alpha + N_{\alpha\gamma} + N_{\alpha M_6C} + N_{\alpha MX} + N_{\alpha\gamma M_6C} + N_{\alpha\gamma MX} + N_{\alpha M_6CMX} + N_{\alpha\gamma M_6CMX}} * \Pi$$

$$\Pi = \sum \frac{I_\alpha}{R_\alpha} + \sum \frac{A_n I_{\alpha\gamma}}{A_n R_\alpha + B_n R_\gamma} + \sum \frac{A_n I_{\alpha M_6C}}{A_n R_\alpha + C_n R_{M_6C}} + \sum \frac{A_n I_{\alpha MX}}{A_n R_\alpha + D_n R_{MX}}$$

$$\sum \frac{A_n I_{\alpha\gamma M_6C}}{A_n R_\alpha + B_n R_\gamma + C_n R_{M_6C}} + \sum \frac{A_n I_{\alpha\gamma MX}}{A_n R_\alpha + B_n R_\gamma + D_n R_{MX}} + \sum \frac{A_n I_{\alpha M_6CMX}}{A_n R_\alpha + C_n R_{M_6C} + D_n R_{MX}}$$

$$\sum \frac{A_n I_{\alpha\gamma M_6CMX}}{A_n R_\alpha + B_n R_\gamma + C_n R_{M_6C} + D_n R_{MX}}$$

eta horrela fase bakoitzarentzako; $I_{\alpha M_6CMX}$, $I_{\alpha\gamma MX}$, $I_{\alpha\gamma M_6C}$, $I_{\alpha MX}$, $I_{\alpha M_6C}$, $I_{\alpha\gamma}$ azpi-in-dizean aipatutako faseen tontor estaliren intentsitateak dira, N_α , $N_{\alpha\gamma}$, $N_{\alpha M_6C}$, $N_{\alpha MX}$, $N_{\alpha\gamma M_6C}$, $N_{\alpha\gamma MX}$, $N_{\alpha M_6CMX}$, $N_{\alpha\gamma M_6CMX}$, fase hoiei dagozkien tontorren kopuruak; R_α dagokion fasearen egitura eta difraktatzen duten plano-familiaren menpeko faktore bat da, honela kalkulatzen dena:

$$R = |F|^2 M PL TF \frac{1}{v^2} \frac{1}{\mu}$$

F egitura-faktorea delarik,

$$PL = \frac{1 + \cos 2\alpha \cos 2\theta}{\sin \theta \sin 2\theta},$$

Lorentzen faktorea, non α eta θ monokromadorearen eta kontutan hartutako lerroaren Braggen angeluak diren,

M, anizkotasun-faktorea,

$$TF = e^{-\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)^2 (0.29 + 10^3 T)}$$

λ = iristen den radiazioaren uhin-luzera

T = tenperatura, °C-tan

v = kontutan hartutako fasearen gelaska elementalaren bolumena

$$A_{n+1} = \frac{1}{N_{\alpha} + N_{\alpha\gamma} + N_{\alpha M_6C} + N_{\alpha MX} + N_{\alpha\gamma M_6C} + N_{\alpha\gamma MX} + N_{\alpha M_6CMX} + N_{\alpha\gamma M_6CMX}} * II$$

$$II = \sum \frac{I_{\alpha}}{R_{\alpha}} + \sum \frac{A_n I_{\alpha\gamma}}{A_n R_{\alpha} + B_n R_{\gamma}} + \sum \frac{A_n I_{\alpha M_6C}}{A_n R_{\alpha} + C_n R_{M_6C}} + \sum \frac{A_n I_{\alpha MX}}{A_n R_{\alpha} + D_n R_{MX}}$$

$$\sum \frac{A_n I_{\alpha\gamma M_6C}}{A_n R_{\alpha} + B_n R_{\gamma} + C_n R_{M_6C}} + \sum \frac{A_n I_{\alpha\gamma MX}}{A_n R_{\alpha} + B_n R_{\gamma} + D_n R_{MX}} + \sum \frac{A_n I_{\alpha M_6CMX}}{A_n R_{\alpha} + C_n R_{M_6C} + D_n R_{MX}}$$

$$\sum \frac{A_n I_{\alpha\gamma M_6CMX}}{A_n R_{\alpha} + B_n R_{\gamma} + C_n R_{M_6C} + D_n R_{MX}}$$

y así sucesivamente para cada fase. $I_{\alpha M_6CMX}$, $I_{\alpha\gamma MX}$, $I_{\alpha\gamma M_6C}$, $I_{\alpha MX}$, $I_{\alpha M_6C}$, $I_{\alpha\gamma}$ son las intensidades de los picos formados por varios solapados de dichas fases, mientras que N_{α} , $N_{\alpha\gamma}$, $N_{\alpha M_6C}$, $N_{\alpha MX}$, $N_{\alpha\gamma M_6C}$, $N_{\alpha\gamma MX}$, $N_{\alpha M_6CMX}$, $N_{\alpha\gamma M_6CMX}$ sería el número de picos correspondientes; R_{α} un factor dependiente de la estructura de la fase considerada y de la familia de planos que difractan que se calcula como

$$R = |F|^2 M PL TF \frac{1}{v^2} \frac{1}{\mu}$$

donde F es el factor de estructura,

$$PL = \frac{1 + \cos 2\alpha \cos 2\theta}{\sin\theta \sin 2\theta}, \text{ el factor de Lorentz, en el cual } \alpha \text{ y } \theta \text{ son los ángulos de Bragg del monocromador y de la línea considerada, respectivamente,}$$

M, el factor de multiplicidad,

$$TF = e^{-\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)^2 (0.29 + 10^3 T)}$$

λ = longitud de onda de la radiación incidente
T = temperatura en °C

v = volumen de la celda elemental de la fase considerada

μ = coeficiente de absorción de la fase considerada

Los valores iniciales son

μ = kontutan hartutako fasearen zurgatze-koefizientea

Koefizienteen hasierako balioak ondoko hauexek dira:

$$A_0 = (KV_\alpha)_{i,r} = \frac{1}{I} \sum_{i=1}^I \left(\frac{I_i \alpha}{R_i \alpha} \right)$$

r indizea bereizturiko gainei dagokie, I α fase batentzako tontor bereizturikoen kopurua da. Beste faseekin berdin egingo litzake.

Behar izan zen softwarea CEITeko Materiale Sailako Sebastian Jauregi eta J.I. Astiazaran jaunek garatua izan zen.

3.6 Tratamendu Termikoak

Saiakuntza mekanikoetarako probetak mekanizatuak izan baino lehen bigundu egin behar ziren, suberaketa baten bitartez.

Biguntze-suberaketa Lindberg labe batetan egin zen, zeinek 28 Silizio Karburozko bero-gailu dauzkan eta 1500°C-tako temperaturara iristen den; labe honek 3 berotze-alderdi ditu, bakoitzak bere kontrola duelarik. Labe-ganbara altzairu erregogorrazko tutu bat zen, hoztu-tako bridak zituela muturrean atmosfera-gasaren sarrera eta irteerarako; kasu honetan erabili zen atmosfera lehen aipatutako nahasi industrialak izan zen. Labearen alderdi erabilgarria 239 mm-koa zen ($\Delta T = \pm 1^\circ\text{C}$) eta berotze-denbora 102 min.-zkoa.

1.5 l/min.-zko gas-fluxua ezarri zen.

Laginak labea hotza zegolarik sartzen ziren. Tratamendua honetan zetzan: berotu 900°C-tara eta ordu betez mantendu, gero labe barruan hoztu (20°C/o.) 765°C lortu arte. 3 orduz mantendu tenperatura honetan eta gero itzalitako labe barruan uzten ziren hozten.

Berotzen hasi baino lehen, tratamenduan erabiliko zena baino 3 bider handiagoko fluxu bat ezartzen zen 5 minutuz.

Sinterizazio ondorengo ale-tamaina nahiko xehetzat eman zenez gero, ez zen ale-txikiagotze tratamendurik egin, altzairu hauekin ohitura den bezala, eta Austenizazio eta tenplate-tari eta Iraoketari ekin zitzaien zuzenean.

Tratamendu Termikoen baldintzen ikerketa 8 x 8.3 x 55.9 mm STO-an sinterizatutako probetan egin zen. Hauek, austenizatu eta tenplatu ondoren, moztu egin ziren iraoketa-probetak lortu asmoz. Horrela serie bakoitzeko austenizazio-homogenotasuna ziurtatzen zen.

$$A_0 = (KV_\alpha)_{i,r} = \frac{1}{I} \sum_{i=1}^I \left(\frac{I_i^\alpha}{R_i^\alpha} \right)$$

El índice r hace referencia a los picos resueltos, I es el número total de picos resueltos para una fase α . Para las demás fases se procedería del mismo modo.

El software necesario fue desarrollado por los señores Sebastian Jauregi y J.I. Astiazarán, del Departamento de Materiales del CEIT.

3.6 Tratamientos Térmicos

Las probetas que se habían de mecanizar para ensayos mecánicos debían sufrir previo a dicho mecanizado un recocido de ablandamiento.

El recocido de ablandamiento se realizó en un horno Lindberg de 28 calefactores de carburo de silicio que permite alcanzar temperaturas de 1500°C y que tiene 3 zonas de calentamiento, cada una con su propio controlador. Se utilizó como cámara un tubo de acero refractario con un sistema de bridas refrigeradas en sus extremos, que permiten la entrada y salida del gas utilizado como atmósfera (en este caso, la citada mezcla industrial). La zona útil del horno era de 239 mm ($\Delta T = \pm 1^\circ\text{C}$) y el tiempo de calentamiento a la temperatura utilizada de 102 min.

Se impuso un flujo de gas de 1.5 l/min.

Las muestras se introducían en el horno frío. El tratamiento consistía en mantenerlas a 900°C durante una hora y luego enfriarlas dentro del horno a unos 20°C/hora hasta 765°C. Se mantenía durante 3 horas a esta temperatura y luego se dejaban enfriar en el horno apagado.

Antes de empezar a calentar se purgaba el horno durante unos 5 min. con un flujo 3 veces mayor que el utilizado en el tratamiento.

Puesto que el tamaño de grano tras el sinterizado se consideró suficientemente pequeño, se procedió directamente a los Tratamientos Térmicos de Austenización y temple y Revenido, sin realizar antes el recocido de afino de grano habitual en estos aceros.

El estudio de las condiciones de Tratamiento Térmico se realizó sobre probetas de 8 x 8.3 x 55.9 mm sinterizadas a la temperatura de TOS. Después de austenizadas y templadas se cortaron para obtener las probetas de revenido. De este modo se garantizaba la homogeneidad de la austenización para cada serie.

Tratamendu Termikoak sinterizaziorako erabilitako tutu eta labe berberetan egin ziren. Erabilitako gasa hau izan zen: nahasi industrialia Px30S-aren tratamenduetan eta Argoia Px30-arenetan, lantzarik erabili gabe.

Austenizazioetarako 3 min.-zko denbora hartu zen, altzairu hauetan ohi den bezala, honi berotze-denbora gehitu zitzaiolarik.

Iraoketa hirukoitzak egin ziren, bakoitza ordu betekoa.

Tenplaketaak egiteko era altzairu bakoitzarentzako desberdina izan zen: Px30S eta T42-en kasuan, labe-ganbara zen tutua tenplatu zen, Px30-aren kasuan, probetak zuzenean.

Ondorengo aldagai hauexek hartu ziren kontutan: Austenizazio-Temperatura, Tenplaketa-Ingurune eta Iraoketa-Temperatura. Iraoketa ondorengo hozketari dagokionean, Px30S-a tutu barruan hoztu zen, hau uretan hozten zela, Px30-a zuzenean airetan hoztu zen.

3.III taulan ematen da Tratamendu Termikoen eskema bat.

3.7 Saiakuntza mekanikoak

3.7.1 Gogortasun-saiakuntza

Gogortasuna neurketak 1 μm -eko diamantez leundutako gainazaletan egin ziren. Vickers gogortasunak neurtu ziren 10 Kg.-tako karga erabiliz eta 5 indentazio probeta bakoitzeko eginaz; bi diagonalen luzera neurtu zen eta gero batez bestekoa egin.

Makurdura-probeten kasuan, neurketa saiakuntza baino lehen egin zen, trakzio-azalaren muturretan, ez zedin aztarna hausturaren hasera izan.

Barker probetetan, aldiz, saiakuntza egin ondoren neurtu zen. Horretarako, probetaren erdi bat haustura-azalaren elkartzut moztu zen, eta engastatu eta leundu behaketa metalografikorako.

3.7.2 Barker zailtasun-saiakuntza

Zailtasuna Barkerrek /62/ proposatutako metodoaren arabera neurtu zen. Saiakuntza honek ez du pitzadura nekeaz edota talkaz sortu behar, probetaren geometriari esker hozkaren puntan sortzen bait da; pitzadura hozkan zehar hazten da tamaina kritikoa izan arte, eta gero ezegonkorki hedatzen.

3.2. irudian probeta hauen geometria erakusten da. Bere lorpenerako 27 g. pisu eta 16 mm ϕ -ko probetak trinkotu ziren. STO-an sinterizatu eta gero suberaketa-tratamendu bat ezarri zitzaien mekanizatu baino lehen bigundu asmoz. Zilindratu eta gero beren dentsitatea

Los Tratamientos Térmicos se realizaron en el mismo tubo y horno que la sinterización. El gas utilizado fue la mezcla industrial en los tratamientos del Px30S y Argon con el Px30, sin emplear la lanza.

Para las austenizaciones se consideró el tiempo habitual para este tipo de aceros de 3 min, al que había que sumar el de calentamiento.

Se realizaron revenidos triples de una hora de duración cada uno.

En cuanto a los temple, se realizaron de distinta forma para Px30S que para Px30: en el primer caso, se templó el propio tubo que hacía de cámara del horno, en el segundo se templaron directamente las probetas.

Se consideraron las siguientes variables: Temperatura de Austenización, Medio de Temple y Temperatura de Revenido. En cuanto al enfriamiento tras el Revenido, mientras que el Px30S se enfrió de la manera anteriormente descrita en agua, el Px30 se enfrió directamente en aire.

En la tabla 3.III se esquematizan los distintos Tratamientos Térmicos.

3.7 Ensayos mecánicos

3.7.1 Ensayo de dureza

Las medidas de dureza se realizaron sobre superficies pulidas hasta un acabado de diamante de $1\mu\text{m}$. Se midieron durezas Vickers, con carga de 10 Kg, haciéndose 5 indentaciones por probeta; se midió el largo de las dos diagonales y se promedió.

En el caso de las durezas de las probetas de flexión, la medida se realizó antes del ensayo sobre los extremos de la superficie que había de ser sometida a tracción, para evitar que la huella pudiera servir de inicio de la fractura.

En las probetas Barker, en cambio, se midió tras el ensayo. Para ello, se cortó perpendicularmente a la superficie de fractura una de las mitades resultantes y se engastó y pulió para observación metalográfica.

3.7.2 Ensayo de tenacidad Barker

La tenacidad se midió según el método propuesto por Barker /62/. Este tipo de ensayo no requiere de un pre-agrietamiento por fatiga o impacto, debido a que por las características geométricas de la probeta se crea una grieta en el vértice del ligamento chevron, que crece de forma estable hasta que la grieta alcanza su tamaño crítico, momento a partir del cual se propaga de forma inestable.

neuritu zen, zein beti agertu zen material bakoitzaren dentsitate teorikoaren % 99-a baino handiagoa; hozka mekanizatu ondoren, eta alboetako ebaketak egin baino lehen tratamendu termikoak eragin zitzairen lehen esan den bezala. Austenizazio- eta iraoketa-temperaturak 3.IV taulan ematen dira. Azkenik, ebaketak egin ziren, 103 mm ϕ eta 0.3 mm lodierako diamanteduen diska batez.

Px30S-zko saiakuntzak Instron saiakuntza-makina unibertsal bat erabiliz egin ziren, X-Y errejistragailu batetan lortzen zelarik probetaren muturraren irekidura (desplazamendua) ezarritako kargaren aurka; Px30-aren kasuan, saiakuntzak Instron 4505 batetan egin ziren, zein PC batetara lotuta zegoen, esandako parametroen balio numerikoak lortuz.

Saiakuntza hauek honetan datzate: hozkaren muturra irekitzeko behar den karga eta irekidura bera neurtzean. Pitzadura tamaina kritikora heltzear dagoela (hau da, bere hedapena ezegonkorra izan eta hortaz karga jeisten hasi baino lehen) zenbait deskarga eta karga ziklo egiten dira (3.3. ir.). Muturraren irekiduraren desplazamendu-diferentziak bakarrik hartzen dira kontutan.

Deskarga lerro zuzen idealak marrazten dira eta zikloen arteko batez besteko karga. Δx kalkulatu da, hau batazbesteko kargaren balioan hartutako deskargen hurbilketen arteko distantzia delarik (deskarga lerro zuzenen eta batez besteko kargari dagokion horizontalararen intersekzioen arteko distantzia, alegia) eta Δx_0 aipatutako hurbilketen arteko distantzia karga hutsa denean (ikus 3.3 ir.).

Balio hauekin zerau lortzen da:

$$p = \frac{\Delta x_0}{\Delta x} \quad (2.12)$$

Parametro honek plastizidatea deskribatzen du nolabait: plastizidaderik ez badago, ziklo bietan izandako deformazioa elastikoa izango da, eta, hortaz, $\Delta x_0 = 0$. Zikloen artean deformazio plastikorik baldin badago, berriz, lan itzulezina ere egingo da, eta $\Delta x_0 > 0$ (3.3. ir.). Zuzen biak gurutzatzen badira, hondar-tentsio makroskopikoak direla eta, $p < 0$; dena den, saiakuntza onargarria izango da zerau betetzen baldin bada: $|p| < 0.2$ izatea, plastizidatearen txikitasunaren hipotesia egin bait da garapenaren zehar.

Tentsioen intentsitate-faktore kritikoa honela kalkulatu zen:

$$K_{Ic} = \frac{A L}{B^{3/2}} \left[\frac{1+p}{1-p} \right]^{1/2} \quad (2.15)$$

erabilitako geometriarentzako, $A = 22.0$ eta B probetaren diametroa direlarik. L kargatzen $\frac{\Delta x}{2}$ puntuari zegokiona hartu zen.

En la figura 3.2 se muestra la geometría de estas probetas. Para su obtención se compactaron muestras de 27 g. de peso y 16 mm ϕ . Se sinterizaron a la TOS y luego se sometieron a un tratamiento de recocido a fin de ablandarlas antes de su mecanizado. Tras el cilindrado se midió su densidad, que resultó ser siempre mayor que el 99 % de la teórica para cada material. Después de mecanizar la entalla y antes de efectuar los cortes laterales se realizaron los tratamientos térmicos de la forma que se ha descrito en el apartado anterior. Las temperaturas de austenización y de revenido se muestran en la tabla 3.IV. Finalmente, se efectuaron los cortes con un disco adiamantado de 103 mm ϕ y 0.3 mm de espesor.

Los ensayos de muestras de Px30S se realizaron en una máquina de ensayos universal Instron, obteniéndose un registro X-Y de la apertura de la boca de la probeta (desplazamiento) frente a la carga aplicada; en el caso del Px30, los ensayos se efectuaron mediante una Instron 4505 con salida a PC, obteniéndose los valores numéricos de los citados parámetros.

Consisten estos ensayos en medir tanto la carga necesaria para abrir la boca de la entalla, como la misma apertura. En la proximidad del tamaño crítico de grieta a partir del cual el avance se hace inestable y la carga descende, se hacen una serie de ciclos de descarga y carga (fig. 3.3). Sólo se tienen en cuenta diferencias de desplazamiento de la apertura.

Se dibuja la recta ideal de descarga y la carga promedio entre los ciclos. Se calcula Δx como la distancia entre las aproximaciones a la descarga para la carga promedio (distancia entre las intersecciones de las rectas de descarga con la horizontal correspondiente a la carga promedio) y Δx_0 como la distancia entre las susodichas aproximaciones para carga nula (ver fig. 3.3).

Con estos valores se obtiene

$$p = \frac{\Delta x_0}{\Delta x} \quad (2.12)$$

Este parámetro cuantifica de algún modo la plasticidad: si ésta no existe, la deformación sufrida entre ambos ciclos será elástica, y, por tanto, $\Delta x_0 = 0$. Si existe algo de deformación plástica entre ciclos, se dará cierto trabajo irreversible, y $\Delta x_0 > 0$ (fig. 3.3). En el caso en que ambas rectas se crucen debido a las tensiones residuales macroscópicas, $p < 0$; en todo caso, el ensayo sigue siendo válido siempre y cuando $|p| < 0.2$ debido a que en el desarrollo se ha hecho la consideración de que la plasticidad es pequeña.

El factor de intensidad de tensiones se calculó como

$$K_{Ic} = \frac{A L}{B^{3/2}} \left[\frac{1+p}{1-p} \right]^{1/2} \quad (2.15)$$

Probeta bakoitzaren haustura-azal bat Philips 501B Arakapenezko Mikroskopia Elektroniko batetan behatu zen, bestea, aldiz, zeharka ebaki zen, eta zati baten barrukaldeko azala leundu behaketa metalografikorako eta gogortasuna eta hondar-austenita kopurua neurtzeko.

3.7.3 Lau puntutako makurdura-saiakuntzak

Lau puntutako makurdura-saiakuntzarako 8 x 8.3 x 55.9 mm-tako barratxoak sinterizatu ziren. Mekanizatu baino lehen biguntze-suberaketa bat ezarri zitzaien. Bukaerako mekanizatua baino lehen tenplaketa eta iraoketa tratamenduak eragin zitzaizkien. Tratamendu termiko hauen tenperaturak 3.V taulan erakusten dira. Bukaerako dimentsioak hauexek izan ziren, gutxi gora behera: 6 mm (B) x 5 mm (W).

Mekanizatu ondoren laginen gainazal bat leundu zen, trakzioan egongo zena, alegia. Horretarako, 220, 320, 400, 600, 800 eta 1200-eko lixak erabili ziren, gero 6 eta 1 μ m-ko diamantea eta, azkenik, 0.01 mm-ko alumina-suspentsio bat.

Barratxoak Instron 1342 (Px30S) edota 4505 (Px30) makinetan saiatu ziren; lau puntutako makurdura-muntaiaren barne span-a 20 mm-koa zen eta kanpoko 40 mm-koa. Buruaren desplazamenduaren abiadura 1mm/min.-koa izan zen. Deflexioa span erdian neurtu zen: Px30S-aren kasuan neurtu hau kanpoko arrabolekiko egin zen, 0.25 mm / 1 Volt.-eko erantzuna emateko kalibratutako estentsometro baten bidez, eta Px30-aren kasuan, barrukaldeko arrabolekiko, erantzun berdina zuen LVDT baten bidez. Datuen jasoera 1342 makinan egindako saiaketetan X-t/Y-t errejistragailu batetan egin zen, 4505-an egindakoe-tan, ordea, kontrolerako PC-an. Azken kasu honetan, 3 data/segunduko hartu ziren, zeintzuk irudikatu egin ziren plastizidaderik izan al zen jakin asmoz. Haustura-momentuko karga eta deflexio balioak 4505-an egindako saiakuntzetan makina honek duen funtzio espezifikotatik hartu ziren, isurpenekoak, aldiz, kurba linealtasunatik aldentzen zen puntuari zegozkionak hartu ziren beti.

Saiakuntza-serie bakoitzari ekin baino lehen, muntaiak zeukan deformazio elastikoa neurtu zen; horretarako, 20.15x81.9 ϕ mm-ko WC lagin batekin egin zen saiakuntza, 2000 Kg-artereko karga ezarriz. Altzairu lasterreko barratxoekin egindako saiaketetan neurtutako deflexioei WC-aren saiakuntzan karga berantzako lortutako deflexioa kentzen zitzaen, eta ateratzen zen balioa hartzen zen z deflexiotzat geroko kalkuloetan.

Laginarene B eta W dimentsioak hautsi ondoren neurtu ziren, haustura-azalaren aldameneko zati batetan.

Young-modulua kalkulatzeko ondoko espresio hau erabili zen:

$$E = \frac{L A [3(A+C)^2 - A^2]}{B W^3 z} \quad (2.19)$$

donde $A = 22.0$ para la geometría utilizada y B es el diámetro de la probeta. La carga L se calculó como la carga correspondiente al punto $\frac{\Delta x}{2}$.

Una de las superficies fracturadas de cada probeta se observó en un Microscopio Electrónico de Barrido Philips 501B, mientras que a la otra mitad se le realizó un corte transversal a la superficie de fractura, que se pulió para observación metalográfica y determinación de dureza y cantidad de austenita retenida.

3.7.3 Ensayos de flexión en cuatro puntos

Para los ensayos de flexión en cuatro puntos se sinterizaron barras de $8 \times 8.3 \times 55.9$ mm. Se sometieron a un tratamiento de recocido de ablandamiento antes de mecanizarlas a dimensiones próximas a las finales. Previo al mecanizado final se les aplicó el tratamiento de temple y revenido deseado. Las temperaturas de estos tratamientos térmicos se muestran en la tabla 3.V. Las dimensiones finales fueron de $6(B) \times 5(W)$ aproximadamente.

Tras el mecanizado se pulió a espejo una de las superficies de la muestra, que habría de ser la sometida a tracción. Para ello se pasaron por las lijas de 220, 320, 400, 600, 800 y 1200, para luego pulir con pasta de diamante de 6 y $1 \mu\text{m}$ y, finalmente, con una suspensión de alúmina de $0.01 \mu\text{m}$.

Las barras se ensayaron en una máquina Instron 1342 (Px30S) o bien en una 4505 (Px30), sobre un dispositivo de flexión en cuatro puntos de span interior de 20 mm y exterior de 40 mm. El desplazamiento del cabezal fue de 1 mm/min. Se midió la deflexión en el centro del span con respecto a los rodillos exteriores mediante un extensómetro calibrado para que diera una respuesta de 1Volt. para un desplazamiento de 0.25 mm (Px30S), o respecto a los rodillos internos mediante un LVDT ajustado a 10Volt.-2.5 mm (Px30). La toma de datos se hizo sobre un registrador XY en los ensayos realizados en la máquina Instron 1342 y directamente del PC de control en los últimos. En este caso, se tomaron 3 datos/segundo, que luego se representaron gráficamente a fin de comprobar si había existido plasticidad. Los valores de carga y deflexión en el momento de la fractura de los ensayos de Px30 se tomaron de la función específica de la máquina, mientras que para los de fluencia se tomaron siempre los correspondientes al punto en que la curva se desviaba de la linealidad.

Antes de cada serie de ensayos se midió la deformación elástica del dispositivo simulando un ensayo sobre una muestra de CW de $20.15 \times 81.9 \phi$ mm a la que se aplicó una carga de hasta 2000 Kg. A las deflexiones medidas en los ensayos sobre las barras de acero rápido se les restó el valor correspondiente (a igualdad de carga) obtenido sobre el CW, y el valor resultante es el que se utilizó como deflexión z en los cálculos subsiguientes.

Las dimensiones B y W de la muestra se midieron directamente tras la rotura, sobre una zona cercana a la superficie de fractura.

Para el cálculo del módulo de Young se utilizó la expresión

A arrabolen arteko distantzia da, C barne-spanaren erdia, B eta W, laginaren dimentsioak (ikus 3.4. ir.) eta L eta z, karga eta puntu erdiaren kanpoko arrabolekiko deflexioa, biak kurba linealtasunatik desbideratzen den puntuan hartzen direlarik (hau gertatzen ez bada, hausturakoak dira).

Isurpen-tentsioa honela kalkulatu zen:

$$\sigma_y = \frac{3 L_y A}{B W^2} \quad (2.28)$$

Gogordura ezaguna baldin bada, deformazio plastikoa kanpoko zuntzetatik ardatz-neutrorantz hedatzean sortzen diren tentsioak ere ezagunak dira. Deformazio txikiren kasuan, gogordura-modulua, $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$, linealtzat har daiteke (Lüders-en bandarik ez delarik) eta, Nadairen arabera /79/:

$$\sigma = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \varepsilon < -\varepsilon_y \quad \text{denean} \quad (2.22)$$

$$\sigma = E\varepsilon \quad -\varepsilon_y < \varepsilon < \varepsilon_y \quad \text{denean} \quad (2.23)$$

$$\sigma = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \varepsilon > \varepsilon_y \quad \text{denean} \quad (2.24)$$

H gogordura-modulua kalkulatzeko, ondoko espresio honetatik banandu behar da:

$$\frac{L_f}{L_y} = 6 \left[\frac{1}{4} - \frac{1}{3} \left(\frac{y_f}{W} \right)^2 + \frac{H}{E} \left[\frac{1}{2} - \frac{y_f}{W} \right]^2 \left(\frac{W + y_f}{3 y_f} \right) \right] \quad (2.29)$$

zein Shelton eta Wronski-k /67/ lortua den.

y_f , zuntz-neutro eta muga elastiko-plastikoaren arteko distantzia honela kalkula daiteke:

$$\rho_f = \frac{y_f}{\varepsilon_y} = \frac{E y_f}{\sigma_y} \quad (2.30)$$

non ρ_f laginaren haustura-momentuko kurbatura-erradioa den,

$$\rho_f = \frac{z^2 + (A + C)^2}{2z} - W \quad (3.1)$$

$$E = \frac{L A [3(A+C)^2 - A^2]}{B W^3 z} \quad (2.19)$$

donde A es la distancia entre rodillos, C la mitad del span interior, B y W, las dimensiones de la probeta (ver fig. 3.4) y L y z, respectivamente, la carga y la deflexión del punto medio respecto a los rodillos exteriores en el momento en que la curva se desvía de la linealidad (si esto no ocurre, son los de fractura).

La tensión de fluencia se calculó como

$$\sigma_y = \frac{3 L_y A}{B W^2} \quad (2.28)$$

Si se conoce el endurecimiento es posible calcular las tensiones al expandirse la deformación plástica desde las fibras exteriores hacia el eje neutro. Para deformaciones pequeñas se puede considerar un módulo de endurecimiento $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ lineal (en la inexistencia de bandas de Lüders) y, según Nadai /79/:

$$\sigma = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \text{cuando} \quad \varepsilon < -\varepsilon_y \quad (2.22)$$

$$\sigma = E\varepsilon \quad \text{cuando} \quad -\varepsilon_y < \varepsilon < \varepsilon_y \quad (2.23)$$

$$\sigma = \sigma_y + H(\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \text{cuando} \quad \varepsilon > \varepsilon_y \quad (2.24)$$

Para el cálculo del módulo de endurecimiento, H, éste se despeja de la expresión:

$$\frac{L_f}{L_y} = 6 \left[\frac{1}{4} - \frac{1}{3} \left(\frac{y_f}{W} \right)^2 + \frac{H}{E} \left(\frac{1}{2} - \frac{y_f}{W} \right)^2 \left(\frac{W + y_f}{3 y_f} \right) \right] \quad (2.29)$$

deducida por Shelton y Wronski /67/.

La distancia y_f desde el eje neutro al borde elástico-plástico puede ser evaluado de

$$\rho_f = \frac{y_f}{\varepsilon_y} = \frac{E y_f}{\sigma_y} \quad (2.30)$$

siendo ρ_f , radio de curvatura de la probeta de flexión en el momento de la fractura,

$$\rho_f = \frac{z^2 + (A + C)^2}{2z} - W \quad (3.1)$$

Por lo tanto, la resistencia a la fractura en el caso de existencia deformación plástica será

Hortaz, haustura-erresistentzia, deformazio plastikorik izan den kasuan, hauxe izango da:

$$\sigma_f = \sigma_y + H(\varepsilon_f - \varepsilon_y) \quad (2.31)$$

$$\text{non } \varepsilon_y = \frac{\sigma_y}{E} \text{ eta } \varepsilon_f = \frac{w/2}{\rho_f} \quad (3.2)$$

$$\text{Haustura hauskorra izan baldin bada, } \sigma_f = \frac{3 L_f A}{B w^2} \quad (3.3)$$

$$\sigma_f = \sigma_y + H(\varepsilon_f - \varepsilon_y) \quad (2.31)$$

$$\text{con } \varepsilon_y = \frac{\sigma_y}{E} \text{ y } \varepsilon_f = \frac{w/2}{\rho_f} \quad (3.2)$$

Si la fractura ha sido frágil,

$$\sigma_f = \frac{3 L_f A}{B w^2} \quad (3.3)$$

TAULAK

TABLAS

3.I Taula: Hasierako hautsaren partikula-tamaina.

Tabla 3.I: Tamaño de partícula del polvo inicial.

	+150	+110	+75	+63	+45	-45
Px30S	0.09	9.37	18.94	-	37.6	34
Px30	0.65	14.85	25.10	-	32.9	26.5

3.II Taula: Hautsen konposaketa nominala (% pisutan).

Tabla 3.II: Composición nominal de los polvos.

	C	Cr	Co	Cu	Mn	Mo	Ni	O ₂	P	S	Si	V	W	N ₂
Px30S	1.29	4.08	8.45	0.09	0.64	4.83	0.21	0.0667	0.022	0.22	0.2	2.96	6.25	
Px30	1.33	4.28	8.70	0.08	0.23	5.14	0.29	0.0488	0.024	0.015	0.31	3.32	6.63	0.0107

3.III Taula: Ikertutako Tratamendu Termikoak.
 Tabla 3.III Tratamientos Térmicos estudiados.

Materiale	Sinterizazio- Atmosfera	Tenplaketa- Ingurunea	Austenizazio- Tenperatura	Iraoketa-Temperatura
Px30S	hutsean/vacío	(1)	1180 1200 1220	535-550-565
	gasean	(1)	1200 1207	550-565-585-600
Px30	hutsean/vacío	aire	1210 1230 1250 1260	535-550-570-585-600-620
		olioa/aceite	1230 1250	485-500-535-550-570-585- 600-620
		ura/agua	1210 1230 1250	500-535-550-570-585-600
	gasean	aire	1180 1200 1220 1230	535-550-570-585-600-620
		olioa/aceite	1200 1220	535-550-570-585-600-620
		ura/agua	1180 1200 1220	500-535-550-570-585-600
Material	Atmósfera de Sinterización	Medio de temple	Temperatura de Austenización	Temperatura de Revenido

(1) labe-ganbararen tenplaketa oliotan/temple indirecto en aceite.

3.IV Taula: Barker zailtasun-probetei eragindako Tratamendu Termikoak.
 Tabla 3.IV: Tratamientos Térmicos aplicados a las probetas de tenacidad Barker.

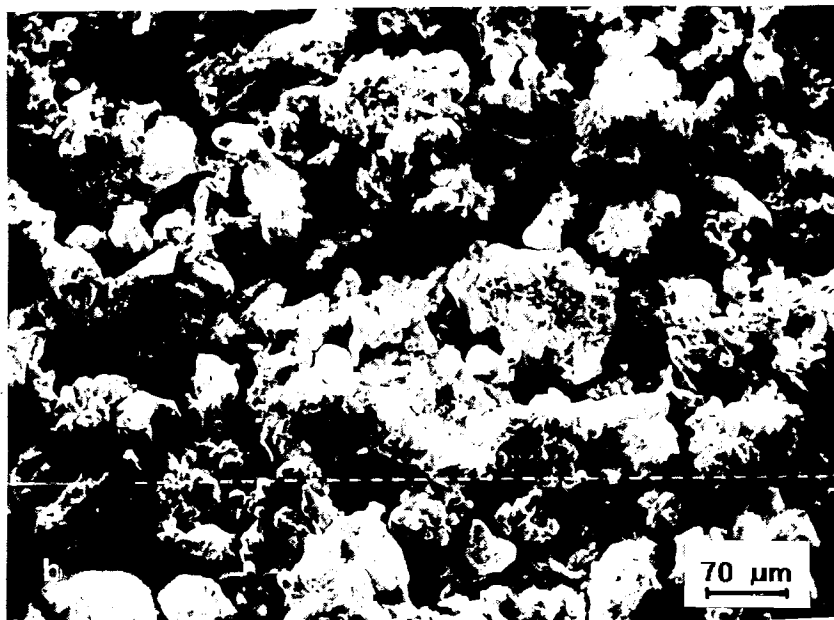
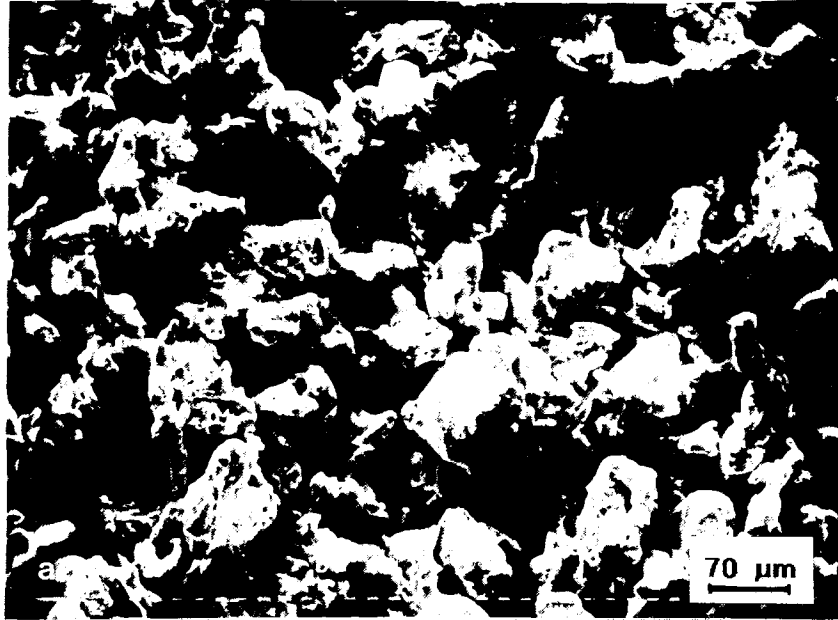
Material	Sinterizazio-Atm.	Austenizazio-Temp.	Iraoketa-Temp.
Px30S	hutsean/vacío	1200	535-550-570
	gasean	1200	550-585-620
Px30	hutsean/vacío	1250	485-500-535-550
	gasean	1200	500-535-550-575-600
Material	Atm. de Sint.	Temp. Austenización	Temp. Revenido

3.V Taula: Makurdura-laginei eragindako Tratamendu Termikoak.
 Tabla 3.V: Tratamientos Térmicos aplicados a las probetas de flexión.

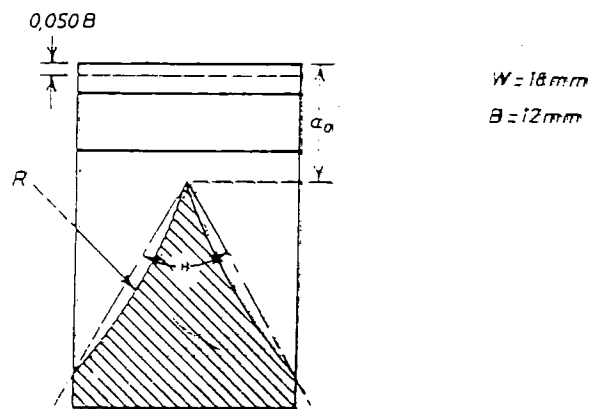
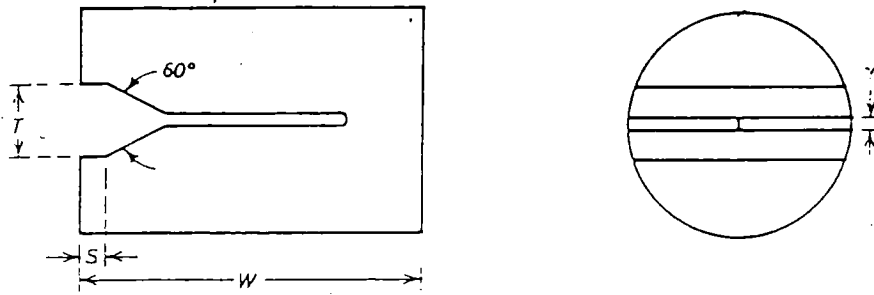
Materiale	Sinterizazio-Atm.	Austenizazio-Temp.	Iraoketa-Temp.
Px30S	hutsean/vacío	1200	535-550-570
	gas	1200	550-585-620
Px30	hutsean/vacío	1250	485-500-535-550
	hutsean/vacío +HIP	1250	485-500-535-550
	gas	1200	535-550-575-600
	gas+HIP	1200	500-535-550-575-600
Material	Atm. de Sinterización	Temp. Austenización	Temp. Revenido

IRUDIAK

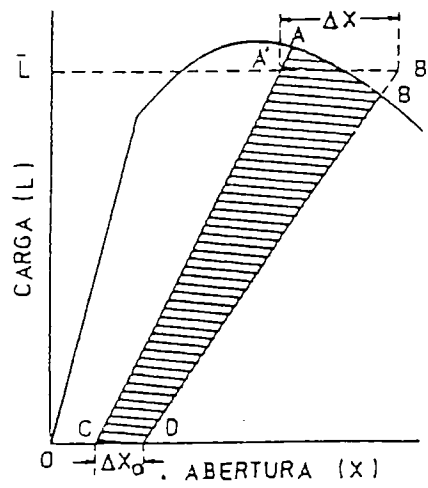
FIGURAS



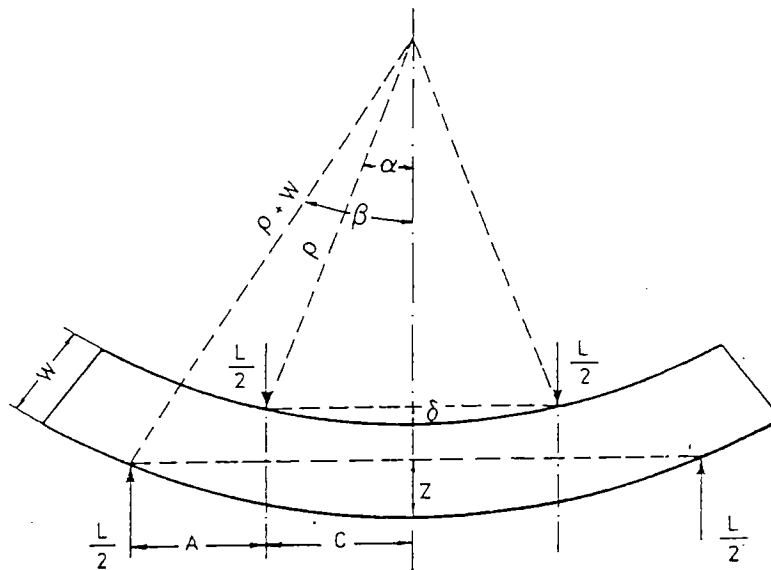
3.1. Ir.: Hautsen mikrografiak. a) Pz30 altzairua b) Pz30S altzairua. AME.
Fig. 3.1: Micrográficas del polvo: a) Pz30 b) Pz30S. MEB.



3.2. Ir.: Barker-probeten geometria.
 Fig. 3.2: Geometría de las probetas Barker.



3.3. Ir.: Barker-saiakuntza baten kurba tipikoa.
 Fig. 3.3: Cürva típica de un ensayo Barker.



3.4. Ir.: Lau puntutako makurdura-saiakuntza baten geometria.
 Fig. 3.4: Geometría de un ensayo de flexión en cuatro puntos.

4. ATALA: EMAITZAK.

CAPÍTULO 4: RESULTADOS.

4. EMAITZAK

4.1 Sinterizazioa

4.1.1 Px30 altzairua

Trinkotu ondorengo piezen (hots, "berde"-en) dentsitateak 5.52 g/cm^3 -koak izan ziren. 4.1. irudian Px30 altzairuaren dentsifikazio-kurbak ikus daitezke, tenperatura desberdinetan ordu betez mantendu ondoren lortuak; bertan Karbono elementalaren % 0.2-ko gehikuntzak eta sinterizazio-atmosferak dentsifikazioan duten eragina ikus daiteke.

Materialaren dentsitate teorikoaren % 99-a lortzen duen tenperatura minimoari Sinterizazio-Temperatura Optimoa (STO) deritzo.

Aipatutako 4.1. irudian zerau ikusten da: STO-a baino $20\text{-}30^\circ\text{C}$ gutxiagotara iritsi arte ez dela dentsitatea handitzen hasten; tenperatura horretara iristen denean, berriz, oso azkar igotzen da dentsitatea STO-rarte, eta gero, tenperaturarekiko iraunkor gertatzen da, batzutan berriro pixkat jeitsi ere egiten delarik. Kurba guztiak konparatuz, Karbono gehikuntzaren eta sinterizazio-atmosferaren eragina ikus daiteke. Eragin hau 4.I taulan isladatzen da; taula honetan, STO-az gain altzairuaren C, N_2 eta O_2 kopuruak ere aurki daitezke grafito-gehikuntza eta sinterizazio-atmosfera bakoitzarentzako, eta tenperatura horri dagokion dentsitatea.

Bai irudian eta bai taulan Karbono elementalaren gehikuntzak STO-aren jeitsiera eragiten duela nabarmentzen da, jeitsiera hau 10°C -takoa delarik hutseko sinterizazioan eta 30°C -takoa gasekoan.

Horrez gain, N_2 asko duen atmosferan sinterizatzeak asko gehitzen du altzairuaren N_2 -kopurua (% 0.66-0.76 N_2 gasean sinterizatu ondoren, hutsean sinterizatuak % 0.012 bakarrik daukaten bitartean) N_2 -kopuruaren handitze honez gain, grafito-gehikuntza jasan ez duten hautsek 30°C jeisten dute beren STO-a, jasan dutenek, berriz, 50°C .

Bai hutsean bai gasean sinterizatutako altzairuek Karbono eta Oxigeno pixkat galtzen dute (ikus. 4.I taula), batez ere, hutsean sinterizatzean. Gasean sinterizatzeak, ordea, ez ditu hautsak desoxidatzen.

Metalografia

Lagin sinterizatuak leundu ondoren % 5-eko Nitalez erasotu ziren. Eraso honek agerian jarri zuen 4.2. irudian ikus daitekeen mikroegitura; funtsean, austenita-matrizea eta horratz-itxurazko fase bat eta karburu batzu. Hutsean sinterizaturiko laginetan aleen barnean eta karburuen aldamenean austenitaren transformazio-fase bat aurki daiteke.

4.RESULTADOS

4.1 Sinterización

4.1.1 Acero Px30

Los valores de las densidades de los compactos o verdes fueron de 5.52 g/cm^3 . En la figura 4.1 se muestran las curvas de densificación del acero Px30 para una hora de mantenimiento a las diversas temperaturas y se puede observar en la misma el efecto en la densificación tanto de la adición de carbono elemental (0.2%) como de la atmósfera de sinterización.

La temperatura mínima para la cual se produce un 99% de la densidad teórica del material se va a denominar Temperatura Óptima de Sinterizado (TOS).

En la susodicha figura 4.1 se observa que la densidad apenas se incrementa hasta alcanzar temperaturas próximas a los $20\text{-}30^\circ\text{C}$ por debajo de la TOS y partir de ese momento crece rápidamente hasta alcanzar la Temperatura Óptima de Sinterización y posteriormente mantenerse constante e incluso disminuir ligeramente. Si se comparan las diferentes curvas para las distintas condiciones, se puede observar el efecto de la adición de carbono y de la atmósfera de sinterizado. Dicho efecto se encuentra reflejado en la tabla 4.I en la que se resumen además de las Temperaturas de Sinterización Óptima (TOS) los contenidos en carbono, nitrógeno y oxígeno del acero con y sin adición de carbono y en las diversas atmósferas de sinterización, así como la densidad alcanzada en la TOS.

Tanto de la figura como de la tabla se puede deducir que la adición de carbono elemental a los polvos se manifiesta en una disminución de la TOS de 10° para la sinterización en vacío y 30°C para la sinterización en gas.

Por otra parte, se puede observar en la tabla 4.I que la sinterización en la atmósfera gaseosa rica en nitrógeno produce un incremento notable en el contenido en nitrógeno de este acero ($0.66\text{-}0.76\%\text{N}_2$) frente a los $0.012\%\text{N}_2$ de los sinterizados en vacío. Este incremento en el contenido de nitrógeno va acompañado de una disminución en la TOS de 30° para el caso de los polvos sin adición de grafito y de 50°C para polvos a los que se ha adicionado 0.2% de carbono elemental. En dicha tabla 4.I se observa asimismo que se produce una ligera decarburación tanto en la sinterización en vacío como en la atmósfera gaseosa, estando acompañada dicha decarburación de una importante disminución también en el contenido de oxígeno, especialmente en la sinterización en vacío. La sinterización en atmósfera gaseosa parece ser poco efectiva desoxidando los polvos.

Karburuak sailkatzeko Arakazpenezko Mikroskopia Elektronikoaz behatu ziren, konposaketa kimiko desberdina dutenez gero, erraz bereizten bait dira zenbaki atomikozko kontrasteaz erasoren beharrik gabe (4.3. ir.). Karburuen konposaketa kimikoa EDAX-aren bidez analizatu zen (4.II taula).

Ez zen desberdintasunik aurkitu altzairu purua eta grafito-zuenaren arteko karburuen kontraste eta konposaketan, eta konposaketa baten barruan, ez zen desberdintasunik aurkitzen sinterizazio-tenperatura aldatzean.

Honako sailkapen hau egin zen:

-Karburu zuriak, oso dizdiratsuak. M_6C motakoak dira, non M metal bat edo zenbait metal den, Wolframioa edota Molibdenoa, bereziki (4.II taula). Ez du diztira edota konposaketa desberdinik aurkezten, nahiz gasean da hutsean sinterizatzea, nahiz Karbono gehitzean.

-Karburu gris argiak. Hutsean sinterizaturiko laginetan bakarrik agertzen dira, nahiz grafitorik gabeko nahiz grafito duenetan. Handi samarrak dira ($7 \mu m$). MC motakoak dira, Banadio asko dutenak (4.II taula).

-Karbonitruro gris ilunak, borobilak eta oso txikiak ($1 \mu m$ bat diametrokoak). Gasean sinterizatutako laginetan bakarrik aurki daitezke. Oraindik Banadio gehiago dute (% 68, pisutan).

4.II taulan erakusten dira (% pisutan) EDAX-analisiak eman zituen emaitzak karburuen elementu metalikoentzako.

M_6C -ak berdintsuak dira gasean ala hutsean sinterizatu, eta Wolframio eta Molibdeno asko eta Banadio gutxi dute. MX karbonitruroak, aldiz, Banadioan aberatsak dira eta beste elementu metalikoetan pobreak (Kuprean ezik). Kobaltoa, dirudenez, batez ere M_6C -etan sartzen da, MC-etan ia ez dagoelarik. MC-ak, bestalde, Banadioan aberatsak dira, nahiz eta MX-ak baino gutxiago. Beste berezitasun bat da MX-etan Burdin-kopuru handiagoa lortzen dela, zigurasko beren tamaina xehea dela eta, matrizeak analisisian sortzen dituen interferentziak garrantzitsuagoak direlako.

Altzairu honek STO-an sinterizatutakoan agertzen dituen ezaugarri mikroegituralak 4.III taulan ematen dira: karburu primarioen kopurua, ale-tamaina austenitikoa eta hondar-austenita kopurua, konposaketa eta sinterizazio-atmosfera bakoitzeko.

Hondar-austenita kopurua gasean sinterizatutako laginetan hutsean sinterizatutakoetan baino handiagoa da (% 64-74 lehenengo kasuan eta % 7-20 bestean); badirudi hori haien Nitrogeno-absortzioarekin erlazionatuta dagoela.

Nahiz eta Karbono-gehikuntzaren eragina atmosferarena baino txikiagoa izan, grafito-dutenetan hondar-austenita kopurua handiagoa da.

Metalografía:

Las muestras sinterizadas se atacaron después de pulir con Nital 5%. Este ataque reveló (figura 4.2) una microestructura consistente básicamente en una matriz de austenita con fracciones variables de fase acicular y una serie de carburos. En las muestras sinterizadas en vacío se detectó un producto de transformación de la austenita en el interior de los granos y en las zonas adyacentes a los carburos.

No se observó un posicionamiento preferencial de los carburos en las fronteras de grano ni en su interior.

Para la clasificación de los carburos se optó por observarlos en el Microscopio Electrónico de Barrido, puesto que debido a diferencias en composición resultan claramente distinguibles mediante contraste de número atómico (figura 4.3), sin necesidad de ataque previo. También se analizó su composición mediante EDAX (tabla 4.II).

Se comprobó que no se daban diferencias de contraste ni de composición entre los carburos encontrados en las muestras de acero puro y aquéllas a las que se había adicionado grafito. Tampoco variaban, dentro de la misma composición, al cambiar la temperatura de sinterización.

Por todo ello, se clasificaron los carburos primarios encontrados en:

- Carburos de color blanco, muy brillante. Se ha comprobado que son del tipo M_6C , donde M es uno o varios metales, especialmente wolframio y molibdeno (tabla 4.II). No muestra diferencia de brillo ni de composición sea sinterizado en gas o en vacío, ni al añadir carbono.
- Carburos de color gris claro. Aparecen sólo en las muestras sinterizadas en vacío, tanto sin como con adición de carbono. Son relativamente grandes ($7 \mu m$). Al analizarlos se comprobó que eran del tipo MC, ricos en vanadio (tabla 4.II).
- Carbonitruros gris oscuro, redondos y muy pequeños (del orden de $1 \mu m$ de diámetro). Sólo se encuentran en muestras sinterizadas en gas. Son aún más ricos en vanadio (68.3% en peso).

El análisis mediante EDAX de los elementos metálicos en los distintos carburos arrojó los resultados (% peso) que se muestran en la tabla 4.II.

Se comprueba que los M_6C son semejantes en gas y en vacío, ricos en W y Mo y con poco V. En cambio, los carbonitruros MX son ricos en vanadio y bajos en los otros elementos aleantes (salvo cromo). El cobalto parece entrar sobre todo en los M_6C , siendo casi inexistente en los carburos tipo MC. Los MC, por su parte, son también ricos en vanadio, aunque menos que los MX. También se obtiene un mayor contenido en hierro

Karburoen frakzio bolometrika, berriz, ez da aldatzen Karbono-gehikuntzarekin. MX-en kopurua (hots, gasean sinterizatueta) MC-arena (hutsean sinterizatueta) baino txikiagoa da /80/, M_6C -arena, aldiz, pixkat txikiagoa da hutsean.

4.4. irudian ikus daiteke ale-tamainaren sinterizazio-tenperaturarekiko eboluzioa, hau STO-arekiko gehikuntza bezala ematen delarik. Ale-tamaina pixkanaka hazten da STO-ra iritsi arte, eta konposaketa guztietan era berdinean, 6-7 μm STO-aren azpiko 30° C-tan eta 8 bat μm 10°C-tan. STO-an, lehen esan denez, tamaina 11 bat μm -takoa da, Px30 hutsean sinterizatuaren kasuan ezik, non 21 μm -takoa den.

Gasean sinterizatuak malda bera mantentzen duten bitartean, hutsean gain-sinterizatzean ale-tamaina askozaz azkarrago hazten da; dena den, ez lehenengo kasuan ez bigarrenean ez da desberdintasunik ikusten grafito-gehikuntzarekin erlazionaturik.

Gain-sinterizatutako ale-tamainaren datak zuzen batzuei ajusta dakizkieke, alde batetik gasean sinterizatuak eta bestetik hutsekoak (grafito dutenak eta gabekoak batera hartuta). Lortzen diren zuzenak hauexek dira:

$$\begin{aligned} \text{GAS} \quad \text{A.T.} &= 10.9 + 0.2\Delta T \quad r=0.88 \\ \text{HUTSEA} \quad \text{A.T.} &= 16.9 + 1.4\Delta T \quad r=0.94 \end{aligned}$$

Hutsean sinterizatutako ale-tamaina malda gasekoena baino zazpi bider handiagoa da.

4.5. irudiak ale-tamaina eta sinterizazio-tenperaturen arteko erlazioa erakusten du. Kasu guztietan eragina bera dela ikus daiteke.

Ale-tamaina ez da apenas hazten lortutako dentsitate gorenera iritsi arte; orduan sinterizazio-tenperaturaren igoerak ez du dentsitatea hobetzen, baina ale-tamaina izugarri hazten da, batez ere hutsekoetan; 64 μm -takoa izan daiteke 30°C-z gain-sinterizatueta, dentsitatea aldatzen ez delarik. Batzutan porositatearen areagotzea ere gertatzen da (ikus. 4.1. irudian sinterizazio-kurben jausia); hutsean sinterizatutako grafito-gehikuntza izan duten laginetan, 40°C-tako gain-sinterizazioari 61 μm ale-tamaina dagokio, baina 7.76 g/cm³-ko dentsitateaz.

Gain-sinterizatutako laginen mikroegitura ikustean (4.6. ir.) ale-tamainaz gain honako detaile hauek ikus daitezke: alde batetik, orain arte aurkitutako karburoen konposaketa mantentzen dela - M_6C , MC eta MX. Lehenengo biak hazi egin direla ematen du, MX-ak, aldiz, txikiak eta bereiztuak mantentzen dira.

Hauetz gain, morfologia eutektikoa duten karburo batzuk agertzen dira (4.6. ir.) erraz bereizgarriak Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoaz, karburo primarioekin gertatzen zen bezala.

en los MX, probablemente debido a que, por su pequeño tamaño, las interferencias de la matriz en el análisis es mayor.

En la tabla 4.III se muestran las características microestructurales a la TOS: cantidad de carburos primarios, tamaño de grano austenítico y cantidad de austenita retenida, para cada composición y cada atmósfera de sinterización:

La cantidad de austenita retenida es mayor en las muestras sinterizadas en gas que las de vacío (64-74% frente a 7-20%), lo cual parece estar relacionado con la absorción de nitrógeno por parte de aquéllas.

También es mayor en aquéllas a las que se adicionó grafito, si bien el efecto de este parámetro es menor que el de la atmósfera.

En cambio, la fracción volumétrica de carburos no varía con la adición de carbono. Se observa /80/ que la cantidad de MX (sinterización en gas) es menor que la de MC (sinterización en vacío), al tiempo que la de M_6C es ligeramente menor en vacío.

Se puede ver en la figura 4.4 la evolución del tamaño de grano con la temperatura de sinterización, expresada ésta como incremento respecto a la TOS. Se observa que el tamaño de grano crece lentamente hasta la TOS, y de la misma forma para todas las composiciones, pasando de 6-7 μm a 30° por debajo de la TOS a unas 8 μm a 10° por debajo. A la TOS, como se ha comprobado antes, el tamaño es de unas 11 μm , salvo en el caso del Px30 puro sinterizado en vacío, en que mide 21 μm .

Mientras que las sinterizadas en gas mantienen prácticamente la misma pendiente al sobresinterizar, en las de vacío el tamaño de grano crece mucho más rápido, no observándose en ninguno de los dos casos diferencia alguna entre aquéllas a las que se añadió grafito y las que no.

Se puede ajustar a rectas los puntos correspondientes a sobresinterizar por un lado en gas y en vacío por otro, en ambos casos sin y con adición de grafito, obteniéndose entonces las siguientes rectas de regresión:

$$\begin{aligned} \text{GAS T.G.} &= 10.9 + 0.2\Delta T \quad r=0.88 \\ \text{VACIO T.G.} &= 16.9 + 1.4\Delta T \quad r=0.94 \end{aligned}$$

Se debe resaltar que la pendiente en vacío resulta ser siete veces mayor que la encontrada en gas.

La figura 4.5 muestra la relación entre el tamaño de grano y la densidad de sinterización. Se observa un comportamiento común para todos los casos.

El tamaño de grano apenas aumenta hasta llegar a la densidad máxima alcanzada; a partir de aquí, un aumento de la temperatura de sinterización no mejora la densidad y sí dispara el tamaño de grano, especialmente en vacío, con lo que llega a ser de 64 μm para sobre-

Behatu eta EDAX-aren bitartez analisia egin ondoren (4.IV taula) beren konposaketa ez zela Karbono-gehikuntzaren menpekoea ikusi zen eta ondoko sailkapen hau egin zen:

-I karburo eutektikoa, EI, STO-an ere aurki daitekeena, dendrita fina dituen.

-M₆C karburo eutektikoa, EM₆C, M₆C karburoaren antzekoa eta aurrekoa baino diztiratsua eta lodiera handiagokoa. Bere egitura dendritikoa argiagoa da.

-MC karburo eutektikoa, EMC, MC-aren antzekoa kontraste eta konposaketan eta hura bezala, hutsean sinterizatutako laginetan bakarrik aurkitzen dena.

-Horraz-itzurazko karburo eutektikoa, EA. Hau ere hutsean sinterizatutako laginetan bakarrik aurkitzen da. Eutektiko honi "txori-luma" ere deritzaio, agertzen duen itxurarengatik.

EDAX-aren bidez analizatu ziren eutektikoak: agertzen zituzten kontraste bereziak 4.IV taulan agertzen diren konposaketa desberdinei zegozkien.

Berriro ere, karburo eutektikoen kasuan grafito-gehikuntzak ez zuten eraginik izan karburoen konposaketan.

I eutektikoak lodiera txikikoak direnez (1 eta 2 μm -ren artekoa), bere analisia oso zaila da eta matrizearen interferentziak agertzen dira (Burdin-kopuru handiagoa).

Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoan agertzen duten kontrasteak pentsa-eragin zenez, MC eta M₆C eutektikoak izen bereko karburoen konposaketa berdina daukate.

Horraz-itzurazko eutektikoak, bestalde, M₆C-ak baino oraindik Wolframio gehiago daukate, nahiz eta Kobalto gutxiago eta Banadio gehiago izan.

Eutektiko hauek agertzeko behar diren tenperaturak desberdinak dira, konposaketaren menpekoak. P_{x30} altzairuari dagozkionak 4.V taulan agertzen dira.

Gasean sinterizatutako laginetan ez da eutektikorik aurkitu, EI-a ezik, ez eta STO-a baino 40°C gehiagotan sinterizatuz (4.6. ir.). Aldiz, hutsean 15-20°C gain-sinterizazio nahikoak dira EM₆C, EA eta EMC eutektikoak agertzeko.

sinterizaciones de 30°C sin que varíe la densidad. Incluso se produce un ligero aumento de la porosidad como consecuencia de la sobresinterización (véase la caída de las curvas de sinterización en la figura 4.1), de modo que en las muestras con adición de grafito y sinterizadas en vacío a una sobresinterización de 40° le corresponde un tamaño de grano de 61 μm pero una densidad de 7.76 g/cm^3

Al observar la microestructura de las muestras sobresinterizadas (figura 4.6) se comprobaron los siguientes aspectos aparte del tamaño de grano: por un lado, se mantienen las composiciones de los carburos encontrados hasta ahora, M_6C , MC y MX. Los dos primeros parecen aumentar de tamaño, en cambio, los MX se mantienen pequeños y sin agrupar.

Además, aparecen una serie de carburos de morfología eutéctica (figura 4.6) fácilmente distinguibles por contraste en el Microscopio Electrónico de Barrido como ya ocurría con los carburos primarios.

Tras la observación y el análisis mediante EDAX (tabla 4.IV) se comprobó que su composición no variaba con la adición de carbono y se procedió a clasificar en:

- Carburo eutéctico I, EI, presente ya a las TOS, de dendritas muy fina, muy tenues.
- Carburo eutéctico M_6C , EM_6C , similar al carburo M_6C y más brillante y de mayor espesor que el anterior. Es el de estructura dendrítica más evidente.
- Carburo eutéctico MC, EMC, similar en contraste y composición que el carburo MC y como él exclusivo de muestras sinterizadas en vacío.
- Carburo eutéctico tipo aguja, EA, presente, asimismo, sólo en las muestras sobresinterizadas en vacío. Este eutéctico se llama también "de pluma de ave" debido a su forma.

Analizados mediante EDAX, se observó que este contraste diferenciado se corresponde con las diferencias en la composición que se detallan en la tabla 4.IV:

Una vez más, la adición de carbono no produjo diferencia en la composición de los carburos.

Al ser los eutécticos I de pequeño espesor (entre 1 y 2 μm), su análisis resulta muy difícil y aparecen interferencias de la matriz (mayor cantidad de hierro).

Se observa que, como se desprendía de la observación del contraste producido en el Microscopio Electrónico de Barrido, los eutécticos tipo M_6C y MC son de composición semejante a los carburos no eutécticos del mismo tipo.

Los eutécticos de aguja, por su parte, resultan ser aún más ricos en wolframio que los M_6C , aunque con menos cobalto y más vanadio.

4.1.2 Px30S

Altzairu hau aurrekoaren oso antzekoa da, baina Sufre eta Manganeso gehiagorekin. "Berde"-aren dentsitatea 5.58 g/cm^3 -koa izan zen.

4.7. irudian Px30S-aren dentsifikazioa ikusten da, temperatura desberdinetan ordu betez mantendu ondoren. Gainera, aipatutako tenperaturaren eragin honez gain, sinterizazio-atmosferarena (hutsea ala nahasi industrial) eta % 0.2 grafitoren gehikuntzarena ere ikusten da.

Kasu guztietan, dentsitatea teorikoaren % 98-99-koa izan arte oso azkar igotzen da, eta hau dagoeneko definitutako STO-an gertatzen da. Ondoren, dentsitate konstanteko zati bat dator eta, azkenik, berriro jeisten da.

Gainera, gasean sinterizatutako laginen dentsifikazioa hutsekoenaren gainetik dihoa beti.

Grafito dutenek ez dutenek baino lehenago dentsifikatzen dute. Eragin hau 4.VI taulan ikus daiteke, STO eta dentsitateak ematen bait dira, Karbono, Nitrogeno eta Oxigeno-analisiez gain.

N_2 asko duen sinterizazio-atmosfera baten erabilera STO-a jeitsi erazten du, Px30-ean baino gutxiago baldin bada ere: 25°C (grafitorik gabekoetan) edo 30°C (grafito dutenetan). Jeitiera laburrago hau Px30S-aren N_2 -zurgatze txikiagoarekin erlazionatua dagoela ematen du. % C-a gehitzeak ere bere eragina du tenperatura optimoan, $15\text{-}20^\circ\text{C}$ jeisterazten bait du (hutsean ala gasean sinterizatzean). STO-ak Px30-arentzako aurkitutako antzekoak dira.

Px30S-ak Px30-ak baino N_2 gutxiago onartzen du gasean sinterizatzean: % 0.0065 N_2 -tik % 0.453 edo 0.436 (grafitorik gabe ala duena) pasatzen delarik; Px30-ak 0.015-tik % 0.76 edo 0.66-ra pasatzen zen bitartean.

Lortutako dentsitateak Px30S-arentzako Px30-arentzakoak baino txikixeagoak dira.

Sinterizazio-prozesua erreduktorea gertatzen da, batez ere hutsean. Adibidez, Px30S-a hutsean sinterizatzean % 0.0667 Oxigenotik % 0.0088-ra jeisten da eta Px30S+0.2%C-aren kasuan, %0.18-tik 0.0176-ra. Gasean sinterizatzean, aldiz, Px30S-a herdoildu egin zen (% 0.0667-tik 0.161-ra), baina Px30S+0.2%C-a % 0.0708-ra pasatu zen, Px30-ean nabaritzen den eragin bera.

Honez gain, grafito gehitu zitzaizen laginek Karbono pixkat kontsumitu zuten erreduzitzean (% 1.50 C-tatik 1.43-tara jeitsi zen kasu bietan). Honez gain, sinterizazioan zeharreko dekarburazioa hutsa da, % 1.29-tik % 1.27-ra pasatzen da gasean eta % 1.26-ra hutsean.

La temperatura de aparición de estos eutécticos es variable y propia de cada composición. Para el Px30 dichas temperaturas son las mostradas en la tabla 4.V.

En las muestras sinterizadas en gas no se ha observado la aparición de ningún eutéctico salvo el tipo I (EI) ni sinterizando 40°C por encima de TOS, en cambio, en vacío 15-20°C de sobresinterización llevan a la aparición de los EM₆C, EA, EMC.

4.1.2 Acero Px30S

Este es un acero muy semejante al anterior, pero con un mayor contenido en azufre y manganeso. Su densidad en verde fue de 5.58 g/cc.

En la figura 4.7 se muestra la densificación del acero Px30S tras mantenimiento durante una hora a distintas temperaturas. Se muestra, además del ya indicado efecto de la temperatura, el producido por la utilización de las distintas atmósferas en su sinterización -sea vacío sea mezcla industrial- y el de la adición al polvo prealeado de un 0.2% en peso de grafito.

Se observa que en todos los casos se da una subida brusca en la densidad hasta alcanzar una densidad del 98-99% del valor de la teórica, lo cual ocurre a la TOS ya definida. Sigue una zona de densidad constante y finalmente comienza a bajar de nuevo la densidad.

Se puede observar, además, que la densificación de las probetas sinterizadas en gas se mantiene siempre por encima de las de vacío.

Asimismo, las que han recibido la adición de grafito densifican antes que las que no. Este efecto se puede comprobar en la tabla 4.VI en que se muestran las TOS y las densidades alcanzadas junto con los análisis de carbono, nitrógeno y oxígeno.

El uso de una atmósfera rica en N₂ para sinterizar hace disminuir la TOS aunque menos que en el Px30: 25°C (sin grafito) o 30°C (con grafito). Esta menor disminución parece relacionada con el hecho de que el Px30S también absorbe menos N₂. El añadir %C también afecta a dicha temperatura, disminuyéndola en 15-20°C según se sinterice en vacío o en gas. Como detalle, estas temperaturas son muy próximas a las detectadas para el Px30.

También absorbe menos nitrógeno que el Px30 al ser sinterizado en gas. Así, de 0.0065%N₂ pasa a 0.47 ó 0.45% (sin y con grafito, respectivamente) mientras que el Px30 pasa de 0.015 a 0.76 ó 0.66.

Las densidades obtenidas son en general ligeramente menores para el Px30S que para el Px30.

Metalografia

4.8. irudiko mikrografietan Px30S-aren mikroegitura ikus daiteke sinterizazio-optimoan.

Mikroegitura hau Px30-arenaren antzekoa da oso, kasu honetan ere austenita-matrize batez eta horratz-itxurazko fase bat eta karburo batzuz osatua; karburo hauek M_6C eta MC motakoak dira hutsekoetan eta M_6C eta MX gasekoetan. I karburo eutektikorik ere ikus daiteke. Kasu honetan, ordea, inklusio batzuk ikusi ziren bai Arakapenezko Mikroskopia Elektroniko bai Mikroskopia Optikoaren bidez nahiz eta ez erasotu; inklusio hauek MnS-koak gertatu ziren, eta konposaketa (EDAX-aren bidez lortutakoa) honekoak: % 35 S-% 2 V-% 10 Cr-% 50 Mn eta % 3 Fe. Batez besteko tamaina $10\ \mu\text{m}$ -koa zen.

4.9. irudian STO-an sinterizatutako laginek % 3-ko Nitalez erasotu ondoren erakusten duten egitura agertzen da.

Hutsean sinterizatutakoek ale-tamaina askoz handiagoa agertzen dute ($40\text{-}38\ \mu\text{m}$ eta $15\text{-}13\ \mu\text{m}$).

Ale-tamainaz gain beste ezaugarri batzuk ere neurtu ziren ala nola karburo-kantitatea eta hondar-austenita STO-an. Guztiak 4.VII taulan agertzen dira.

Grafitorik gabeko laginetan MC karburo gutxi ikusten dira (MX karbonitruro gutxi gasekoetan). Horregatik, Px30S-aren karburo-kopuru totala Px30-ean baino txikiagoa da. Honez gain, karburoen frakzioa hutsean sinterizatutakoetan ez da aldatzen grafitoa gehitzean, gasean, aldiz, bikoiztu egiten da.

Hondar-austenitari dagokionean, berriro ere gasekoetan hutsekoetan baino handiagoa da, Nitrogenoaren eragin gammagena dela eta. Grafito dutenetan ere ez dutenetan baino handiagoa da.

Sinterizazio-atmosferak ale-tamainan duen eragina begi-hutsez ikus daiteke, 40-tik 15-etara eta 38-tik $13\ \mu\text{m}$ -tara (grafitorik ez ala grafito badutenetan) jeisterazten bait du; zenbaki hauetan ikus daitekenez, Karbono-gehikuntzak ere eragina du.

Ale-tamaina sinterizazio-tenperaturarekiko analisia egitean 4.10. irudian agertzen den kurba irudika daiteke.

Azpi-sinterizatutako laginetan ale-tamaina ez da aldatzen atmosferarekin ez eta grafito-gehikuntzarekin, hazkuntza txikia mantenduz sinterizazio-tenperatura igo ahala STO-rarte; gain-sinterizatzean, berriz, nahiz eta grafito-gehikuntzak eraginik ez izan, hutsean sinterizatutako laginek malda-aldaketa nabaria dute, bere ale-tamainak gasean STO-arekiko tenperatura berean gain-sinterizatutakoena baino handiagoak izanik. Azken hauek ez dute tenperaturarekiko igoera handirik aurkezten. $+40^\circ\text{C}$ -ko gain-sinterizazio bati, adibidez, gasean sinterizatutakoetan $25\text{-}35\ \mu\text{m}$ -ko ale-tamaina dagokio, eta $64\text{-}66\ \mu\text{m}$ -koa hutsekoetan.

El proceso de sinterización resulta ser reductor y, como antes, más eficaz en vacío. Así, el Px30S al sinterizar en vacío baja de 0.0667 % de oxígeno a 0.0088% y el Px30S+0.2%C de 0.18% a 0.0176% O₂. Al sinterizar en gas, el Px30S se redujo a 0.044% y el Px30S+0.2%C a 0.081%O₂, efecto semejante al que se produce en el Px30.

Asimismo, se observa que, al tener más oxígeno, las muestras a las que se añadió grafito consumieron parte del carbono en reducirse (de 1.50%C bajó a 1.43% en ambos casos). Por lo demás, la decarburación durante la sinterización es nula, pues de 1.29% pasa a 1.27% en gas y 1.26% en vacío.

Metalografía

En las micrográficas de la figura 4.8 se puede observar la microestructura del Px30S en los óptimos de sinterizado.

La microestructura revelada es muy semejante a la del Px30, constituida también en este caso de una matriz de austenita y una fracción variable de fase acicular y una serie de carburos que se pueden reconocer como M₆C y MC en las de vacío o MX en las de gas. También se encuentra una cierta cantidad de carburo eutéctico tipo I. En este caso, sin embargo, también se detectó una serie de inclusiones visibles tanto por medio de Microscopía Electrónica de Barrido como en el Microscopio Óptico sin ataque, que resultaron ser SMn, de composición (obtenida mediante análisis EDAX) 35%S-2%V-10%Cr-50%Mn y 3%Fe. Dichas inclusiones tenían un tamaño aproximado de 10 μm.

En la figura 4.9 se representa la microestructura obtenida tras atacar las muestras sinterizadas en el Óptimo de Sinterizado con Nital 3%.

Se observa claramente que las sinterizadas en vacío presentan un tamaño de grano mucho mayor que las sinterizadas en gas (40-38 μm frente a 15.4 ó 12.9).

Además del tamaño de grano se midieron otras características microestructurales a la TOS como son la cantidad de carburos y la austenita retenida. Se presentan todas ellas en la tabla 4.VII.

Se observa que las muestras sin grafito presenta muy pocos carburos MC (MX en las de gas). Ello conduce a que la cantidad total de carburos sea menor en el Px30S que en el Px30. Por otra parte, la fracción de carburos que en las sinterizadas en vacío no varía al adicionar grafito, en gas se duplica.

En cuanto a la cantidad de austenita retenida, se comprueba de nuevo que es mayor en las sinterizadas en gas que en vacío, debido al efecto gammágeno del nitrógeno. Asimismo, es mayor en las que se adicionó grafito que en las de Px30S puro.

Por otra parte, aparte del efecto -observable a simple vista- de la atmósfera de sinterización sobre el tamaño de grano, disminuyéndolo de 40 a 15.4 μm y de 38 a 12.9 μm sin y

Gain-sinterizatutako laginen ale-tamainak honako joera hau aurkezten dute:

$$\begin{aligned} \text{GAS} \quad \text{A.T.} &= 8.7+0.6\Delta T \quad r=0.92 \\ \text{HUTSEA} \quad \text{A.T.} &= 36.3+0.8\Delta T \quad r=0.89 \end{aligned}$$

Hutsean sinterizatutako laginetan tamaina gasekoetan baino azkarrago hazten dela ikusten da. Px30-arekin konparatuz, gasari dagokion malda handiagoa da (0.6-koa eta 0.2-koa), hutsean, aldiz, txikiagoa da (0.8-koa eta 1.4-koa).

Ale-tamaina dentsitatearen aurka irudikatuz (4.11. ir.) Px30-ean aurkitutakoa ikusten da: ale-tamaina ia konstante mantentzen dela (6-8 μm) % 98-99-ko dentsifikaziora iritsi arte, eta orduan izugarri handitzen dela. Ez grafito-gehikuntzak ez eta sinterizazio-atmosferak ez dute eragin argirik agertzen honako hau ez bada, hutsean sinterizatutako laginen ale-tamainak handiagoak (46 μm) izatera iristen direla gasekoak baino (6-7 μm); hauek ez dira honen beste hazten hori gertatu baino lehen dentsitatea berriro jeisten delako.

4.VIII taulan karburo primarioen EDAX-analisiak aurkezten dira.

Berriro ikusten da M_6C eta MC karburoek gasean eta hutsean konposaketa bera daukatela, baina hutsean sinterizaturiko laginen MC karburoak MX karbonitruro bihurtzen dira gasean sinterizatzean; azken hauek Banadio gehiago daukate (% 67 eta % 45) eta Molibdeno eta Wolframio gutxiago (%10 / %24 eta %10 / %28). Honez gain, MC-ek ez daukate Kobaltorik, eta MX-ek bai (% 1.5-a).

Px30-ean aurkitutako MX-ek Px30S-koek baino Banadio gehiago daukate; M_6C -ek kasu guztietan konposaketa bera dakate.

4.12. irudian Px30S altzairua gain-sinterizatzean lortzen den mikroegitura ikusten da. Px30-ean agertzen diren karburo eutektikoen antzeko batzuk ere ikusten dira.

Dena den, kasu honetan hutsean ez bakarrik gasean sinterizatzean ere aurkitu dira M_6C karburo eutektikoak eta horratz-itxurazkoak.

Hutsean sinterizaturiko lagineko M_6C eta I motatako karburo eutektikoek gasean sinterizaturikoenak baino Banadio gehiago aurkezten dute. Px30-ekoekin konparatuz, hauexek Banadio gehiego daukate.

MX karbonitruroek Px30S-an ere ez dute hazteko joerarik, eta ez dira biltzen altzairua gain-sinterizatzean.

Karburo eutektikoen konposaketa neurtu zen, eta lorturiko emaitzak 4.IX taulan aurkezten dira.

con grafito respectivamente, se observa también que la adición de grafito parece disminuirlo algo.

Al hacer un análisis de la variación del tamaño de grano con la temperatura de sinterización se pueden representar la siguiente curva de la figura 4.10 frente al incremento de temperatura respecto a la TOS.

Los tamaños de grano en las muestras subsinterizadas no parecen mostrar variación según la atmósfera utilizada ni por la adición de grafito, manteniendo un crecimiento muy lento al aumentar la temperatura de sinterización hasta la TOS; en cambio, al sobresinterizar, y aunque no aparece ningún efecto producido por la adición de carbono, las muestras sinterizadas en vacío presentan un notable cambio de pendiente, de forma que los tamaños de grano son mucho más grandes que las correspondientes sinterizadas en gas. Estos últimos muestran relativamente poca tendencia a crecer con la temperatura. Así, a una sobresinterización de +40°C le corresponde un tamaño de 25-35 μm en las sinterizadas en gas y 64-66 μm en las de vacío.

Aplicando el método de los mínimos cuadrados a la parte de sobresinterización de las curvas de la figura 4.10 se obtienen las siguientes rectas de regresión:

$$\begin{array}{l} \text{GAS} \quad \text{T.G.} = 8.7 + 0.6\Delta T \quad r = 0.92 \\ \text{VACÍO} \quad \text{T.G.} = 36.3 + 0.8\Delta T \quad r = 0.89 \end{array}$$

Se comprueba, efectivamente, que en las muestras sinterizadas en vacío el tamaño de grano crece mucho más rápidamente que en las sinterizadas en gas. En comparación con el Px30, la pendiente correspondiente a gas es mayor (0.6 frente a 0.2), mientras que en vacío es menor (0.8 frente a 1.4).

Representando gráficamente el tamaño de grano frente a la densidad alcanzada para cada temperatura de sinterización (figura 4.11), aparece un efecto similar al encontrado en el Px30: el tamaño de grano permanece casi constante (6-8 μm) hasta llegar a una densificación del 98-99%, en que se dispara. Ni la adición de grafito ni la atmósfera de sinterización produce ningún efecto apreciable, salvo el hecho de que los tamaños de grano correspondientes a la sinterización en vacío (45 μm) llegan a ser más grandes que los de gas (6-7 μm), que no crecen tanto debido a que antes de eso baja su densidad.

En la tabla 4.VIII se presentan los análisis de EDAX de los carburos primarios.

Se comprueba de nuevo que los M_6C en gas y en vacío presentan la misma composición, mientras que los carburos MC de las muestras sinterizadas en vacío se transforman en carbonitruros MX al sinterizar en gas, con un mayor contenido en vanadio (67% frente a 45%) y menor en molibdeno (10 frente a 24%) y wolframio (10% y 28%). Además, los MC no contienen cobalto, mientras que los MX sí (1.5%).

Eutektikoen agerpen-temperatura sinterizazio-atmosfera eta Karbono-gehikuntzaren menpe dago (4.X taula). Adibidez, STO-a baino temperatura apalagotan agertzen den bakarra I eutektikoa da. Gainera, M_6C -ak hutsean gasean baino gain-sinterizazio txikiagoa behar du agertzeko.

Px30-arekin konparatuz, altzairu hura gasean gain-sinterizatzean M_6C eta horratz-itxurazko eutektikorik ez agertzeaz gain, eutektiko guztien agerpen-temperaturak Px30S-arentzako txikiagoak dira.

Los MX encontrados en el Px30 son más ricos en vanadio que los del Px30S, siendo los M_6C de la misma composición en todos los casos.

En la figura 4.12 se puede ver la microestructura resultante al sobresinterizar el acero Px30S. Se comprueba la aparición de carburos eutécticos comparables a los observados en el Px30.

Sin embargo, en este caso se han encontrado carburos eutécticos tipo M_6C así como de tipo aguja no sólo en las muestras sinterizadas en vacío si no también en las de gas.

Se puede ver que los eutécticos M_6C y I de las muestras sobresinterizadas en vacío son más ricos en vanadio que los de gas. Comparándolos con el Px30 se observa que los eutécticos de Px30 son más ricos en vanadio.

Los carbonitruros MX muestran también en el Px30S gran resistencia a crecer, no llegando ni a agruparse al sobresinterizar el acero.

Medida la composición de los carburos eutécticos, los resultados obtenidos se presentan en la tabla 4.IX.

La temperatura de aparición de eutécticos depende de la atmósfera de sinterización y de la adición de carbono (tabla 4.X). Así, el eutéctico I es el único que aparece a temperaturas más bajas que la TOS. Por otra parte, el M_6C está presente en las de vacío para sobresinterizaciones menores que en gas.

Comparando con el Px30, aparte del hecho de que en aquél no aparezcan eutécticos M_6C y de aguja en gas, la temperatura de aparición de eutécticos es en todos los casos menor para el Px30S.

4.2 Tratamendu Termikoak

4.2.1 Px30 altzairua

Dagoeneko esan denez, eragin ziren tratamendu termikoak hauexek izan ziren: austenizazioa, tenplaketa eta iraketa anizkuna.

Tenplaketak honako ingurune hauetan egin ziren: airetan, oliotan edo uretan, honela hozte-inguruneak bukaerako propietateetan duen eragina ikertuz.

Austenizazio-tenperatura hauek hartu ziren kontutan: 1180°, 1200°, 1220° eta 1230°C gasean sinterizaturikoetan eta 1210°, 1230°, 1250° eta 1260°C hutsekoetan. Austenizazio-tenperatura eta tenplaketa-ingurune bakoitzeko 5-6 iraketa-tenperatura ikertu ziren, zeintzuk 485° eta 620°C artekoak ziren.

Ez da mikroegituran desberdintasunik aurkitu ingurune desberdinetan tenplatzean. 4.13. irudian tratamendu desberdinak jasandako gasean sinterizatutako laginek erakusten duten mikroegitura ikus daiteke; aipatutako tratamenduak hauexek izan ziren: austenizazio-tenperatura: T=1200°C; tenplaketa: airetan, oliotan eta uretan; hiru iraketa hirukoitz tenplaketa bakoitzari zegokion gogortasun gorenean. Irudi honetan tenplaketa ondorengoko eta gogortasun goreneko mikroegiturak aurkezten dira. 4.14. irudian hutsean sinterizatutako eta T=1250°C-tan austenizaturiko laginen sekuentzia bera erakusten da.

Termikoki trataturiko laginetan aurkitutako partikulek ez dute desberdintasunik aurkezten sinterizatu ondorengokoetan aurkitzen direnekin: M₆C karburoak eta MC ala MX-ak, hutsean ala gasean sinterizatutakoetan.

Ez da, berriz, karburo eutektikorik aurkitu. Honez gain, karburo primarioen kopuru handi bat urtu egin da, batez ere M₆C-ak. MX karbonitruoak, aldiz, egonkorak dira erabilitako tenperaturetan eta ale-hazkuntza eragotziko dutenak dira.

Hutsean sinterizatutako laginetan, tenplatu ondoren martensita fina ikusten da nagusi, 860 HV₁₀-ko gogortasuna neurtu zaizkiela; gasean sinterizatutakoetan, ordea, tenplaketa-gogortasuna 580bat HV₁₀-koa da. Honez gain, bai morfologia bai MC eta MX-en tamainak desberdinak dira.

Gasean sinterizatutako ale-tamaina hutsean sinterizatutakoena baino txikiagoa da. Hozte-inguruneak, bestalde, ez du eraginik ale-tamainan (4.XI eta 4.XII taulak).

Hirugarren iraketa ondoren (4.13f eta 4.14f ir.) ia austenita guztia martensita bihurtu da, % 5 eta % 3 bat hondar-austenita kopuruak neurtu direlarik (4.XI eta 4.XII taulak).

4.2 Tratamientos Térmicos

4.2.1 Acero Px30

Como se ha descrito ya, los tratamientos térmicos realizados fueron de austenización, temple y revenidos triples.

Los temples se realizaron bien en aire, en aceite o en agua, a fin de ver la influencia del medio de enfriamiento en las propiedades finales.

Se consideraron las siguientes temperaturas de austenización: 1180°, 1200°, 1220° y 1230°C para las sinterizadas en gas y 1210°, 1230°, 1250° y 1260°C para las de vacío. Para cada temperatura de austenización y medio de temple se estudiaron 5 ó 6 temperaturas de revenido en el rango de 485° a 620°C.

No se ha encontrado diferencia microestructural alguna al templar en los distintos medios. En la figura 4.13 se puede ver la secuencia microestructural observada para una misma temperatura de austenización, $T=1200^{\circ}\text{C}$, de una probeta sinterizada en gas y templada en aire, aceite y agua (microestructura de temple y de pico de dureza); del mismo modo, se presenta en la figura 4.14 la secuencia correspondiente a una probeta sinterizada en vacío y austenizada a $T=1230^{\circ}\text{C}$.

Las partículas encontradas en las muestras tratadas térmicamente no presentan variación con respecto a las sinterizadas, observándose carburos M_6C y MC o MX según la sinterización fuera en vacío o en gas.

Se puede ver, sin embargo, que los carburos de tipo eutéctico han sido completamente eliminados. Además, gran parte de los carburos primarios se han disuelto, especialmente los M_6C . En cambio, los carbonitruros MX permanecen estables a las temperaturas empleadas y son los responsables de evitar el crecimiento de grano.

En las probetas sinterizadas en vacío, tras el temple se observa principalmente martensita fina, encontrándosele una dureza aproximada de 860HV_{10} , en cambio, la dureza de temple en las muestras sinterizadas en gas es de unos 580HV_{10} . Además, tanto la morfología como el tamaño de los carburos MC y MX -exclusivos, como se ha dicho ya, de las sinterizaciones en vacío y en gas, respectivamente- son distintos.

Se puede observar cómo el tamaño de grano de las muestras sinterizadas en gas es menor que el de las sinterizadas en vacío. El medio de enfriamiento, por su parte, no influye en el tamaño de grano (tablas 4.XI y 4.XII).

Después del tercer revenido (figuras 4.13f y 4.14f) la austenita se ha transformado casi totalmente en martensita, observándose un 5% y un 3% de austenita retenida, respectivamente (tablas 4.XI y 4.XII).

Austenizatuen ale-tamaina neurtu zen, eta baita tenplaturiko eta gogortasun gorena dutenen hondar-austenita kopurua. 4.XI eta 4.XII tauletan ezaugarri mikroegitural guzti hauek ematen dira.

Lagin azpi-iraoturiko, gogortasun goreneko eta gain-iraotutako mikrografiak konparatuz, 4.15. ir., zerau ikusten da: azpi-iratutako laginetan (4.15a ir., gasean sinterizaturiko eta oliotan tenplaturiko Px30, austenizazio-tenperatura: 1200°C, iraoketa-tenperatura: 535°C) austenita gutxi transformatzen da (% 47 γ_R , tenplaketa ondoren % 79 neurtu zitzaien artean) eta austenizatu ondorengoaren mikroegitura antzekoa agertzen dute; 4.15b eta 4.15c irudietan, aldiz, ia austenita guztia bihurtua da (% 5 eta % 4 γ_R). Gogortasuna $T_R=535^\circ\text{C}$ -takoentzat 740 HV₁₀-koa da, baina gogortasun handiengan ($T_R=570^\circ\text{C}$) eta $T_R=600^\circ\text{C}$ -tan, 999 eta 966 HV₁₀-koa.

Partikula primarioen kopurua ez da aldatzen austenizazio-tenperaturarekin, gasean sinterizaturikoari dagozkion puntuak pixkat gainetik mantentzen direlarik (4.16. ir.).

Hondar-Austenita

Gasean sinterizaturikoetan zurgatutako Nitrogenoak austenita egonkortzen du: % 60 γ_R daukate; hutsekoek, ordea, % 10-a bakarrik (4.XI eta 4.XII taulak).

Hondar-austenitaren austenizazio-tenperaturarekiko erlazioa irudikatu da 4.17. irudian, bai gasean bai hutsean sinterizatutako laginentzat.

Gasean sinterizaturiko laginen hondar-austenita hutsean sinterizatutakoaren gainetik mantentzen da beti: lehenengoak % 60-tik jeisten ez diren bitartean, bigarrenak ez dira % 17-tik igotzen.

Tenperatura desberdinetan iraotzean gertatzen zena ikertu asmoz, hondar-austenita neurtu zen gasean sinterizatutako serie batetan eta hutsean sinterizaturiko beste batetan (4.18. ir.).

Kasu bietan oso azkar jeisten da hondar-austenita kopurua, behin iraoketa-tenperatura finko bat lortzen denean egonkor bihurtzen delarik; iraoketa-tenperatura hau gogortasun gorenari dagokiona da, eta 570°C-koa da gasean sinterizatutakoetan eta 500°C-takoa hutsekoetan. Tenperatura handiagotan iraotzeak ez du transformazio handiagoa eragiten, Vickers gogortasuna jeitsi egiten delarik (4.19.b ir.).

Gogortasuna

Tratatutako lagin guztiei neurtu zitzaien gogortasuna. 4.19. a, b eta c irudietan erakusten dira tenplaketa-ingurune eta sinterizazio-atmosfera bakoitzarentzako lortutako gogortasun-

Se midió el tamaño de grano de las austenizadas, así como la austenita retenida en las templadas y en los picos de dureza. En las tablas 4.XI y 4.XII se muestran todas estas características microestructurales.

Comparando micrografías de probetas sub-revenidas, en el pico de dureza y sobre-revenidas, Fig. 4.15, se observa lo siguiente: mientras que en las muestras sub-revenidas (figura 4.15a, Px30 sinterizado en gas y templado en aceite tras austenizarlo a 1200°C, Temperatura de revenido:535°C) se da poca transformación de la austenita (47 % γ_R , mientras que al temple se midió 79%) y una microestructura muy similar a la de austenización, se observa en las micrografías 4.15b y 4.15c que prácticamente toda la austenita se ha transformado (5 y 4 % γ_R , respectivamente). La dureza pasa de 740 HV₁₀ para T_R=535° a 999 y 966 HV₁₀, respectivamente, en el pico (T_R=570°) y a T_R=600° C.

Se observa que la cantidad de partículas primarias permanece constante con la temperatura de austenización, manteniéndose ligeramente por encima los puntos correspondientes a la sinterización en gas (figura 4.16).

Austenita Retenida

En las sinterizadas en gas el nitrógeno absorbido actúa como estabilizador de la austenita, pues muestran un 60 % γ_R frente al 10 % γ_R de las de vacío (Tablas 4.XI y 4.XII).

Se presenta la variación de la austenita retenida con la temperatura de austenización en gas y en vacío (figura 4.17).

La austenita retenida en las muestras sinterizadas en gas se mantiene siempre muy por encima de la correspondiente a muestras sinterizadas en vacío, de modo que mientras que las primeras no bajan de un 60 %, las segundas no suben del 17 %.

A fin de observar lo que ocurría al revenir a distintas temperaturas, se midió la austenita retenida en una serie sinterizada en gas y otra en vacío (figura 4.18).

Se observa que en ambos casos cae rápidamente para estabilizarse después a partir de cierta temperatura de revenido, que coincide con el máximo de dureza, situado a 570° en gas y a 500°C en vacío. Revenir a temperaturas más altas no produce mayor transformación, disminuyendo en cambio la dureza Vickers (figura 4.19b).

Durezas

Se midió la dureza a todas las muestras tratadas. Se muestran en las figuras 4.19a, 4.19b y 4.19c las curvas de durezas obtenidas para cada medio de temple y atmósfera de sinteriza-

kurbak. Puntu bakoitza laginaren leku desberdinetan egindako bost neurketen batez bestekoa da.

Neurtutako gogortasun handiena 1011 HV₁₀-koa izan zen gasean sinterizatutakoetan eta 937 HV₁₀-koa hutsekoetan. Nahiz eta austenizazio-gogortasuna gasean sinterizatutakoetan beti txikiagoa izan, iraotu ondoren hauexek gogorragoak gertatzen dira, batez ere gogortasun gorenean. Gogortasun goren hau, gainera, iraoketa-tenperatura altuago batetan gertatzen da hutsekoetan baino (4.XI eta 4.XII taulak).

Hortaz, hondar-austenita eta gogortasuna erlaziona daitezke (4.21. ir.). Erlazio lineala gertatzen da, gogortasuna handitzean hondar-austenita gutxiagotu egiten delarik, espresio honen arabera:

$$\gamma_R = 197.7 - 0.22 \text{ HV}_{10} \quad r = 0.97$$

Propietate mekanikoen analisirako tratamendu hauek aukeratu ziren:

- Gasean sint.: austenizazioa-1200°C ; Iraoaketak-500°/535°/550°/575°(maximoa)/600°C
- Hutsean sint.: austenizazioa-1250°C ; Iraoaketak-485°/500°(maximoa)/535/550°C.

Ikusi denez, tenplaketa-inguruneak ez du probeten propietateetan eraginik; horregatik, eta nahiz eta tratamendu termikoen laginetan pitzadurarik ez aurkitu, oliotan tenplatzea erabaki zen, laginen pitzadura eragotzen zelarik.

4.2.2 Px30S altzairua

Kasu honetan hozteak labe-ganbara bezala erabiltzen zen tutua oliotan sartuz egin ziren. Iraoaketaren hozteak tutu hura uretan tenplatuz egin ziren.

Honako austenizazio-tenperatura hauek hartu ziren: 1200° eta 1207°C gasean sinterizatutakoetan eta 1180°, 1200° eta 1220°C hutsekoetan. Austenizazio-tenperatura bakoitzeko 3-5 iraoketa-tenperatura ikertu ziren, 535° eta 600°C-ren artekoak.

4.21. eta 4.22. irudietan gasean eta hutsean sinterizatutako materialen mikroegiturak agertzen dira, tenplatu ondorengokoak eta iraotutakoak.

Tenplaketa ondoren, ez dago eutektikorik eta karburo primario batzuk desagertu dira, MX-ak egonkor mantentzen direlarik. SMn inklusioak ere agertzen dira, eta ez dirudi tratamendu termikoei eraginik izan dutenik hauetan. Hirugarren iraoaketaren ondoren (gogortasun gorenari dagokion mikroegitura erakusten da) ez da geratzen ia hondar-austenitarik, martensita bihurtu bait da, horratz ageriak dituena.

ción. Cada punto es la media aritmética de cinco medidas realizadas en distintos puntos de cada probeta.

El máximo de dureza medido fue de 1011 HV₁₀ en gas y 937 HV₁₀ en vacío. Si bien la dureza de austenización es en todos los casos más baja para las muestras sinterizadas en gas, tras el revenido éstas resultan ser más duras, especialmente en el pico de dureza. Es más, dicho pico ocurre en todos los casos a temperaturas más altas que para las muestras sinterizadas en vacío (tablas 4.XI y 4.XII).

Se puede relacionar, por ello, la austenita retenida con la dureza (figura 4.20). Se obtiene una relación lineal, en que la austenita retenida decrece al aumentar la dureza. La pendiente de esta recta sería:

$$\gamma_R = 197.7 - 0.22 \text{ HV}_{10} \quad r = 0.97$$

Para el análisis de las propiedades mecánicas se eligieron los siguientes tratamientos:

- Sinterización en gas: austenización 1200°C-Revenidos 500°/535°/550°/575°(pico)/600°C
- Sinterización en vacío:austenización 1250°C-Revenidos 485°/500°(pico)/535°/550°C.

Se ha observado que el medio de temple no afecta a las propiedades de las probetas; por ello, se eligió el temple directo en aceite, a fin de evitar el posible agrietamiento de las probetas, que por otra parte no se había encontrado en las probetas de tratamientos térmicos.

4.2.2 Acero Px30S

En este caso, los enfriamientos se realizaron templando en aceite el tubo que se utilizaba como cámara de horno. Los enfriamientos del revenido se hicieron templando dicho tubo en agua.

Se consideraron las siguientes temperaturas de austenización: 1200° y 1207°C para las sinterizadas en gas y 1180°, 1200°, 1220°C para las de vacío. Para cada temperatura de austenización se estudiaron de 3 a 5 temperaturas de revenido en el rango de 535° a 600°C.

En las figuras 4.21 y 4.22 se pueden ver las microestructuras de temple y de pico de dureza de las muestras sinterizadas en gas y en vacío, respectivamente.

Tras el temple, los posibles eutécticos y parte de los carburos primarios han desaparecido, mientras que se mantienen estables los carbonitruros MX. Se siguen presentando las inclusiones de SMn, a las que no parece afectar el tratamiento térmico. Después del tercer revenido (se muestra la estructura correspondiente al pico de dureza) prácticamente no queda austenita retenida, sino que se ha transformado a martensita, de agujas claramente visibles.

Hutseko tenplaketa-gogortasuna 860 bat HV₁₀-koa den bitartean, gasekoek 600 HV₁₀ besterik ez daukate. Bestalde, MC karburoen batez besteko tamaina MX karbonitruoenarenaren oso bestelakoa da, lehenengoa 2.4 μm-koa eta bigarrena 0.96 μm-koa direlarik.

Hirugarren iraoketa ondoren (4.21.b eta 4.22.b ir.) oso ageriak dira martensita-horrratzak, hondar-austenita %3-6 -koa delarik.

Austenizatutakoen ale-tamaina neurtu zen, eta baita tenplatutakoen eta gogortasun gorenaren dutenen hondar-austenita kopuruak. 4.XIII taulan erakusten dira ezaugarri guzti hauek.

4.23. irudian gasean sinterizaturiko eta 1200°C-tan austenizaturiko Px30S altzairu bat tenperatura desberdinetan iratuzuz lortzen diren mikroegiturak erakusten dira. Lehenbizikoa, 4.23. a ir., azpi-iraoketa bati dagokio (T_R=550°C). Austenita gutxi bihurtu da (% 23 γ_R, tenplatu ondoren %60 neurtu zelarik), tenplaketa ondorengo mikroegituraren oso antzeko bat lortzen da. 4.23. b eta c -etan (zeintzuk T_R=585°C-tan gertatzen den gogortasun gorenari eta T_R=600°C-tako gain-iraoketari dagozkien), aldiz, ia austenita guztia bihurtu da, % 7 eta 3 γ_R-ko balioak neurtzen direlarik. Gogortasuna 793 HV₁₀-tik (T_R=535°C) 851 (maximoan, T_R=585°C) eta 823 HV₁₀-tara (T_R=600°C) igotzen da.

Hondar-Austenita

Hondar-austenitari dagokionean, gasean sinterizaturikoetan hartutako Nitrogenoak austenitaren egonkortzaile gertatzen da, hauetan % 60-70 γ_R neurtzen bait da, eta hutsekoetan % 15-20 γ_R (4.XIII taula).

Iraoketa-tenperaturaren eragina ikertu asmoz, gasean sinterizaturiko serie batetan eta hutseko beste batetan neurtu zen austenita-kopurua (4.24. ir.).

Hirugarren iraoketa ondoren hondar-austenita kopurua asko jeisten da tenplaturikoenekin konparatzen dugunean. Kopuru hau jeisten dihoa iraoketa-tenperatura finko batetara iritsi arte, non egonkor bihurtzen da (4.25. ir.); tenperatura hau gogortasun gorenarena bera da, eta gehiago igotzen bada tenperatura ez da austenita gehiago bihurtzen, baina gogortasuna jeitsi egiten da. Hutsean sinterizaturikoetan, kontsideratu zen lehenengo iraoketa-tenperatura ere ezin da azpi-iraoketatzat hartu; lan honetan gogortasun gorenari dagokion tenperatura 535°C edo txikiagoa hartuko da.

Mientras que la dureza de temple de las muestras sinterizadas en vacío es de unos 860 HV₁₀, las sinterizadas en gas apenas muestran unos 600 HV₁₀. Por otra parte, el tamaño medio de los carburos MC difiere claramente del de los carbonitruros MX, siendo el primero de unas 2.4 μm y el segundo, en cambio, de 0.96 μm.

Después del tercer revenido (figuras 4.21b y 4.22b) se aprecian perfectamente las agujas de la martensita, encontrándose que la austenita restante es de un 3 a un 6%.

Se midió el tamaño de grano de las austenizadas, así como la austenita retenida en las templadas y en los picos de dureza. En la tabla 4.XIII se muestran todas estas características microestructurales.

En la figura 4.23 se comparan las microestructuras resultantes de revenir a distintas temperaturas un acero Px30S sinterizado en gas y austenizado a 1200°C. La primera micrografía, figura 4.23a, corresponde a un sub-revenido (T_R=550°C). Se observa que ha transformado poca austenita (23%γ_R, mientras que al temple se midió 60%), resultando una microestructura muy semejante a la de temple. En cambio, en las figuras 4.23b y 4.23c (correspondientes, respectivamente, al pico de dureza que ocurre a T_R=585° y a un sobre-revenido a 600°C), prácticamente toda la austenita se ha transformado, midiéndose unos valores de 7 y 3 %γ_R, respectivamente. La dureza pasa de 793 HV₁₀ para T_R=535° a 851 y 823 HV₁₀, respectivamente, en el pico (T_R=585°) y a T_R=600° C.

Austenita Retenida

En cuanto a la austenita retenida, se ve claramente que en las sinterizadas en gas el nitrógeno absorbido actúa como estabilizador de la austenita, pues muestran un 60-70 % γ_R frente al 15-20 % γ_R de las de vacío (tabla 4.XIII).

A fin de observar lo que ocurría al revenir a distintas temperaturas, se midió la austenita retenida en una serie sinterizada en gas y otra en vacío (figura 4.24).

Se observa que tras el tercer revenido la cantidad de austenita retenida cae respecto a la de las austenizadas. En ambos casos dicha cantidad se estabiliza a partir de una temperatura de revenido determinada, que coincide con el máximo de dureza (figura 4.25), de modo que a partir de dicho punto aumentar la temperatura del tratamiento no tiene ningún efecto sobre la transformación de la austenita. En las muestras sinterizadas en vacío ni la primera temperatura considerada puede suponerse de sub-revenido. Por ello, se considerará que la temperatura correspondiente al pico de dureza es de 535°C o inferior.

Gogortasuna

Tratatutako lagin guztiei neurtu zitzaien gogortasuna. 4.25. irudian erakusten dira sinterizazio-atmosfera bakoitzeko lortutako gogortasun-kurbak. Puntu bakoitza lagin bakoitzaren leku desberdinetan egindako bost neurketen batez bestekoa da.

Nahiz eta gasean sinterizatutako materialean ez den ikusten maximo argirik, hutsean sinterizatutako laginetan baino tenperatura altuagoetan gertatuko litzateke. Kasu honetan lortutako gogortasuna ez zen hain altua izan, 891 HV₁₀-tako hutsekoetan eta, gertatzekotan, 851 HV₁₀-tako gasekoetan.

Austenizazio-tenperaturak tenplaketa-gogortasunean duen eragina irudika daiteke, 4.26. ir. Hutsean sinterizatutakoen kurba gasekoenaren gainetik dihoa; desberdintasun hau gasean sinterizatzean gertatzen den hondar-austenitaren gehiketari dagokio.

Hortaz, hondar-austenita eta gogortasuna erlazioa daitezke (4.27. ir.) eta erlazio honek honako zuzen honen antza du:

$$\gamma_R = 172.4 - 0.18 HV_{10} \quad r = 0.97$$

Propietate mekanikoen analisirako honako tratamendu termiko hauek aukeratu ziren:

- Gasean sint.: austenizazioa-1200°C ; Iraoetak-550°/585°/620°C
- Hutsean sint.: austenizazioa-1200°C ; Iraoetak-535°/550°/570°C.

Durezas

Se midió la dureza a todas las muestras tratadas. Se muestran en la figura 4.25 las curvas de durezas obtenidas para cada atmósfera de sinterización. Cada punto es la media aritmética de cinco medidas realizadas en distintos puntos de cada probeta.

Aunque para el material sinterizado en gas no se observa un claro máximo, se produciría a temperaturas más altas que en las muestras sinterizadas en vacío. La dureza alcanzada en este caso no fue tan alta, 891 en vacío y, de darse, 851 HV₁₀ en gas.

Se puede representar asimismo la variación de la dureza de temple con la Temperatura de austenización, Fig. 4.26, donde se puede observar que efectivamente la curva de las sinterizadas en vacío va por encima de las sinterizadas en gas. Esta diferencia se corresponde con el aumento de austenita retenida al sinterizar en gas.

Se puede relacionar, por ello, la austenita retenida con la dureza (figura 4.27), y asimilar esta relación a una recta de ecuación

$$\gamma_R = 172.4 - 0.18 \text{ HV}_{10} \quad r = 0.97$$

Para el análisis de las propiedades mecánicas se eligieron los siguientes tratamientos:

Sinterización en gas: austenización 1200°C-Revenidos 550°/585°/620°C

Sinterización en vacío:austenización 1200°C-Revenidos 535°/550°/570°C.

4.3 Sahiakuntza Mekanikoak

4.3.1 Barker zailtasun-sahiakuntza probeta zilindriko motzetan

27 g-tako laginak trinkotu ziren, zeintzuk sinterizatu ondoren 20 x 16 ϕ mm-koak gertatu ziren. Lagin hauek suberatu egin ziren 900°C-tan (teknika esperimentalen atalean deskribatzen den bezala) bigundu eta mekanizatze prest utzi asmoz. Lehenbizik eta behin, 18 x 20 ϕ mm-ko zilindrotara mekanizatu ziren, eta dentsitate geometrikoa neurtu zitzairen hozka mekanizatu baino lehen; dentsitate hau teorikoaren % 99-a baino handiagoa gertatu zen beti. Gero, tratamendu termikoak (austenizazio eta tenplaketa eta iraketa hirukoitza) eragin zitzaizkien. Austenizazioa honela egin zen: laginak 1200°C-tara berotu ziren (hutsean sinterizatutako Px30-arentzat ezik, zein 1250°C-tan austenizatu zen) eta tenperatura honetan mantendu 3 minutuz. Iraoetak, bestalde, hirukoitzak izan ziren, bakoitza 60 min.-koa izanik; erabilitako tenperaturak 4.XIV taulan erakusten dira.

Hozketak, bai tenplaketarena bai iraketarena, desberdinak izan ziren konposaketa bakoitzarentzako, esan denez: Px30S-a labe-ganbara osoa (probetak barruan zituela) hozte-bainuan sartuz hoztu zen bitartean (hozte-bainu hau olioia zelarik tenplaketan eta ura iraketa bakoitzaren ondoren), Px30-a zuzenean hoztu zen, oliotan austenizatu ondoren eta airetan iraketa bakoitzaren ondoren.

Aldamenetako ebaketak, azkenik, teknika esperimentalen atalean esaten den bezala egin ziren, probetak termikoki tratatuak zirelarik.

Px30S-probetak Instron makina unibertsal batetan saiatu ziren, datuak X-Y errejistragailu batetaz jasotzen zirelarik; 4.28. irudian agertzen da karga/hozka-eraginean irekidura errejistro bat. Px30-laginen saiakuntzak Instron 4505 makina batetan egin ziren, datuak PC-ren bitartez jasotzen zirelarik. Kasu bietan buruaren desplazamendu-abiadura 0.05 mm/min.-zkoa izan zen.

Neurketaren zehaztasuna askozaz handiagoa izan zen datuak PC-ren bidez hartu zirenean. Hobekuntza hau ongi nabaritu zen honetan: p , plastizidatea kuantifikatzen duen parametroaren kalkuluan. Teknika esperimentalen atalean ikusi zen bezala, parametro hau hozkaren muturren irekiduraren arabera kalkulatu da:

$$p = \frac{\Delta X_0}{\Delta X} \quad (2.12)$$

ΔX_0 eta ΔX 4.29. irudian erakusten direlarik. Datuen jasoera irudiaren bitartez egindako saiakuntzetan 3 bakarrik eman zuten hutsa ez zen ΔX_0 -ren, eta hortaz, p -ren baliorik (3-ak gasean sinterizaturiko Px30S-probetenak, baina tratamendu termiko desberdinak eraginda); PC-ren bitartez lortutako datuekin, aldiz, ia beti gertatu zen $p \neq 0, 4$ laginetan ezik.

4.3 Ensayos Mecánicos

4.3.1 Ensayos Barker de tenacidad en probetas cilíndricas cortas

Se compactaron muestras de 27 g de peso que tras el sinterizado resultaron de dimensiones 20 x 16 ϕ mm, las cuales se recoció a 900°C para ablandarlas -según se describe en el capítulo de técnicas experimentales- y dejarlas en condiciones adecuadas para su mecanizado a cilindros de 18 x 12 ϕ mm. Se midió la densidad antes de mecanizar la entalla sobre dichos cilindros, resultando que era siempre superior al 99% de la teórica. A continuación, se trataron térmicamente (austenización y temple y revenido triple); la austenización se realizó calentando las muestras a 1200°C (excepto el Px30 sinterizado en vacío, que se austenizó a 1250°) y manteniéndolas a esta temperatura durante 3 minutos. En cuanto a los revenidos, fueron triples y la duración de cada uno de 60 min.; las temperaturas se indican en la tabla 4.XIV.

Los enfriamientos, tanto para el temple como para el revenido, se realizaron, como ya se ha indicado, de diferente forma para cada composición: mientras que el Px30S se enfrió colocando toda la cámara del horno en el baño -de aceite tras la austenización y de agua tras cada uno de los revenidos- el Px30 se templó directamente, en aceite tras la austenización y en aire tras el revenido.

Los cortes laterales, por último, se realizaron en la forma indicada en las técnicas experimentales y sobre las probetas ya tratadas.

Las probetas de Px30S se ensayaron en una máquina universal Instron con toma de datos en un registrador X-Y; en la figura 4.28 se muestra un registro típico carga-apertura de los labios de la entalla. Los ensayos de muestras de Px30 se realizaron en una máquina Instron 4505, con adquisición de datos mediante PC. En ambos casos, la velocidad de desplazamiento del cabezal fue de 0.05 mm/min.

La precisión de la medida fue mucho mayor en el caso de toma de datos mediante PC. El principal aspecto en que se notó esta mejora fue en el cálculo de p , parámetro que cuantifica la plasticidad. Como se vió en el capítulo de las técnicas experimentales, este parámetro se calcula en función de la apertura de los labios de la entalla,

$$p = \frac{\Delta X_0}{\Delta X} \quad (2.12)$$

donde ΔX_0 y ΔX se muestran en la figura 4.29. Mientras que de todos los ensayos realizados con adquisición gráfica de datos sólo 3 arrojaron un valor de ΔX_0 y, por ende, de p , distinto de cero (los 3 de muestras de Px30S sinterizadas en gas, pero con distintos tratamientos térmicos), en el caso de toma de datos por PC casi siempre resultó $p \neq 0$ (excepto para 4 muestras).

Aipatutako kurbak erabiliz tentsioen intentsitate-faktorea kalkulatu zen:

$$K_{Ic} = \frac{A L}{B^{3/2}} \left(\frac{1+p}{1-p} \right)^{1/2} \quad (2.15)$$

bilduma bibliografikoaren atalean deskribatu zenez. Espresio honetan, A probetaren dimentsio geometrikoen menpeko konstante bat da, gure kasuan, $A = 22.0$; B probetaren diametroa da; L, pitzadurak bere tamaina kritikoa lortzen dueneko karga, zein bi deskargazikloen puntu erdiari, $\Delta X/2$, dagokiona hartzen da; p aipatutako plastizidade-parametroa da.

Saiakuntza ondoren, probetaren erdi bat haustura-gainazalaren elkartzut moztu zen eta gogortasuna eta hondar-austenita kopurua neurtzeko leundu. Beste erdia Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoan behatzeko gorde zen.

4.XIV taulan erakusten dira saiakuntza hauen emaitzak; tratamendu termikoen tenperaturak, gogortasuna, hondar-austenita kopurua, zailtasuna (K_{Ic}). Balio bakoitza tratamendu bakoitzeko lortutakoen batez bestekoa da: 3 lagin puntu bakoitzeko Px30S-an eta bi Px30-ean.

Taula honetan zerau ikusten da: hondar-austenita kopurua handiagoa dela gasean sinterizatutako probetetan, nahiz eta iraoketa tenperatura bera erabili; honek Nitrogenoak austenita egonkorra bihurtzen duen eragina erakusten du.

4.30. irudian neurtutako gogortasun/hondar-austenita kopuru balio-bikote guztiak agertzen dira, ez batez bestekoak, 4.XIV taulan bezala.

Gasean sinterizatutako Px30S-a termikoki tratatzean lortutako gogortasun handiena 790 HV₁₀-koa da bakarrik ($T_R=620^\circ\text{C}$); gogortasun honi % 82-ko austenita-transformazioa dagokio. Material bera hutsean sinterizaturik, berriz, erabili zen iraoketa-tenperatura apalenean dagoeneko % 5-a γ_R bakarrik dauka, eta hortaz ez dago azpi-iraotuta.

Hutsean sinterizaturiko Px30-aren kasuan austenita martensita bihurkuntza ia totala izan den bitartean, austenita-kopuruaren puntu guztiak % 0 eta 9-en bitartean daudalarik, gasean sinterizaturikoetan iraoketa-tenperatura apaletan hondar-austenita asko aurkezten dute (%44-a 500°C-tan iraotutako Px30-ean).

Tratamendu termikoak ikertzean ikusi zenez, iraoketa-tenperatura igotzean altzairuak daukan hondar-austenita kopurua jeitsi egiten da, gogortasun gorenaren tenperaturara iritsi arte, non balio egonkorra lortzen den. Hortaz gogortasunaren austenita-kopuruarekiko erlazio bat izan behar du: hura igo egingo da hau gutxiagotzean, gogortasun gorenera iritsi arte, non austenita-kopurua ez den aldatuko baina gogortasuna jeitsi egingo da (gain-iraoketa).

A partir de dichas curvas se calculó el factor de intensidad de tensiones mediante la ecuación

$$K_{Ic} = \frac{A L}{B^{3/2}} \left(\frac{1+p}{1-p} \right)^{1/2} \quad (2.15)$$

descrita en el capítulo de revisión bibliográfica. En esta expresión, A es una constante dependiente de las dimensiones geométricas, en el presente caso, $A = 22.0$; B es el diámetro de la probeta; L, la carga a la cual la grieta alcanza su tamaño crítico, calculada como la correspondiente al punto medio entre los dos ciclos de descarga, $\Delta X/2$; p es el ya citado parámetro de plasticidad.

Tras el ensayo, una de las mitades se cortó perpendicularmente a la superficie de fractura y se pulió para medida de dureza y de cantidad de austenita retenida. La otra mitad se reservó para la observación de la superficie de fractura en el Microscopio Electrónico de Barrido.

En la tabla 4.XIV se muestran los resultados de estos ensayos: temperaturas de los tratamientos térmicos, dureza, cantidad de austenita retenida, tenacidad (K_{Ic}). Cada valor representa la media de los obtenidos para cada tratamiento térmico: tres muestras por cada punto para el Px30S y dos para el Px30.

En esta tabla se puede observar que los valores de austenita retenida son mayores en las muestras sinterizadas en gas, aún para la misma temperatura de revenido, lo cual indica la influencia del nitrógeno como estabilizador de la austenita.

En la figura 4.30 se muestran en una gráfica todos los pares de valores dureza/cantidad de austenita retenida medidos (no las medias como en la Tabla 4.XIV).

Se observa que al tratar térmicamente el Px30S sinterizado en gas no se llega a sobrepasar el pico de dureza, siendo la máxima alcanzada de 790 HV₁₀ al revenir a 620°C, que corresponde a una transformación del 82% de la austenita. El mismo material sinterizado en vacío, en cambio, ya a la mínima temperatura de revenido utilizada muestra tan sólo un 5% γ_R , lo que indica que el material no está sub-revenido.

Mientras que para el Px30 en el caso de las muestras sinterizadas en vacío la transformación de la austenita en martensita ha sido casi total, encontrándose todos los puntos dentro de un estrecho rango de cantidad de austenita (0-9%), las sinterizadas en gas presentan a las temperaturas de revenido más bajas una gran cantidad de austenita retenida -hasta un 44% para el Px30 revenido a 500°C.

Como se vió al estudiar los tratamientos térmicos, al aumentar la temperatura de revenido disminuye la cantidad de austenita retenida presente en el acero hasta llegar a la temperatura de pico de dureza, en que se alcanza un valor estable. Ello implica la existencia de una variación de la dureza con la cantidad de austenita, aumentando aquélla al decrecer

Hondar-austenita kopuru txikiko gasean sinterizaturiko laginetan, Px30-aren gogortasuna Px30S-arena baino handiagoa da.

Lagin gain-iraotuen kasuan bi materialen gogortasun-austenita puntu esperimentalak bertikal baten gainean gertatzen dira, hondar-austenitaren kopuruaren aldaketa txikia eta martensitaren bigunketa dela eta.

Px30-aren zailtasunaren iraoketa-tenperaturarekiko aldakuntzari dagokionean (4.31. irudia), kasu guztietan hura beheren bat arte jeisten da, zein gorenean iraotzean lortzen den, eta berriro hazten da lagina gain-iraotua denean. K_{Ic} gorena gasean sinterizaturiko eta 500°C -tan iraotutako Px30-ari dagokio, eta $23 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, material bera gogortasun gorenean duen zailtasuna, aldiz, $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -koa bakarrik da. Hutsean sinterizatutako probetetan, lortutako zailtasuna txikiagoa da, azpi-iraoketa ere txikiagoa izan bait zen (15° gasekoen 75°C -en aldean). Honez gain, zailtasunaren beherena ere ez da horren sakona (gogortasuna gutxiago aldatzen bait da), dispersioa handiagoa delarik.

Iraoketa-tenperaturaren zailtasunarekiko eragin honek zerau esan nahi du: zailtasuna gogortasunaren eta hondar-austenita kopuruaren menpe dagoela. 4.32. irudian zerau ikus daiteke: zailtasuna 23-tik $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -tara jeisten dela gogortasuna 700-tik 100 HV_{10} -tara igotzen denean. Agertzen den beste gauza bat zera da, Px30-aren zailtasuna Px30S-arena baino handiagoa dela gogortasun-balio berdinentzat, eta altzairu bientzat zailtasunak gogortasunarekiko duen menpekotasuna zuzen hauei hurbil dakieke:

$$K_{Ic} = 48.0 - 0.040 * \text{HV}_{10}$$

Px30S-arentzat, eta

$$K_{Ic} = 57.0 - 0.047 * \text{HV}_{10}$$

Px30-arentzat.

Gogortasuna eta hondar-austenita kopuruaren arteko erlazioa dela eta, badago pentsatzerik zailtasuna austenita-kopuruarekin igotzen dela. 4.33. irudian zailtasuna versus hondar-austenita irudikatzen da eta bertan hiru zati bereiz daitezke: lehenengoa, lagin gain-iraotuentzat, eta beraz, austenita-kopuru txikia dutenentzat, ez dirudi zailtasuna austenita-kopuruaren menpe dagoenik (austenita-kopurua konstantea mantenduz gogortasuna aldatu egiten da, eta hortaz, zailtasuna ere bai, 18 eta $11 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -en artean); austenita-kopurua % 5 eta % 30-en artean dagoenean, zailtasuna 13-tatik $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -tara igotzen da hondar-austenita kopuruarekin linealki:

$$K_{Ic} = 11.7 + 0.28 * \% \gamma_R$$

eta austenita-kopuru handiagoentzat, zailtasuna saturaziora iristen da (21 bat $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

ésta, hasta llegar al máximo de dureza, en que la cantidad de austenita no variaría mientras que la dureza iría disminuyendo (sobre-revenido).

Para las muestras sinterizadas en gas y con bajos contenidos en austenita retenida, la dureza para el Px30 es mayor que la correspondiente al Px30S.

En el caso de muestras sobre-revenidas de ambos materiales, los puntos experimentales dureza-austenita resultan estar sobre una vertical, debido al pequeño rango de variación de la cantidad de austenita retenida y el ablandamiento de la martensita.

En la variación de la tenacidad del Px30 con la temperatura de revenido (figura 4.31), se observa que en todos los casos aquélla tiende a disminuir hasta un mínimo que se alcanza al revenir en el pico y vuelve a subir cuando la muestra es sobre-revenida. El máximo de K_{Ic} corresponde al Px30 sinterizado en gas y sub-revenido a 500°C, y es de 23 MPa \sqrt{m} , mientras que la tenacidad para el mismo material en el pico de dureza es de 10 MPa \sqrt{m} . En el caso de las probetas sinterizadas en vacío la tenacidad alcanzada es menor, debido a que también es menos severo el sub-revenido aplicado (15° en lugar de los 75° de gas). Asimismo, el mínimo de tenacidad es menos pronunciado (al variar menos la dureza), obteniéndose una dispersión de valores más importante.

Esta variación de la tenacidad con la temperatura de revenido indica una dependencia de la misma con la dureza y también con la cantidad de austenita retenida. La figura 4.32 muestra que la tenacidad a la fractura tiende a disminuir con la dureza desde 23 a 10 MPa \sqrt{m} al aumentar esta última desde 700 hasta 1000 HV₁₀. Se observa también que la tenacidad del acero Px30 tiende a ser superior a la del Px30S para los mismos valores de dureza y para ambos aceros la tenacidad frente a la dureza se puede ajustar a líneas de ecuación:

$$K_{Ic} = 48.0 - 0.040 * HV_{10}$$

para el Px30S, y

$$K_{Ic} = 57.0 - 0.047 * HV_{10}$$

para el Px30, respectivamente.

Debido a la correlación inversa entre la dureza y la cantidad de austenita retenida, cabe esperar que la tenacidad sea función creciente de la cantidad de austenita. En la figura 4.33 se representa la tenacidad a la fractura frente a la cantidad de austenita residual y en la misma se pueden distinguir tres zonas: en primer lugar, para muestras sobre-revenidas y, por ende, de bajos contenidos en austenita, destaca una no dependencia de la tenacidad con la austenita (para austenita constante la dureza varía y, por tanto, la tenacidad varía también entre 18 y 11 MPa \sqrt{m}); para valores de austenita de entre 5 y 30%, la tenacidad aumenta de 13 a 20 MPa \sqrt{m} linealmente con la cantidad de austenita retenida según una relación

Haustura-gainazalak

Haustura-gainazalen behaketa zerau erakutsi zuen: nahiz eta guztiek haustura konplexua izan (quasi-cleavage) badago sinterizazio-atmosfera eta austenita-kopuruaren arabera desberdintasunik aurkitzerik.

4.34.a irudian ikusten den haustura aldiz, hutsean sinterizatutako eta 550°C-tan iratutako Px30S-probeta bati dagokio, zeini % 2 γ_R eta 850 HV₁₀ gogortasuna neurtu zitzaion. Px30-aren kasuan bezala, MC karburo hautsiak ikus daitezke, baina kasu honetan MnS inklusio hautsiak edo jorratuak ere ikus daitezke, gaseko kasuan bezala bereiz daitezkeenak. Dena den, haustura zeharo hauskorra da, esfoliazio asko duelarik.

4.3.2 Lau puntutako makurdura-saiakuntzak

Atmosfera industrialean eta hutsean sinterizatutako Px30S- eta Px30-barrak saiatu ziren; sinterizatu ondoren zituzten dimentsioak hauexek ziren 8 x 8.3 x 55.9 mm; mekanizatuak izan baino lehen 900°C-tan suberatu ziren bigundu asmoz, teknika esperimentalen atalean esaten den bezala. Tratamendu termikoek eragin ziezazkieketeen distortsioei itzuri asmoz, lehenengo mekanizazio honetan probetak gain-dimentsionatuak utzi ziren, 1 mm dimentsio bakoitzean. Gero tratamendu termikoa eragin zitzaion: 3 min.-zko austenizazioa 1200°C-tan (1250°C hutsean sinterizatutako Px30-ei) eta tenplaketa oliotan, zuzena Px30-ekoentzat eta labe-ganbararen barruan Px30S-koentzat. Iraoketa hirukoitza izan zen, ordu betekoa bakoitza, 4.XV eta 4.XVI tauletan ematen diren tenperaturetan. Iraoketa-tenperaturatik hozketa probetak zuzenean airetara atereaz (Px30) edo labe-ganbara uretan tenplatuz (Px30S) egin zen.

Behin tratatu ondoren, laginak bukaerako dimentsiotara rectifikatu ziren, zeintzuk 5 x 6 x 50 mm-zkoa edo 4 x 5 x 50 mm-zkoa ziren. Azkenik, trakzioan izango zen gainazala leundu zen (6 x 50 edo 5 x 50-eko bat), 0.05 μm -ko aluminara iritsi arte.

Dentsitate geometriko, gogortasun eta hondar-austenita kopuru-neurketak probeta leunduetan egin ziren. Hondar-austenita kopurua trakzio-gainazalean neurtu zen, saiakuntza baino lehen eta, plastizidaderik agertu zutenetan, haren ondoren berriro, saiatzean martensita bihurtu al zen ikertu asmoz.

Saiakuntzak arrabolen arteko distantzi (edo "span") hauek mantenduz egin ziren: 20 mm barrukoen artean eta 40 mm kanpokoen artean; buruaren desplazamendu-abiadura 1 mm/min.-zkoa izan zen. Px30S-probetak Instron 1342 makina batetan saiatu ziren desplazamendua eta karga X-t/Y-t errejistragailu batetan jasotzen zirelarik. Px30-laginen saiakuntzak, aldiz, Instron 4505 batetan egin ziren, datu berak PC baten bitartez jasoz. Azken makina honek haustura-momentuko karga- eta deformazio-balioak ematen zituen funtzio bat zuen. Funtzio hau erabiltzerik ez zegoen kasuetan, paramentro hauek irudiatik jaso ziren. Isurpen-karga eta -deformazioa irudiatik jaso ziren beti, kargaren kurba linealtasunatik aldentzen zen puntua kontuan izanik.

$$K_{Ic} = 11.7 + 0.28 * \% \gamma_R$$

y para más altos contenidos en austenita, la tenacidad alcanza su saturación (sobre los 21 MPa \sqrt{m}).

Fractografía

La observación de las superficies de fractura mostró que, aunque todas ellas presentan un modo mixto de fractura -quasi-cleavage- es posible encontrar algunas diferencias en función de la atmósfera de sinterización y del contenido en austenita.

En la figura 4.34a se ve la superficie de fractura de una probeta de Px30 sinterizada en gas y revenida a 500°, con un contenido en austenita del 44%; se observa que la fractura es dúctil, encontrándose pocas zonas de "cleavage" o carburos fracturados. La superficie, además, presenta un cierto relieve, aunque no muy pronunciado, en forma de valles y colinas.

Si se compara la anterior muestra con una revenida a 600° (891 HV₁₀, 2% γ_R) -Fig. 4.34b-, ésta presenta una superficie totalmente plana. Ya no se observan zonas dúctiles y sí mucho más "cleavage" e incluso carburos fracturados.

En cuanto a las muestras sinterizadas en vacío, debido a que ninguna de las muestras presenta una cantidad apreciable de austenita retenida, no se observa influencia alguna de dicho contenido de austenita. Sin embargo, sí es posible comparar estas fracturas con las de las probetas sinterizadas en gas. La figura 4.35 muestra una fractografía de una probeta Barker de Px30 sinterizada en vacío y revenida hasta alcanzar un 1 % de austenita retenida y 901 HV₁₀. Se observa una fractura totalmente frágil, con rotura de carburos. Frente a las muestras sinterizadas en gas, se puede decir que la sustitución de los pequeños carbonitruros MX por los carburos masivos MC resulta especialmente llamativa cuando se observa que en lugar de los huecos debidos a la descohesión encontrados en aquéllas aparece una mayor cantidad de superficies rotas de carburos.

En la Fig. 4.36a se muestra la superficie de fractura de una probeta de Px30S sinterizada en gas y revenida a 620°C que mostró una dureza de 778 HV y 21% de austenita retenida. Se observan los pequeños carbonitruros MX, así como carburos M₆C, algunos de ellos rotos o agrietados. Además de los carburos, destacan las inclusiones de SMn, que en muchos casos se han desgarrado, dejando un pequeño hueco con restos de inclusión aún en su superficie.

La fractura de la Fig. 4.36b, en cambio, corresponde a una probeta de Px30S sinterizada en vacío y revenida a 550°C, con un 2% γ_R y 850 HV de dureza. Al igual que en el Px30, en ella se pueden encontrar carburos masivos MC rotos, pero en este caso se observan también inclusiones rotas o desgarradas de SMn, reconocibles de la misma

forma que en las probetas sinterizadas en gas. En todo caso, y como era de esperar, la fractura es totalmente frágil, con grandes zonas de "cleavage".

4.3.2 Ensayos de flexión en cuatro puntos

Se ensayaron barras de Px30S y Px30 sinterizadas en atmósfera industrial y en vacío de dimensiones tras el sinterizado 8 x 8.3 x 55.9 mm, que se sometieron, según se ha indicado en el capítulo de técnicas experimentales, a un tratamiento de recocido de ablandamiento a 900°C antes de ser mecanizadas. A fin de prevenir las distorsiones provenientes del tratamiento térmico, en este primer mecanizado se dejaron las probetas con un cierto sobredimensionamiento (1 mm en cada dimensión). Posteriormente, se aplicó a cada una de ellas el tratamiento térmico deseado: 3 min. de austenización a 1200°C (1250°C las Px30 sinterizadas en vacío) y temple en aceite, directo las de Px30 y dentro de la cámara del horno las de Px30S. El revenido fue triple, de una hora cada uno, a las temperaturas indicadas en las tablas 4.XV y 4.XVI. El enfriamiento desde la temperatura de revenido se realizó bien sacando las probetas directamente al aire (Px30) o bien templando en agua la cámara del horno.

Una vez tratadas, las muestras se rectificaron a las dimensiones finales de 5 x 6 x 50 mm o bien de 4 x 5 x 50 mm. Finalmente, se procedió al pulido a espejo de la cara que había de ser sometida a tracción (una de las de 6 x 50 ó 5 x 50 mm, respectivamente), llegando hasta alúmina de 0.05 μm .

Las medidas de densidad (geométrica), dureza y cantidad de austenita retenida se efectuaron sobre las probetas ya pulidas. La cantidad de austenita retenida se midió sobre la superficie a tracción antes y, en las que presentaron plasticidad, también después del ensayo, a fin de comprobar si había habido transformación a martensita durante éste.

Los ensayos se realizaron manteniendo en todos los casos una separación entre rodillos de 20 mm la interior y 40 mm la exterior, con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 1 mm/min. Las probetas de Px30S se ensayaron en una máquina Instron 1342, reflejando la deformación y la carga en un registrador X-t/Y-t. Los ensayos de muestras de Px30 se hicieron, en cambio, en una Instron 4505, con toma de datos por medio de un PC. Esta última máquina tenía una función que permitía obtener los valores de carga y deformación en el momento de la fractura. En los casos en que no fue posible utilizar esta función, dichos parámetros se obtuvieron de la gráfica. La carga y deformación de fluencia se tomaron observando sobre la gráfica el punto en que la curva que reflejaba la carga se alejaba de la linealidad.

La medida de la deflexión se corrigió teniendo en cuenta la deformación elástica de la máquina, para lo cual se realizó un ensayo cargando hasta 2000 Kg una muestra de CW. La deflexión resultante para cada valor de carga se restó a la medida en los ensayos de probetas de aceros rápidos.

Deflexioaren neurketa makinaren deformazio elastikoa kontutan izanik zuzendu zen; horretarako, CW lagin bati eragin zitzaion saiakuntza, 2000 Kg-tara kargatuz. Honela lortutako deflexioa altzairu lasterren saiakuntzetan lortutakoei kendu zitzairen (karga bakoitzari zegokiona).

Px30-aren kasuan ez zen ikertu sinterizazio-atmosferaren eragina bakarrik, baita hutsuneko kopuruaren murrizketarena ere. Murrizketa hau lortzeko sinterizatu eta gero Berotako Trinkotze Isostatiko ziklo bat eragin zitzairen probeta batzuei; ziklo honetan 150 MPa-eko presioa eta 1200°C-tako tenperatura ordu betez eragin ziren. Tratamendu termikoak probeta-mota biei berdin eragin zitzairen, eta 4.XVI taulan agertzen diren tenperaturetako austenizazioa eta oliotan tenplaketa zuzenean datzate.

4.XV eta 4.XVI tauletan ematen dira tratamendu termikoen tenperaturak eta lortutako gogortasuna eta saiakuntza baino lehen eta honen ondoren neurtutako hondar-austenita kopuruak. Balio hauek arrakastaz saiaturako probetetan neurtutakoen batez bestekoak dira; Px30-eko probeta onargarrien kopurua bikoa da puntu bakoitzeko, Px30S-zkoenak, berriz, 4.XV taulan agertzen dira.

Gasean sinterizatutako probeten gogortasun handiena, 795 HV₁₀, tratamendu termikoen ikerketan lortutakoak baino txikiagoa da, hau 851 HV₁₀-koa izan bait zen; datu hau kasu honetan gertatutako austenita-transformazio txikiarekin bat dator.

Hutsean sinterizatutako laginei dagokienean, 535°C-tan dagoeneko ia austenita guztia bihurtu da martensita (% 3 γ_R , gutxi gora behera), gogortasuna 875 HV₁₀-koa delarik.

Hutsean sinterizatutako eta ondoren HIP-zikloa jasandako Px30-probetak ere saiatu ziren, baina 485°C-tako iraoketa jasan zutenen emaitzak ez dira agertzen ez tauletan ez eta irudietan: saiakuntzak ez ziren onargarriak gertatu tresneria saiakuntzaren zehar mugitu egin zelako.

Gasean sinterizatutako Px30-probetetan gogortasun gorena 575°C-tan lortzen da, tratamendu termikoen ikerketan gertatzen zen bezala, nahiz eta lortutako gogortasuna txikiagoa izan (963 eta 965 HV₁₀ HIP bariko eta dueneko kasuetan, eta 999 HV₁₀ tratamendu termikoak ikertzean).

Hutsean sinterizatutako tratamendu termikoak ikertzean gogortasun handiena 500°C-tan lortu zen, 485°C-tan, aldiz, iraotutako makurdura-probetek austenita-transformazioa ia osoa aurkezten dute; Berotako Trinkotze Isostatiko-zikloa jasan dutenek, ordea, gogortasun goren hori 535°C-tan iraotzean aurkezten dute. Kasu bietan, balio gorena ere txikiagoa gertatzen da, 923 eta 898 HV₁₀ tratamenduak ikertzean 937 HV₁₀ lortu ziren bitartean. Hala ere, tratamendu termikoak baldintza berdinetan egin ziren, iraoketak tenperatura bereari zegokion makurdura-probeta guztiak batera sartuz egin bait ziren, alegia.

Young-modulua

Young-modulua ekuazio honen bitartez kalkulatu zen:

$$E = \frac{L A [3(A+C)^2 - A^2]}{BW^3z} \quad (2.19)$$

dagoeneko esana denez. Kasu honetan, $A = C = 10$ mm (3.4. ir.), B eta W , probetaren dimentsioak, zeintzuk haustura gertatu ondoren neurtu ziren, eta L eta z , isurpen-karga eta -deflexioa (edo hausturakoa, hau hauskorra gertatu zenean), azkena montaiaren deformazio elastikoaz zuzendu zelarik.

4.37. a eta b irudietan Instron 1342 makinan egindako saiakuntzen bi karga-deflexio errejistro erakusten dira. Irudi bakoitzean lerro batek ezarritako karga ematen du, bestek, deformazioa, biak denboraren arabera.

4.37. a irudiari dagokion probetak ez zuen plastizidaderik izan: karga-lerroa lineala dela ikus daiteke; 4.37. b irudian, aldiz, lerro baten maldak (ezarritako kargarena) plastizidatea izan dela eta aldaketa bat aurkezten du. Aldaketa hau gertatzen den puntua da isurpen-kargatzat hartzen dena, L_y .

4.38. irudian Young-modulua versus hondar-austenita kopurua irudikatzen da. Bai irudi honetan eta baita aurkezten diren guztietan ere, balio guztiak irudikatu dira, ez bakarrik batez bestekoak. Ikus daiteke, dispersio handia bada ere, hondar-austenita kopurua gehitzean modulua txikiagoa egiten dela, 235 bat GPa-etatik 210 bat GPa-etara, % 30 hondar-austenita lortzen denean egonkor bihurtzen delarik modulua. Eta guzti hau sinterizazio-atmosferaren edota materialaren eraginik ikusten ez delarik. Bestalde, Px30S-probetak Px30-arenak baino modulu handiagoa daukate hondar-austenita kopuru batentzako.

Px30-ari dagokionean, gasean sinterizatutako probetetan ez bada HIP-zikloaren eraginik ikusten, hutsekoetan, aldiz, ziklo hura jasan duten laginek modulu handiagoa aurkezten dute. Kalkulatu diren baliorik handienak gasean sinterizatutako laginetan izan dira. Txikienak, berriz, austenita-kopuru batentzako, hutsean sinterizatutako eta HIP-ziklorik jasan ez duten probetetan gertatzen dira.

Young-modulu versus gogortasunaren irudian (4.39. ir.) ez da agertzen desberdintasunik gasean eta hutsean sinterizatutako probeten artean. Irudi honetan bi zati bereiz daitezke. Lehenengoan, 750 HV₁₀ baino gogortasun txikiagoentzako, moduluaren aldaketa txikia gertatzen da, 204 GPa-eko balioa mantentzen duelarik. Gogortasun handiagoentzat puntuak zuzen honi hurbil dakizkio:

$$E = 124.5 + 0.11 * HV_{10}$$

En el caso del Px30 se estudió no sólo el efecto de la atmósfera de sinterización, sino el de la reducción de porosidad residual por aplicación de un ciclo de compactación isostática en caliente tras la sinterización. Durante dicho ciclo se aplicaron 150 MPa a una temperatura de 1200°C durante una hora. Los tratamientos térmicos se aplicaron por igual a ambos tipos de muestras, y consistieron en austenización a las temperaturas expresadas en la tabla 4.XVI seguida de temple directo en aceite.

Las tablas 4.XV y 4.XVI muestran las temperaturas de tratamientos térmicos junto con la cantidad de austenita residual y la dureza obtenidas, así como la cantidad de austenita presente después del ensayo. Estos valores han sido calculados como media de los medidos en las probetas ensayadas con éxito (2 probetas por cada punto para el Px30 y la cantidad indicada en la tabla 4.XV para el Px30S).

Se observa que el máximo de dureza alcanzado en las muestras sinterizadas en gas, 795 HV₁₀, resulta bajo en comparación con el obtenido al estudiar los tratamientos térmicos, que fue de 851 HV₁₀, lo cual es concordante con la escasa transformación de la austenita ocurrida en este caso.

En cuanto a las muestras sinterizadas en vacío, a 535°C se ha transformado ya casi toda la austenita (3% γ_R de promedio), llegando a una dureza de 875 HV₁₀.

También se ensayaron probetas de Px30 sinterizado en vacío y con posterior ciclo de HIP templadas y revenidas a 485°C, pero los ensayos no resultaron válidos por haberse movido la herramienta durante el mismo.

En las muestras de Px30 sinterizado en gas se obtiene el máximo de dureza a 575°C, como ya se encontró al estudiar los tratamientos térmicos, si bien la dureza máxima alcanzada es menor (963 y 965, respectivamente sin y con HIP, frente a 999 HV₁₀).

Al estudiar los tratamientos térmicos de las muestras sinterizadas en vacío se obtuvo el máximo de dureza a 500°C, sin embargo, las probetas de flexión revenidas a 485°C ya presentan una transformación de la austenita casi total; las que además se sometieron a un ciclo de Compactación Isostática en Caliente, en cambio, manifiestan la mayor dureza a 535°C. En ambos casos, el valor máximo también resulta ser menor, 923 y 898 HV₁₀ frente a los 937 conseguidos en el estudio de los tratamientos térmicos. Sin embargo, los tratamientos fueron realizados en las mismas condiciones, pues los revenidos se hicieron metiendo juntas todas las probetas de flexión correspondientes a cada temperatura.

Gogortasun altuetan, Px30S-probetek Px30-arenek baino modulu txikiagoa aurkezten dute; azken hauei dagokienean, hutsean sinterizatutako eta HIP-ziklorik jasan ez dutenen laginek bakarrik ematen dute $E < 220$ GPa; HIP jasan dutenak, aldiz, gasean sinterizatutakoengandik bereizgaitzak gertatzen dira, azken hauek HIP-zikloa jasan ala ez.

Haustura-erresistentzia

Haustura-erresistentzia era desberdinetan kalkulatu zen, laginen plastizidadearen menpe.

Haustura hauskorra izan zenean, (3.10) espresioaren bidez kalkulatu zen:

$$\sigma_f = \frac{3 L_f A}{B W^2} \quad (3.10)$$

baina plastizidaderik zegoenean isurpen-tentsio eta -deformazioa hartu behar izan ziren kontutan,

$$\sigma_f = \sigma_y + H(\varepsilon_f - \varepsilon_y) \quad (2.31)$$

non isurpen-tentsioa, σ_y , kalkulatzeko

$$\sigma_y = \frac{3 L_y A}{B W^2} \quad (2.28)$$

H-, ε_f - eta ε_y -ren lorpenari dagokionean, (2.29) eta (3.9) espresioak erabili ziren, teknika esperimentalen atalean esaten den bezala.

Haustura-erresistentzia versus hondar-austenita kopurua irudikatuz (4.40. ir.), oso dispertsio handia ikusten da, batez ere hutsean sinterizatutako laginetan.

4.41. irudian haustura-erresistentzia gogortasunarekiko irudikatzen da. Ez da gogortasunaren eraginik ikusten, haustura-erresistentzia 0.6 eta 1.5 GPa-en artean dagoelarik. Erresistentziaren balio handienak gogortasun handien kasuetan gertatzen dira (austenitaren transformazio handia), 750 HV₁₀ baino gogortasun txikiagoentzat, aldiz, (hau da, % 25 γ_R baino gehiago daukatenentzat) erresistentzia 1 eta 1.2 GPa-en artean mantentzen da.

Px30-ren kasuan hondar-austenita tarte estua arakatu bazen ere, zerau esan daiteke: erresistentziarik txikienak lagin azpi-iraotutakoetan gertatzen dira; ondorio hau ez da aurkitzen Px30S-aren kasuan.

Módulo de Young

El módulo de Young se obtuvo mediante la ecuación (2.19)

$$E = \frac{L A [3(A+C)^2 - A^2]}{B W^3 z} \quad (2.19)$$

como ya se ha indicado. En el presente caso, $A = C = 10$ mm (fig. 3.4), B y W , las dimensiones de la probeta medidas tras la fractura y L y z , la carga y deflexión de fluencia corregida con la deformación elástica del montaje (en el caso de que la fractura fuera frágil, L y z son los de fractura).

En las figuras 4.37a y b se muestran dos registros carga-deflexión de ensayos realizados con la máquina Instron 1342. Una de las líneas refleja la carga aplicada, la otra, la deformación, ambas frente al tiempo.

La probeta correspondiente al registro de la figura 4.37 a no presentó plasticidad. Se observa que la línea de la carga es una recta. En la figura 4.37 b, en cambio, la pendiente de una de las líneas (la que refleja la carga aplicada) presenta una variación debida a la plasticidad. El punto en el que se da dicha inclinación es el que se toma como carga de fluencia, L_y .

En la figura 4.38 se representa el módulo de Young en función de la cantidad de austenita retenida. Tanto en ésta como en todas las figuras que se muestran, se han representado todos los valores, no sólo las medias. Puede observarse, dentro de una notable dispersión, que al aumentar la cantidad de austenita retenida el módulo disminuye desde unos 235 GPa, para estabilizarse en aproximadamente 210 GPa a partir de un 30% de austenita. Y ello tanto para muestras sinterizadas en vacío como en gas de ambos materiales. Por otra parte, en general las probetas de Px30S presentan un módulo de Young mayor que las de Px30 para un valor de austenita dado.

En cuanto al acero Px30, mientras que en las muestras sinterizadas en gas no se aprecia efecto del ciclo de HIP, en las de vacío las muestras que lo han sufrido presentan unos valores mayores de E . Los mayores valores se alcanzan en las muestras sinterizadas en gas. Los mínimos para un valor dado de austenita, en cambio, se dan en las muestras sinterizadas en vacío y sin HIP.

En la gráfica de módulo de Young frente a dureza (Fig. 4.39) no se encuentra diferencia entre el comportamiento de las muestras sinterizadas en gas y las de vacío. Se observan en esta gráfica dos zonas. En la primera, para valores de dureza menores que 750 HV_{10} , se da una escasa variación del módulo con la dureza, manteniendo aquél un valor medio de 204 GPa. En cambio, para durezas mayores que 750 HV_{10} se observa una tendencia a aumentar con la dureza, tendencia que se puede expresar como

$$E = 124.5 + 0.11 * \text{HV}_{10}$$

Austenita-transformazioa

Deformazio plastikoak eragindako austenitaren transformaziorik bazegoen ikusteko gasean sinterizaturiko Px30 (HIP-ziklorik gabe eta zutenak) makurdura-probeten hondar-austenitaren neurketa egin zen trakzio-gainazaletan saiakuntza baino lehen eta honen ondoren.

4.42. irudian neurketa hauen emaitzak irudikatzen dira. Puntu bakoitza tenperatura berean iraututako bi laginen batez bestekoa da.

Austenitaren transformazioa 500°C-tan iraututako laginetan % 47-tik % 40-rakoa da, 535°C-tan, % 11-tik % 5-etarakoa gasean sinterizatutakoetan eta % 10-tik %8-ra HIP-ina jasan dutenetan. 550°-tan iraututako laginek saiatuak izan baino lehen % 5-eko γ_R daukate, eta ondorioz ez dute austenita gehiago martensita bihurtzen.

Haustura-gainazalak

Altzairu lasterren propietate mekanikoak ikertzean ez da ahaztu behar haustura-gainazalen itxura behatzea; lau puntutan makurduran saiaturako probetetan, behaketa honek hausturaren hasiera eragin duen akatsa eta haustura beraren hedakuntza ezagutzera eramaten du.

Normalean, haustura trakzio-gainazal bertan edo gertu dauden hutsunetan hasten da (4.43. a ir.). Gainazal horretan hutsunerik ez zuten probetetan, aldiz, haustura mekanizazioan sortutako akatsetan hasi zen; kasu honetan, eta leundu zen gainazal bakarra trakziokoa izan zenez, hausturaren hasiera probetaren erpinean edota aldameneko gainazalen batean aurkitu zen (4.43. b ir.). Azken probeta hauen haustura-erresistentzia handiagoa izan zen orokorrean (> 1 GPa).

Px30S

Nahiz eta hondar-austenita kopuru handia izan plastizidaderik erakutsi ez zuten (hau da, beren karga/deflexio kurba ez zen linealtasunatik aldentzen) gasean sinterizatutako probeten haustura-azala ikertzean zerau ikusi zen: haustura harikorra gertatua zen (ikus. 4.44. ir.) austenitaren haustura zela eta; aurkitutako esfoliazio-aurpegiak gutxi izateaz gain oso txikiak dira, 4.45. irudian ikusten den bezala. Probeta guzti hauetan hausturaren hasierako akatsa hutsune bat izan zen.

Hutseko laginei dagokienean, austenita gutxi daukatenak, haustura-azala zeharo hauskorra da, esfoliazio-aurpegiak txikiak badira ere (4.46. ir.). Honez gain, gasean sinterizatutakoetan aleen barneko haustura den bitartean, hutsekoetan, 4.47. irudian erakusten den bezala, erliebe markatu bat agertzen da, zeinek ez dirudien ale-mugekin erlazionaturik, baizik eta hasierako hauts-partikulen arteko azalekin. Hondar-hutsunea,

Para durezas altas, las probetas de Px30S presentan un módulo menor que las de Px30; en cuanto a estas últimas, mientras que sólo los puntos correspondientes a muestras sinterizadas en vacío y sin tratamiento de HIP quedan por debajo del valor de $E = 220$ GPa; los que han sufrido HIP, en cambio, resultan indistinguibles de las muestras sinterizadas en gas, con y sin HIP.

Resistencia a la fractura

La resistencia a la fractura fue determinada de forma diferente según que las muestras mostraran plasticidad o no.

En el caso de fractura frágil, se calculó mediante la expresión (3.10)

$$\sigma_f = \frac{3 L_f A}{B W^2} \quad (3.10)$$

en el caso de existencia de plasticidad, en cambio, hubo de tenerse en cuenta la tensión y deformación de fluencia,

$$\sigma_f = \sigma_y + H(\varepsilon_f - \varepsilon_y) \quad (2.31)$$

por lo que fue necesario calcular antes la tensión de fluencia, σ_y , como

$$\sigma_y = \frac{3 L_y A}{B W^2} \quad (2.28)$$

En cuanto a la obtención de H , ε_f y ε_y , su cálculo se realizó con las expresiones (2.29) y (3.9) del capítulo de técnicas experimentales.

Representando la resistencia a la fractura en función de la cantidad de austenita retenida (Fig. 4.40, se encuentra una gran dispersión, especialmente en el caso de las muestras sinterizadas en vacío.

En la figura 4.41 se representan los valores de la resistencia a la fractura en flexión frente a la dureza. No se observa una influencia de la dureza sobre la resistencia, variando ésta entre un 0.6 y 1.5 GPa. Los valores más altos de resistencia se producen para valores altos de dureza (importante transformación de la austenita), mientras que para valores de menos de 750 HV_{10} (esto es, con más de un 25% γ_R) la resistencia permanece dentro del rango de 1 a 1.2 GPa.

Dentro del estrecho margen de cantidad de austenita barrido en el Px30 se puede decir que, en general, los valores más bajos de resistencia corresponden a las muestras sub-revenidas, efecto que no se observa en el Px30S.

gainera, gasekoetan baino handiagoa da, eta, hortaz, hausturaren hasiera-tokiak hutsuneak dira (4.48. ir.).

SMn inklusioak (4.49. irudian makurdura-barra baten trakzio-gainazalean aurkitutako bat erakusten da) haustura-gainazalean jorratuak edo hustuak agertzen dira (4.50. ir.). Kasuren batean ere hasiera-tokian aurkitu zen akats bakarra SMn inklusio-konzentrazioa izan zen (4.51. ir.).

Trakzio-tentsio gorena jasan duten gainazalen behaketa ere garrantzitsua gerta daiteke lau puntutako makurdura-probeten haustura eragiten duten akats kritikoen analisirako. Tentsio goreneko alderdi honetan, eta alderdi honetan bakarrik, mikropitzadurak aurkitu dira haustura-gainazalarekiko paraleloak. 4.52. irudian hauetariko pitzadura bat ikus daiteke, zigurasko MC karburu handien hausturan sortua. Dena den ez da pitzadura hauetan sortutako hausturarik aurkitu.

Px30

Kasu honetan, gasean eta hutsean sinterizatutako probeten hausturak konparatuz gain, Px30S-an egin zen bezala, sinterizazio ondorengo Berotan Trinkotze Isostatiko tratamenduaren eragina ere ikertuko da, zein hondar-hutsuneak isteko egin zen.

Lehenbizi agertzen zaiguna, gasean sinterizatutako probeten haustura ale-barnekoa dela da, gainazal lau-launa erakutsiz.

Hondar-austenita kopurua Px30S-probeterena baino txikiagoa da, eta horregatik ez da harikortasun itxurarik aurkitzen haustura-gainazaletan (4.53. ir.).

Berotan Trinkotze Isostatikoa, edo HIP-ina, oso eraginkorra agertu zen hutsuneak isten. Tratamendu hau jasan zuten ia probeta guztiak mekanizazio-akats batetan hasirik hautsi ziren (4.54. ir.) edota barne-inklusio handietan (4.55. ir.) Px30S-renak baino esfoliazio handiagoak erakutsiz.

Hutsean sinterizatutako probetetan, Px30S-ren kasuan gertatzen zen bezala, gasean sinterizatutakoetan baino hutsune gehiago agertzen da. Haustura hauskorra da, esfoliazio handiak erakusten duelarik (konparatu 4.56. ir. 4.46. irudiakin, zein gasean sinterizatutako Px30S-probeta bati dagokion). 4.57. irudian probeta hauetariko baten haustura-gainazalaren erliebea ikus daiteke. Oso ageriak dira hasierako hauts-partikulen forma.

Azkenik, hutsean sinterizatu ondoren BTI jasan duten makurdura-probeten haustura-azala behatzean zerau ikusten da: BTI tratamendua ez da batere eraginkorra izan hutsuneak istean. Alde batetik, haustura-hasiera beti gertatu da trakzio-gainazalean edo honen gertu zeuden hutsunetan, 4.58. ir. Bestalde, haustura-gainazalaren erliebea hauts-partikulen arteko loturen ahultasunak eraginda da, 4.59. ir.

Transformación de la austenita

Para comprobar la existencia de una transformación de la austenita inducida por deformación plástica se midió la cantidad de austenita retenida sobre las superficies sometidas a tracción de las probetas de Px30 sinterizadas en gas (con y sin ciclo de HIP) antes y después de ser ensayadas.

En la figura 4.42 se muestra el resultado de dichas medidas. Cada punto representa el promedio de dos muestras revenidas a la misma temperatura.

La transformación de austenita es en las muestras revenidas a 500°C de 47 a 40 %, a 535°, pasa de 11 a 5% en las sinterizadas en gas y de 10 a 8% en las de HIP. Las muestras revenidas a 550°C presentan ya antes del ensayo el valor de 5%, con lo cual éste ya no sigue disminuyendo.

Fractografía

En el estudio de las propiedades mecánicas de los aceros rápidos no ha de olvidarse el estudio del aspecto de las superficies de fractura que, en el caso de muestras ensayadas en flexión en cuatro puntos, permite descubrir el defecto iniciador de la fractura y la forma de propagación de ésta.

Generalmente, la fractura se inicia en poros situados sobre o muy cerca de la superficie sometida a tracción (fig. 4.43 a). Sin embargo, en aquéllas muestras que carecían de porosidad en dicha superficie, la rotura se inició en defectos provenientes del mecanizado, en cuyo caso, y puesto que sólo se pulió la cara sometida a tracción, el punto de comienzo se encontraba bien en el canto de la muestra, bien en alguna de las superficies laterales (fig. 4.43 b). Estas probetas mostraron, en general, una resistencia a la flexión superior (> 1 GPa).

Px30S

Al observar la superficie de fractura correspondiente a muestras sinterizadas en gas y con alto contenido en austenita retenida que no habían mostrado comportamiento plástico global (su curva carga/deflexión no se desviaba de la recta), se vió que, sin embargo, dicha superficie sí presentaba ductilidad (ver micrografía de la figura 4.44) debida a la fractura de la austenita, las facetas de cleavage encontradas son, además de minoritarias, muy pequeñas, como se aprecia en la micrografía de la figura 4.45. En todas estas probetas el defecto iniciador de la fractura fue un poro.

En cuanto a las muestras sinterizadas en vacío, de bajo contenido en austenita, la superficie de fractura tiene una apariencia totalmente frágil, las placas de cleavage siguen siendo pequeñas (fig. 4.46). Por otra parte, mientras que la fractura en las muestras sinterizadas en gas es transgranular, en las sinterizadas en vacío se da, como muestra en la fig. 4.47, un marcado relieve que parece relacionado no con las fronteras de grano, si no con las

Trakzio-gainazalari dagokionean, ez du Px30S-koenekin desberdintasunik agertzen, SMn inklusio-eza ez bada, noski. 4.60. irudian, adibidez, trakzio gorenaren pean egon den gainazal-zati batetan aurkitutako mikropitzadurak agertzen dira.

Elastikotasun-muga

Oso probeta gutxik agertu zuen portaera plastikoa, horregatik denak batera irudikatzen dira 4.61. irudian, gogortasunaren arabera.

Denak bi ezik azpi-iraotutak dira.

Gogortasunaren eraginari dagokionean, dispertsio handia agertzen bada ere, elastikotasun-muga igo-erazten du, gasean sinterizatu eta BTI-a jasandako Px30-ak aurkezten duen 1.3 GPa-ak direlarik maximoa.

superficies de contacto entre partículas de polvo. Además, la porosidad residual es más importante que en las de gas y, por ello, los lugares de inicio de la fractura más habituales son poros (fig. 4.48).

Las inclusiones de SMn -en la figura 4.49 se muestra una encontrada en la superficie de tracción de una barra de flexión- aparecen en la superficie de fractura desgarradas o vaciadas (fig. 4.50). En algún caso se ha encontrado que el único defecto observable en la zona de inicio de la fractura era una cierta concentración de inclusiones de SMn (fig. 4.51).

También la observación de las superficies sometidas al máximo esfuerzo de tracción es importante para el análisis de defectos críticos responsables de la fractura de las probetas de flexión en cuatro puntos. Se ha observado en dicha zona de tensión máxima, y sólo en ella, la presencia de microgrietas paralelas a la superficie de fractura. En la micrografía de la figura 4.52 se muestra una de estas grietas, originada probablemente por la fractura de carburos masivos tipo MC a través de los cuales progresa. En cuanto a la posibilidad de que una grieta de este tipo haya sido el defecto crítico responsable de la fractura, no se ha llegado a confirmar.

Px30

En este caso, además de comparar el tipo de fractura de las muestras sinterizadas en gas con las de vacío, como en el Px30S, se observará el efecto del tratamiento de Compactación Isostática en Caliente post-sinterizado aplicado para cerrar la porosidad residual.

En primer lugar se observa que la fractura en las muestras sinterizadas en gas es transgranular, mostrando una superficie lisa.

La cantidad de austenita residual es en estas probetas menor que en las de Px30S, por ello, no se encuentran trazas de ductilidad en las superficies de fractura -fig. 4.53 .

El Compactado Isostático en Caliente o HIP se mostró muy eficaz para el cierre de porosidad. Prácticamente todas las muestras que habían sufrido este tratamiento se rompieron a partir de un defecto de mecanizado (Fig. 4.54) o bien de grandes inclusiones internas, Fig. 4.55, mostrando facetas mayores que las del Px30S.

En las muestras sinterizadas en vacío, como ocurría en el Px30S, la porosidad es mayor que en las muestras sinterizadas en gas. La fractura es frágil, con grandes facetas de cleavage (comparar la fig. 4.56 con la fig. 4.46 correspondiente a una muestra de Px30S sinterizado en gas). En la micrografía de la figura 4.57 se puede observar el relieve de la superficie de fractura de una de estas probetas. Se ve claramente la forma de las partículas de polvo iniciales.

Por último, al observar la superficie de fractura de las probetas de flexión sinterizadas en vacío y compactadas isostáticamente en caliente vemos que este último tratamiento no ha sido eficaz a la hora de cerrar la porosidad. En efecto, por un lado el inicio de la fractura

ha sido siempre en poros situados sobre la superficie de tracción o muy próximos a ella, como el que se muestra en la figura 4.58. Por otra parte, la superficie de fractura presenta un relieve debido a los problemas de conexión entre partículas (Fig. 4.59).

En cuanto a la superficie sometida a tracción, no presenta diferencias con respecto a lo encontrado en el Px30S, salvo, lógicamente, la ausencia de inclusiones de SMn. Así, en la figura 4.60 se muestran unas microgrietas encontradas en la zona sometida a máxima tracción.

Límite de elástico a flexión

Muy pocas probetas mostraron comportamiento plástico, por ello se muestran todas juntas en la figura 4.61, frente a la dureza.

Se observa que sólo dos de ellas están revenidas a la temperatura de pico de dureza o más alta, la mayoría son sub-revenidas.

En cuanto a su variación con la dureza, aunque nuevamente se da gran dispersión, el límite elástico aumenta con ella, siendo el máximo de 1.3 GPa para las muestras de Px30 sinterizadas en gas y compactadas isostáticamente en caliente.

TAULAK

TABLAS

4.I Taula: STO-an sinterizaturiko Px30 altzairuaren analisi kimikoa.

Tabla 4.I: Análisis químico del acero Px30 sinterizado a la TOS.

Egoera/ Condición	C	N ₂	O ₂	Dentsitatea Densidad (g/cc)	Temperatura Temperatura (°C)
Polvo/Hautsa Px30	1.37	0.015	0.075		
Px30+%0.2 C	1.57	NE	NE		
GASEan sinterizatua / Sinterizado en GAS					
Px30	1.24	0.76	0.025	8.11	1230
Px30+%0.2 C	1.55	0.66	0.031	8.00	1205
HUTSean sinterizatua / Sinterizado en VACÍO					
Px30	1.29	0.012	0.012	8.04	1260
Px30+%0.2 C	1.49	0.012	0.014	7.92	1250

4.II Taula: Px30 altzairuaren karburo primarioen elementu metalikoen analisisia.

Tabla 4.II: Análisis de los elementos metálicos en los carburos primarios del acero Px30.

partícula partikula	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
Gasean sinterizaturiko Px30, atmósfera gaseosa						
MX	7.4	68.3	4.6	7.6	1.9	10.1
M ₆ C	18.3	1.7	2.5	27.1	3.7	46.8
Hutsean sinterizaturiko Px30, vacío						
MC	15.4	50.4	2.5	3.1	0.1	28.6
M ₆ C	18.7	4.8	2.9	27.8	4.3	41.5

4.III Taula: STOan sinterizaturiko Px30 altzairuaren ezaugarri mikroegituralak.

Tabla 4.III: Características microestructurales del acero Px30 sinterizado a la TOS.

	Gas, %1 metano		Hutsea		
	grafitorik ez	grafito duena	grafitorik ez	grafito duena	
% MX	5± 1	5.3±0.7	7.1±0.6	6.7±0.7	% MX
% M ₆ C	10± 1	10.3±0.9	8.5±0.5	9.4±0.6	% M ₆ C
% Totala	15	15.6	15.6	16.1	% Total
% Hondar-Austenita	64	74	7	20	% Austenita Retenida
Ale-Tamaina (μm)	11.2±0.5	11.2±0.6	21±1	11.0±0.5	Tamaño de grano (μm)
	sin grafito	con grafito	sin grafito	con grafito	
	Gas, 1% metano		Vacío		

4.IV Taula: Px30 altzairuaren karburo eutektikoen konposaketa, pisutan (elementu metalikoak).

Tabla 4.IV: Composición en peso de los carburos eutécticos (elementos metálicos) en el acero Px30.

karburo Karburo	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
	<u>Gasean sinterizaturiko Px30, atmósfera gaseosa, %1 metano</u>					
EI	24.5	8.3	11.7	32.9	4.4	18.3
EM ₆ C	- ez zen aurkitu / no detectado -					
EA	- ez zen aurkitu / no detectado -					
	<u>Hutsean sinterizaturiko Px30, atmósfera vacío</u>					
EI	23.6	10.4	18.5	29.3	3.5	14.7
EM ₆ C	23.9	4.3	4.3	30.2	4.2	33.0
EMC	13.8	48.1	3.6	3.9	0.5	30.1
EA	25.4	13.6	7.4	10.9	1.4	41.4

4.V Taula: Eutektikoen agerpen-temperatura (Px30 altzairua).

Tabla 4.V: Temperaturas de aparición de eutécticos (acero Px30).

	GAS		HUTSean	
	grafitorik ez	grafito duena	grafitorik ez	grafito duena
EI	1220	1195	1260	1250
EM ₆ C	>1270	>1240	1280	1265
EMC	-	-	1280	1270
EA	>1270	>1240	1285	1285
	sin grafito GAS		sin grafito VACÍO	

4.VI Taula: STOan sinterizaturiko Px30S altzairuaren analisi kimikoa.

Tabla 4.VI: Análisis químicos del acero Px30S sinterizado a la TOS.

Egoera/ Condición	C	N ₂	O ₂	Dentsitatea Densidad (g/cc)	Temperatura Temperatura (°C)
Polvo/Hautsa Px30S	1.29	NE	0.0667		
Px30S+%0.2 C	1.50	0.0065	0.18		
	GASean sinterizatua / Sinterizado en GAS				
Px30S	1.27	0.47	0.044	8.01	1230
Px30S+%0.2 C	1.43	0.45	0.081	7.95	1210
	HUTSean sinterizatua / Sinterizado en VACÍO				
Px30S	1.26	0.0074	0.0088	7.94	1255
Px30S+%0.2 C	1.43	0.0081	0.0176	7.97	1240

4.VII Taula: STOan sinterizaturiko Px30S altzairuaren ezaugarri mikroegituralak.
 Tabla 4.VII: Características microestructurales del acero Px30S sinterizado a la TOS.

	Gas, %1 metano		Hutsea		
	grafitorik ez	grafito duena	grafitorik ez	grafito duena	
% MX	2.6±0.4	4.8±0.8	2.3±0.4	5.4±0.7	% MX
% M ₆ C	6 ± 1	11 ± 1	7.9±0.9	6.0±0.3	% M ₆ C
% Totala	8.6	15.8	10.2	11.4	% Total
% Hondar-Austenita	34	52	14	12	% Austenita Retenida
Ale-Tamaina (μm)	15.4±0.9	12.9±0.7	40±2	38±2	Tamaño de grano (μm)
	sin grafito	con grafito	sin grafito	con grafito	
	Gas, 1% metano		Vacío		

4.VIII Taula: Px30S altzairuaren karbuero primarioen konposaketa
 (elementu metalikoen % pisutan).

Tabla 4.VIII: Composición de carburos primarios (% en peso de los elementos metálicos) en el acero Px30S.

partícula partikula	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
	Gasean sinterizaturiko Px30S, atmósfera gaseosa					
MX	8.9	66.2	4.4	8.6	2.3	9.5
M ₆ C	21.8	1.9	2.7	30.1	3.8	39.6
	Hutsean sinterizaturiko Px30S, vacío					
MC	19.0	46.8	2.9	3.0	0.1	28.2
M ₆ C	21.6	3.8	3.2	30.0	3.9	37.5

4.IX Taula: Px30S altzairuaren karbuero eutektikoen konposaketa
 (elementu metalikoak, % pisutan).

Tabla 4.IX: Composición en elementos metálicos de los carburos eutécticos (% en peso) en el acero Px30S.

Karbuero Carbuero	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
	Gasean sinterizaturiko Px30S, atmósfera gaseosa					
EI	25.4	6.5	11.4	37.0	3.2	16.6
EM ₆ C	20.3	1.2	2.9	37.3	3.3	35.0
EA	27.7	7.6	8.2	26.2	1.9	28.5
	Hutsean sinterizaturiko Px30S, atmósfera vacío					
EI	23.1	9.3	14	35.2	3.8	14.6
EM ₆ C	23.1	3.6	3.7	32.3	3.9	33.5
EMC	18.9	39.7	3.6	10.1	1.1	26.6
EA	28.3	11.9	7.5	18.4	1.7	32.1

4.X Taula: Eutektikoen agerpen-tenperatura Px30S altzairuan.
 Tabla 4.X: Temperatura de aparición de eutécticos en el acero Px30S.

	GAS		HUTSean	
	grafitorik ez	grafito duena	grafitorik ez	grafito duena
EI	1220	1180	1260	1230
EM ₆ C	1260	1260	1270	1250
EMC	-	-	1270	1240
EA	1270	1260	1270	1270
	sin grafito	con grafito	sin grafito	con grafito
	GAS		VACÍO	

4.XI Taula: Gasean sinterizaturiko Px30 altzairua. Ezaugarri mikroegituralak tratamendu termikoen ondoren.

Tabla 4.XI: Acero Px30 sinterizado en gas. Características microestructurales tras los tratamientos térmicos.

Tenplaketa-ingurunea	Aust. Temp.	Ale-tamaina μm	Templ. $\% \gamma_R$	Gogortasun-goren.	
				Temp.	$\% \gamma_R$
airea	1180	12.0±0.6	62	550	7
	1200	13.3±0.7	62	570	3
	1220	15.3±0.8	62	585	4
	1230	17.0±0.9	60	585	5
olioa/aceite	1200	15.2±0.8	79	570	5
	1220	15.8±0.8	80	570-585	5
ura/agua	1180	13.6±0.7	72	570	9
	1200	14.4±0.7	76	550	6
	1220	15.8±0.8	75	550-585	6
Medio de temple	Temp. aust.	Tamaño de grano μm	Templ. $\% \gamma_R$	Temp. pico de dureza	$\% \gamma_R$

4.XII Taula: Hutsean sinterizaturiko Px30 altzairua. Ezaugarri mikroegituralak tratamendu termikoen ondoren.

Tabla 4.XII: Acero Px30 sinterizado en vacío. Características microestructurales tras el tratamiento térmico.

Tenplaketa-ingurunea	Aust. Temp.	Ale-tamaina μm	Tenpl. $\% \gamma_R$	Gogortasun-goren.	
				Temp.	$\% \gamma_R$
airea	1210	25 \pm 1	7	485	3
	1230	19.4 \pm 0.9	8	550	3
	1250	79 \pm 4	8	535	4
	1260	47 \pm 3	14	535	2
olioa/aceite	1230	22 \pm 1	13	500	3
	1250	29 \pm 2	14	500	3
ura/agua	1210	24 \pm 1	7	485	4
	1230	77 \pm 4	14	500	4
	1250	80 \pm 7	16	535	3
Medio de temple	T. aust.	Tamaño de grano μm	Temple $\% \gamma_R$	pico de dureza Temp. $\% \gamma_R$	

4.XIII Taula: Px30S altzairuaren ezaugarri mikroegituralak tratamendu termikoen ondoren.

Tabla 4.XIII: Características microestructurales tras los tratamientos térmicos del acero Px30S.

Sinterizazio-atmosfera	Aust. Temp.	Ale-Tamaina μm	Tenpl. $\% \gamma_R$	Gogortasun -goren.	
				Temp.	$\% \gamma_R$
gas	1200	19.5 \pm 1	60	585	10
	1207	18.3 \pm 0.9	66	600	3
hutsean/vacío	1180	9.1 \pm 0.4	-	550	3
	1200	17.8 \pm 0.9	21	535	3
	1220	28.9 \pm 1.6	16	535	2
Atmósfera de Sinterización	T. aust.	Tamaño de grano μm	Temple $\% \gamma_R$	pico de dureza Temp. $\% \gamma_R$	

4.XIV Taula: Barker saiakuntzen emaitzak.
 Tabla 4.XIV: Resultados de los ensayos Barker.

Materiale	Sinterizazio- Atmosfera	Austenizazio- Temperatura	Iraoketa- Temperatura	K _{IC} (MPa√m)	Gogortasuna (HV ₁₀)	%γ _R
Px30S	gas	1200	550	19.3	725	34
			585	18.0	743	29
			620	17.5	784	16
Px30S	hutsean/vacío	1200	535	14.1	794	3
			550	14.6	830	4
			570	17.3	789	5
Px30	gas	1200	500	23.0	751	26
			535	15.1	949	12
			550	12.4	957	8
			575	10.1	970	5
			600	11.6	906	2
Px30	hutsean/vacío	1250	485	14.5	854	7
			500	13.5	888	2
			535	15.5	855	3
			550	17.5	876	3
Material	Atmósfera de sinterización	Temperatura de austenización	Temperatura de revenido	K _{IC} (MPa√m)	Dureza (HV ₁₀)	%γ _R

4.XV Taula: Px30S altzairuko makurdura-probeten Tratamendu Termikoak.
 Tabla 4.XV: Tratamientos Térmicos de las muestras de flexión de acero Px30S.

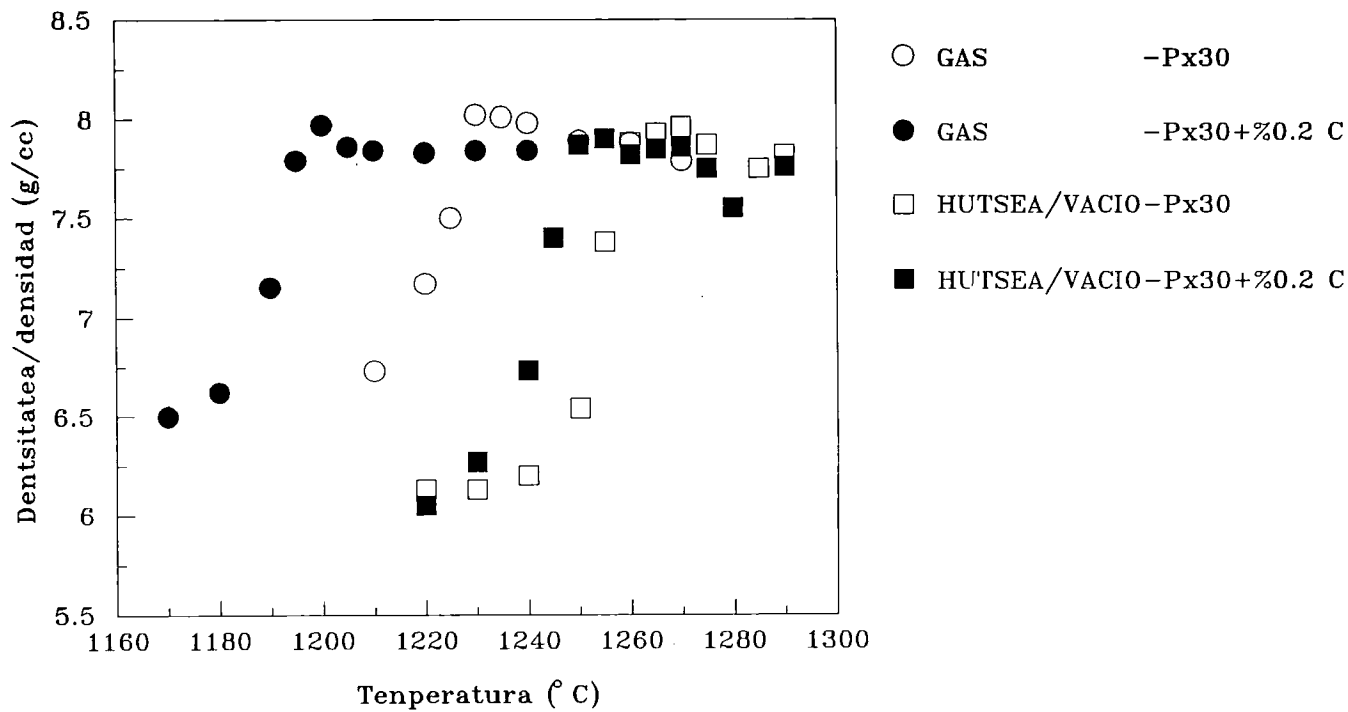
Sinterizazio- Atmosfera	Austenizazio- Temperatura	Iraoketa- Temperatura	Hondar- Austenita %	Gogortasuna (HV ₁₀)	probeta- kopurua
gasean	1200	550	71	663	5
		585	22	795	6
		620	12	775	4
hutsean/vacío	1200	535	3	875	2
		550	6	808	5
		570	3	811	3
Atmósfera de sinterización	Temperatura de Austenización	Temperatura de Revenido	% Austenita Residual	Dureza (HV ₁₀)	nº de muestras

4.XVI Taula: Px30 altzairuaren makurdura-laginen Tratamendu Termikoak.
 Tabla 4.XVI: Tratamientos Térmicos de las muestras de flexión de acero Px30.

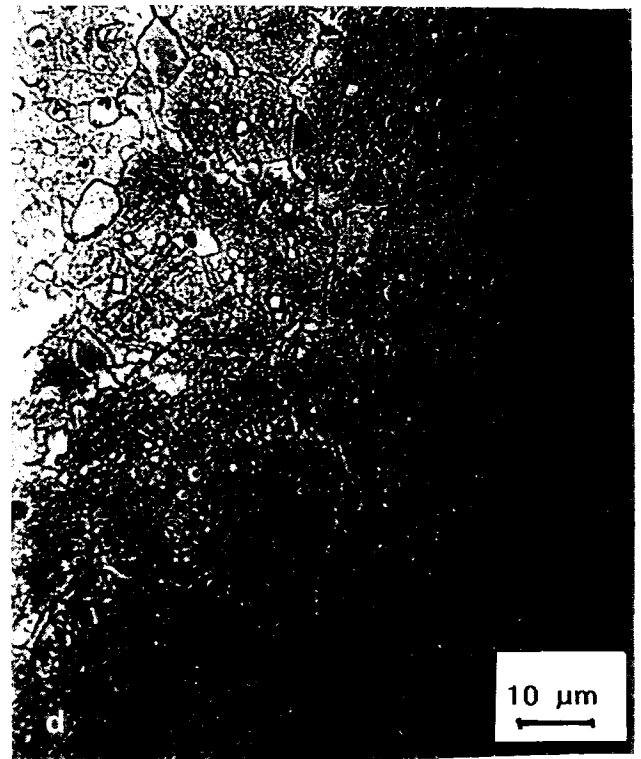
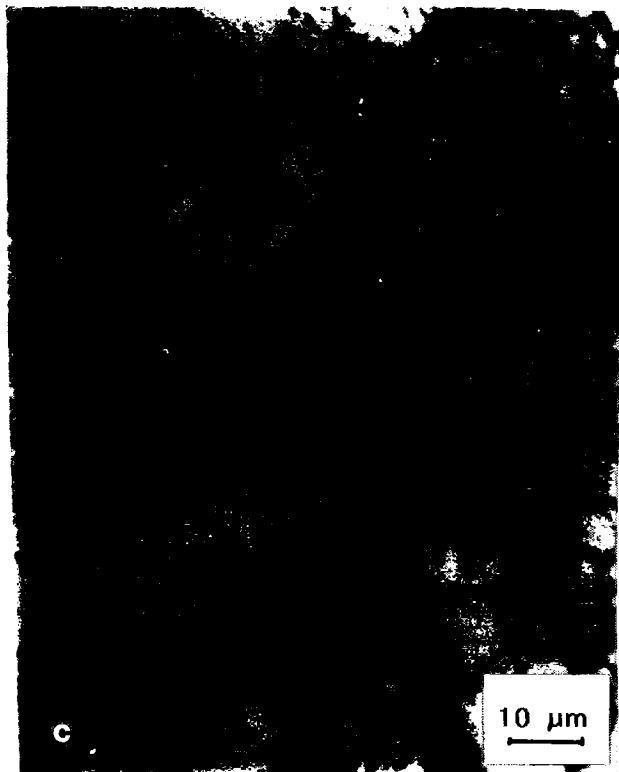
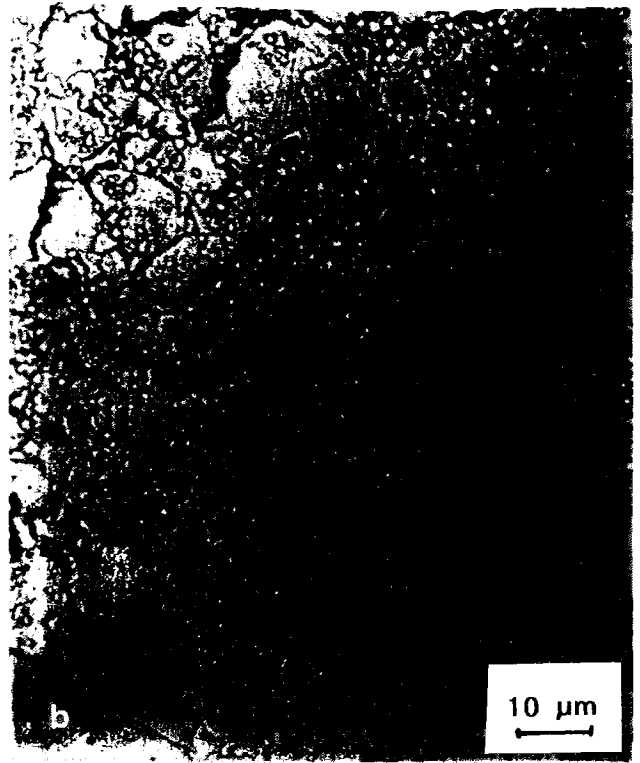
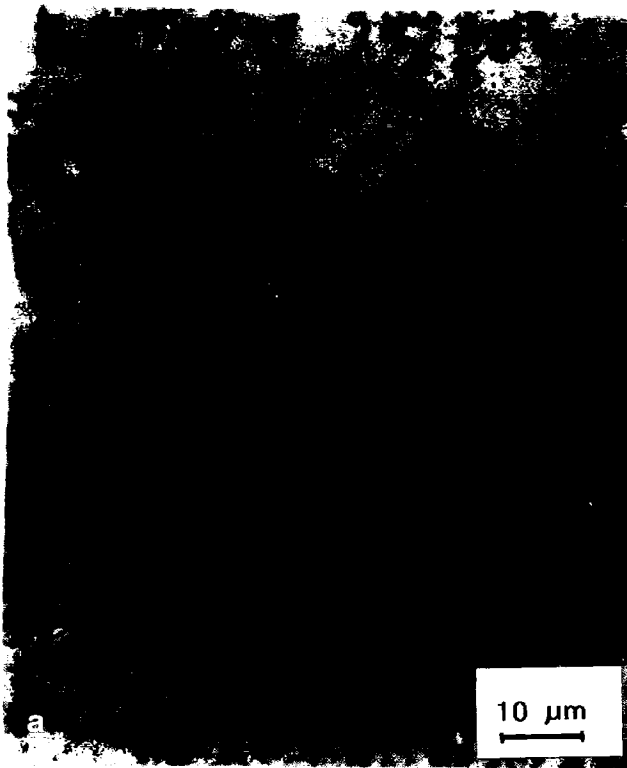
Sinterizazio- Atmosfera	Austenizazio- Temperatura	Iraoketa- Temperatura	Hondar- Austenita, %	Gogortasuna (HV ₁₀)	% γ_R saiakuntzaren ondoren
gas	1200	535	11	911	5
		550	11	950	4
		575	5	968	3
		600	4	903	
hutsean/vacío	1250	485	5	923	
		500	4	896	
		535	2	880	
		550	3	878	
gas+HIP	1200	500	47	753	40
		535	10	938	8
		550	5	943	4
		575	3	965	3
		600	3	884	
hutsean/vacío +HIP	1250	500	8	874	
		535	3	898	
		550	6	887	
Atmósfera de sinterización	Temperatura de Austenización	Temperatura de Revenido	% Austenita Residual	Dureza (HV ₁₀)	% γ_R tras el ensayo

IRUDIAK

FIGURAS

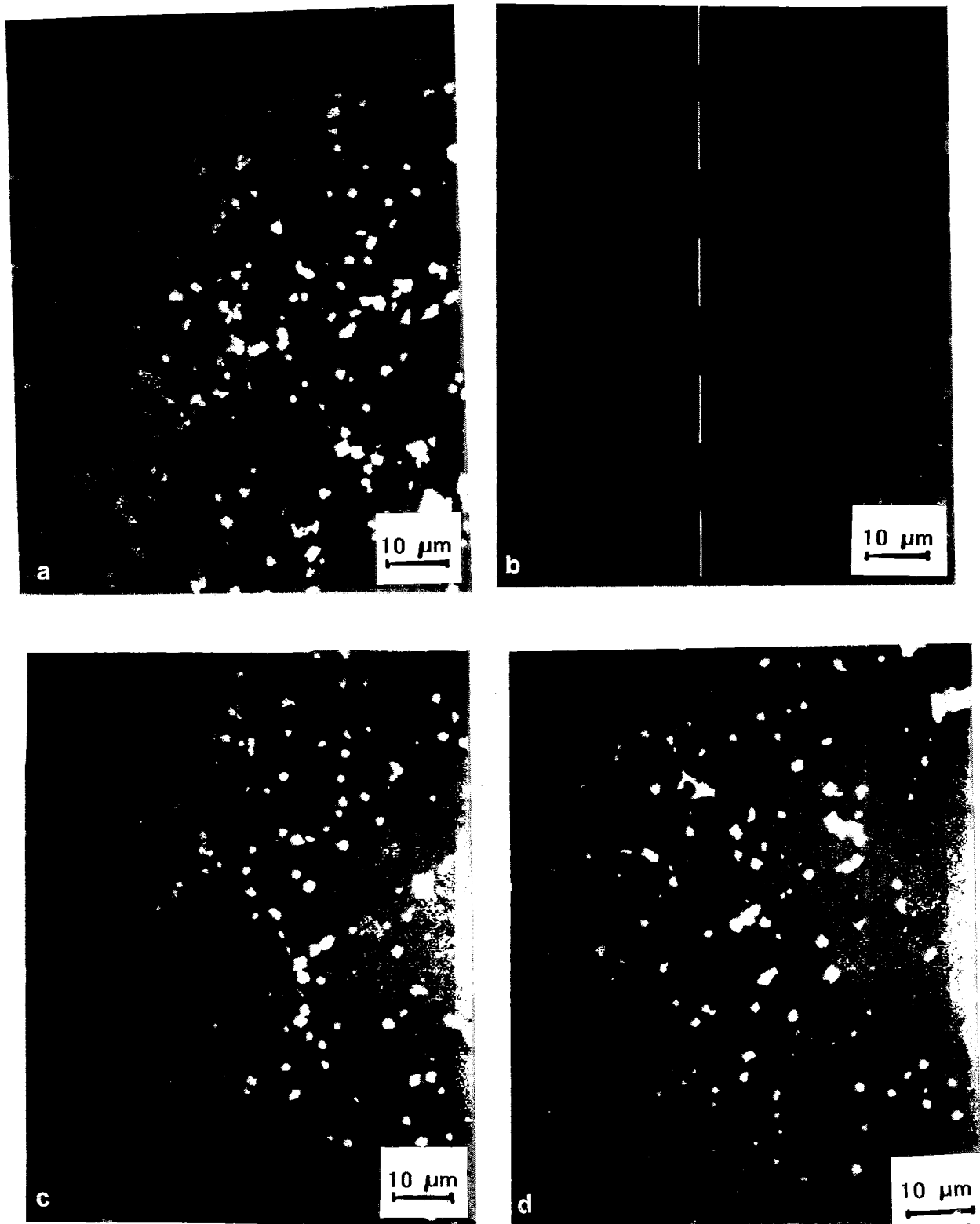


4.1. Ir.: Px30 altzairuaren dentsifikazioa.
 Fig. 4.1: Densificación del acero Px30.



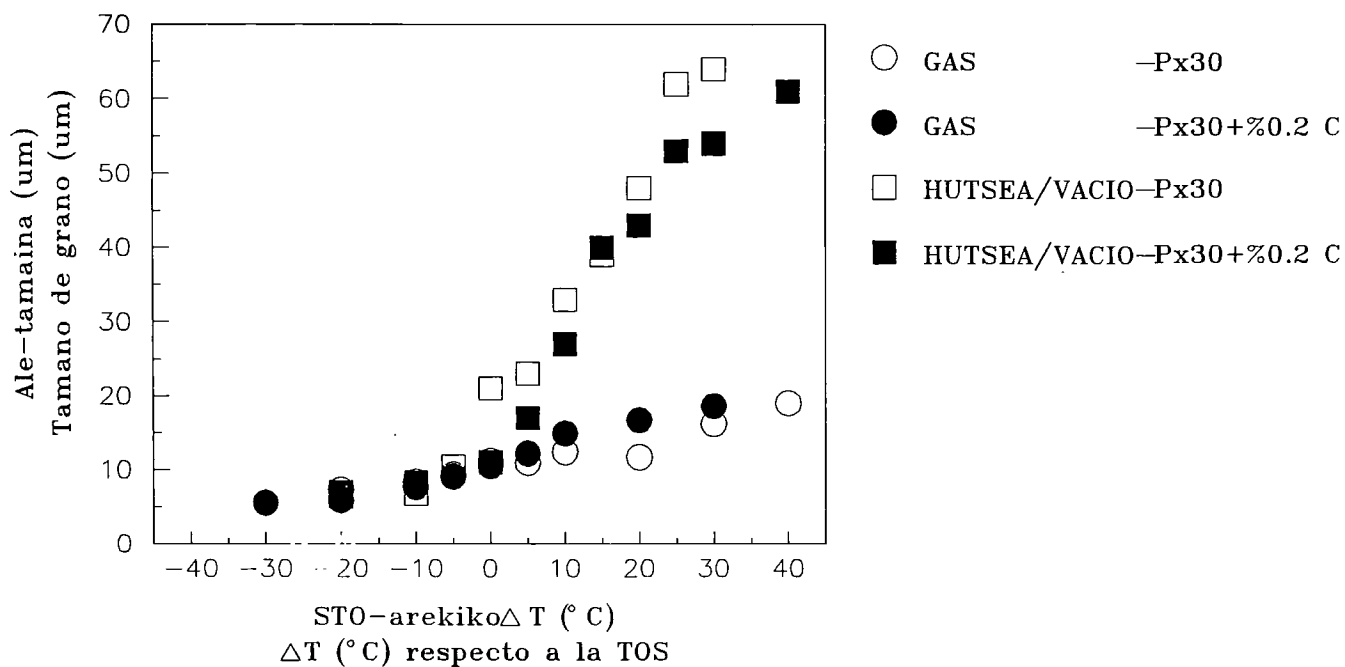
4.2. Ir.: STO-0n sinterizatutako altzairuaren mikroegitura a) Px30 gasean, b) Px30+%0.2C gasean, c) Px30 hutsean, d) Px30+%0.2C hutsean. Mikroskopia Optikoan.

Fig. 4.2: Microestructura a la TOS. a) Px30 en gas, b) Px30+0.2%C en gas c) Px30 en vacío, d) Px30+0.2%C en vacío. Microscopía Óptica.

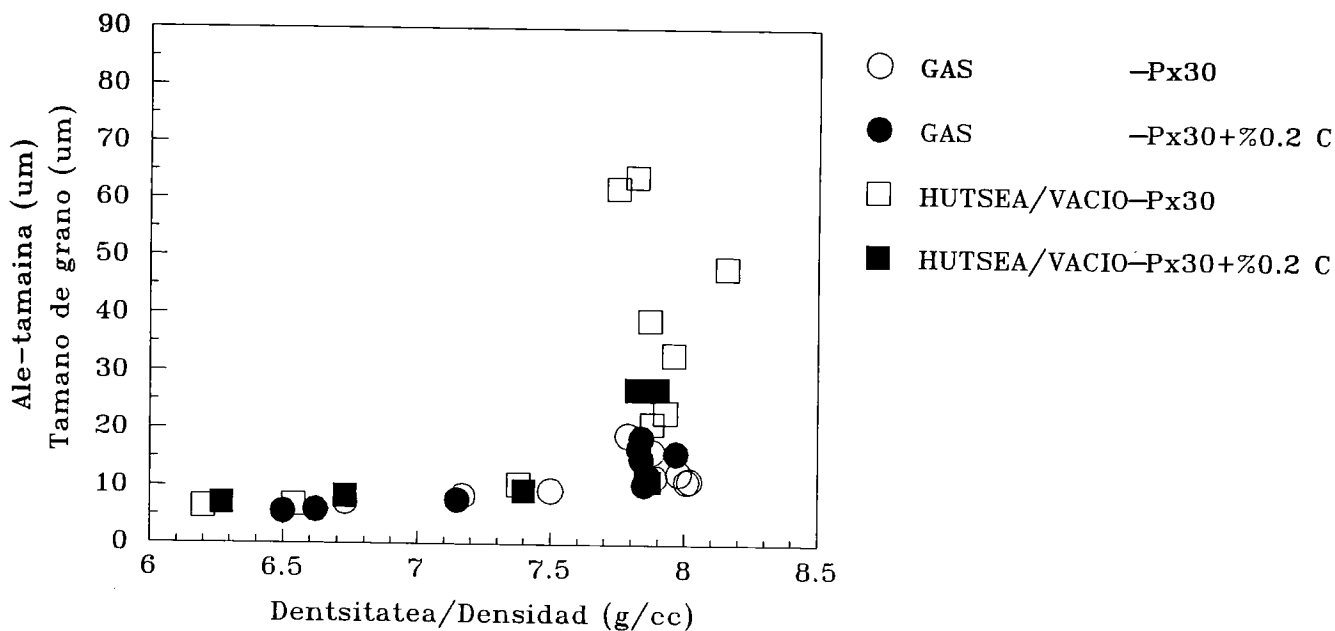


4.3. Ir.: STO-an sinterizatutako altzairuaren mikroegitura a) Px30 gasean, b) Px30+%0.2C gasean, c) Px30 hutsean, d) Px30+%0.2C hutsean. AME.

Fig. 4.3: Microestructura a la TOS. a) Px30 en gas, b) Px30+0.2%C en gas c) Px30 en vacío, d) Px30+0.2%C en vacío. Microscopía Electrónica de Barrido.



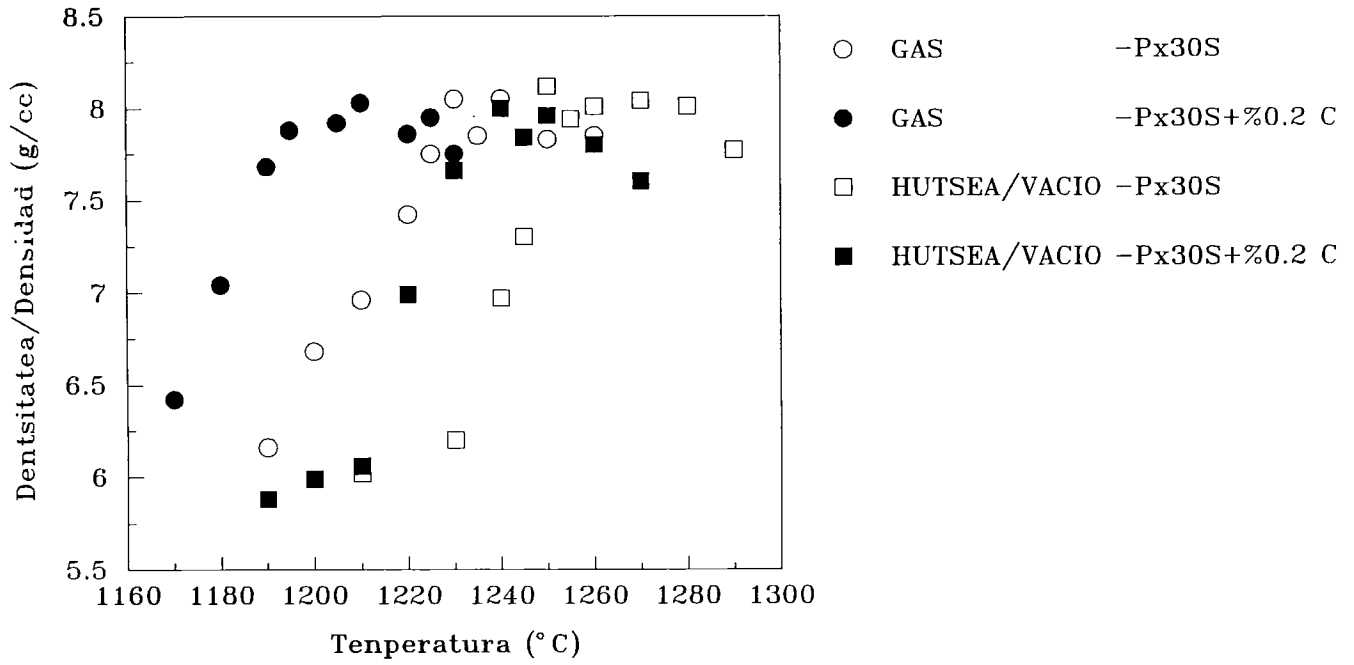
4.4. Ir.: Sinterizazio-temperaturaren eragina ale-tamainan. Px30 altzairua.
 Fig. 4.4: Evolución del tamaño de grano con la temperatura de sinterización. Acero Px30.



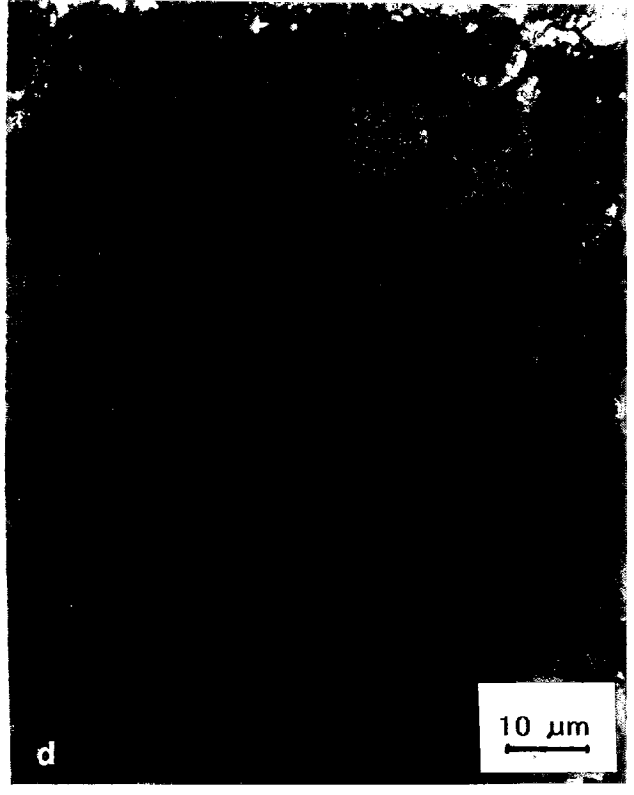
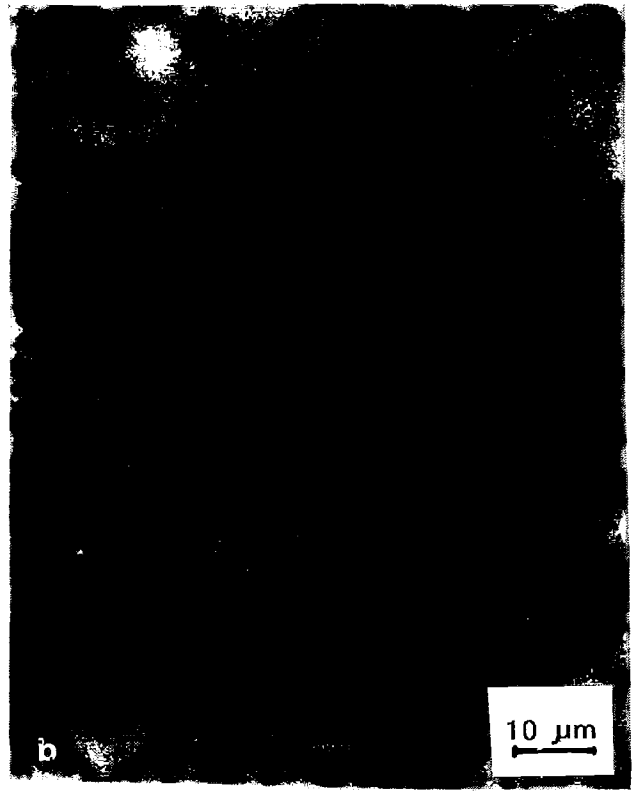
4.5. Ir.: Dentsitatearen eragina ale-tamainan. Px30 altzairua.
 Fig. 4.5: Evolución del tamaño de grano con la densidad. Acero Px30.



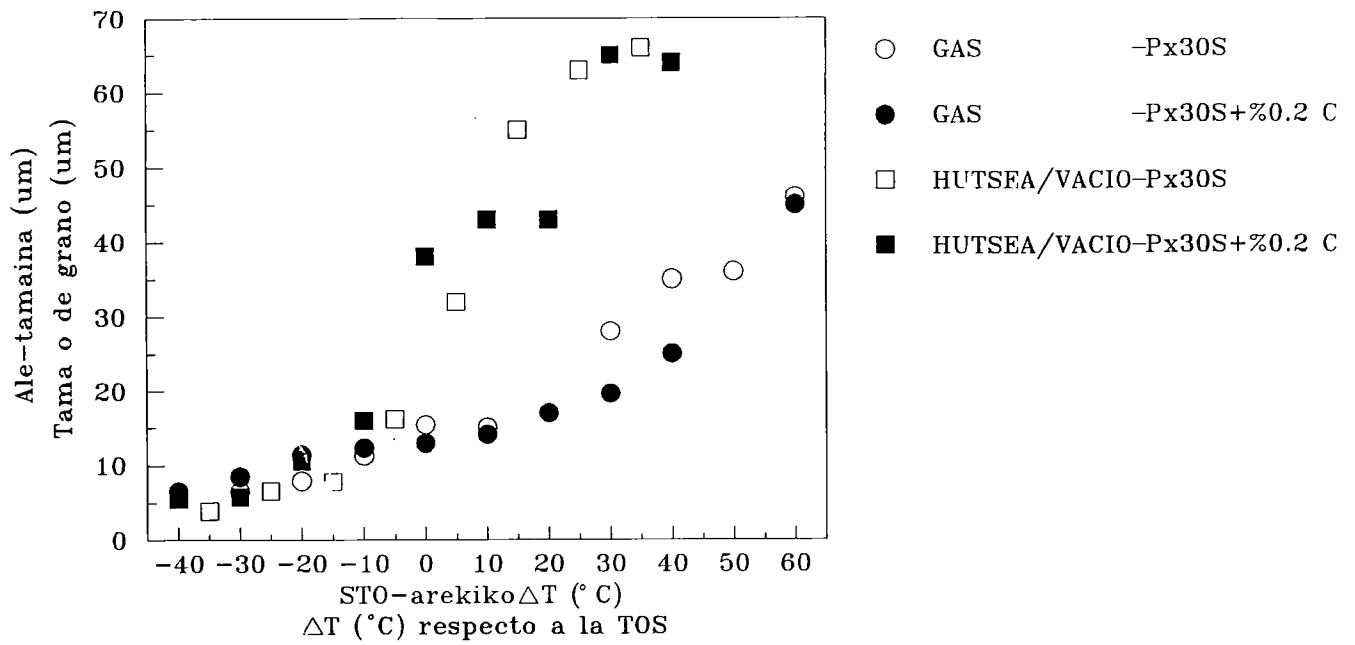
4.6. Ir.:a) Px30+%0.2C hutsean $\Delta T=+35^{\circ}\text{C}$ -z gain-sinterizatua
b) Px30 gasean $\Delta T=+30^{\circ}\text{C}$ -z gain-sinterizatua.
Fig. 4.6: a) Px30+0.2%C sobresinterizado $\Delta T=+35^{\circ}\text{C}$ en vacío
b) Px30 sobresinterizado $\Delta T=+30^{\circ}\text{C}$ en gas.



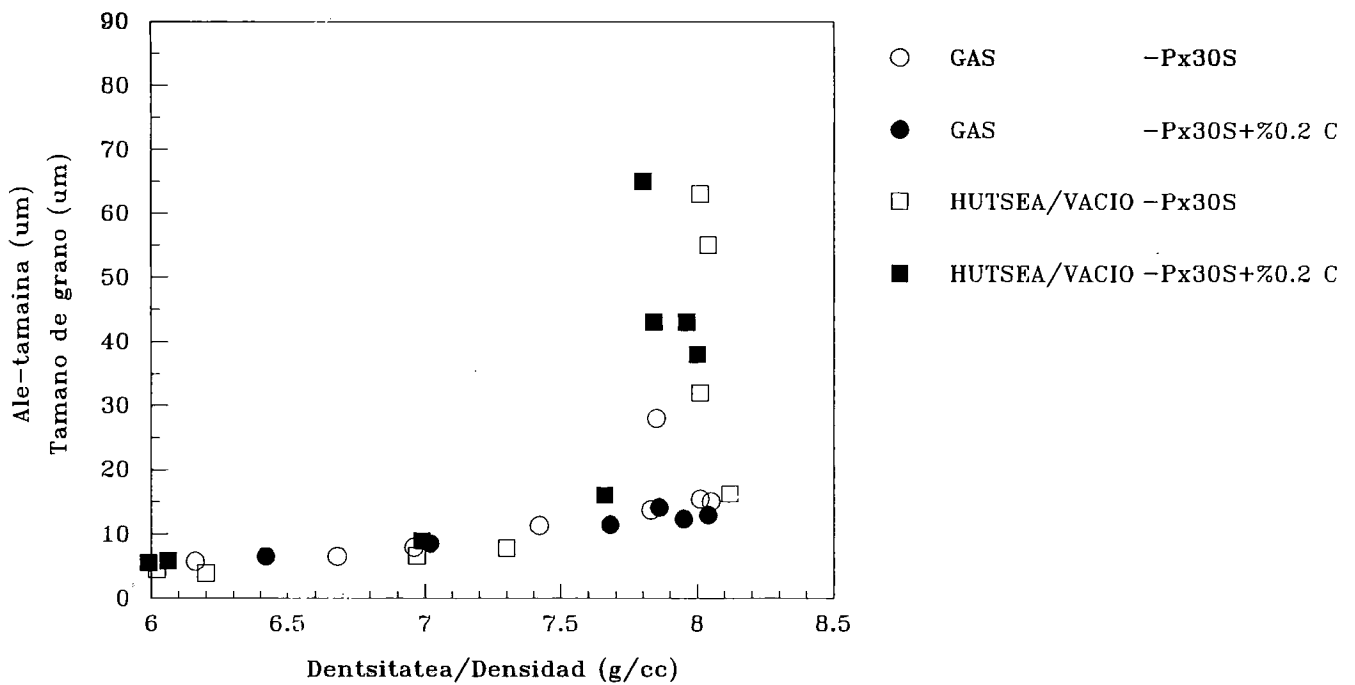
4.7. Ir.: Px30S altzairuaren dentsifikazioa.
 Fig. 4.7: Densificación del acero Px30S.



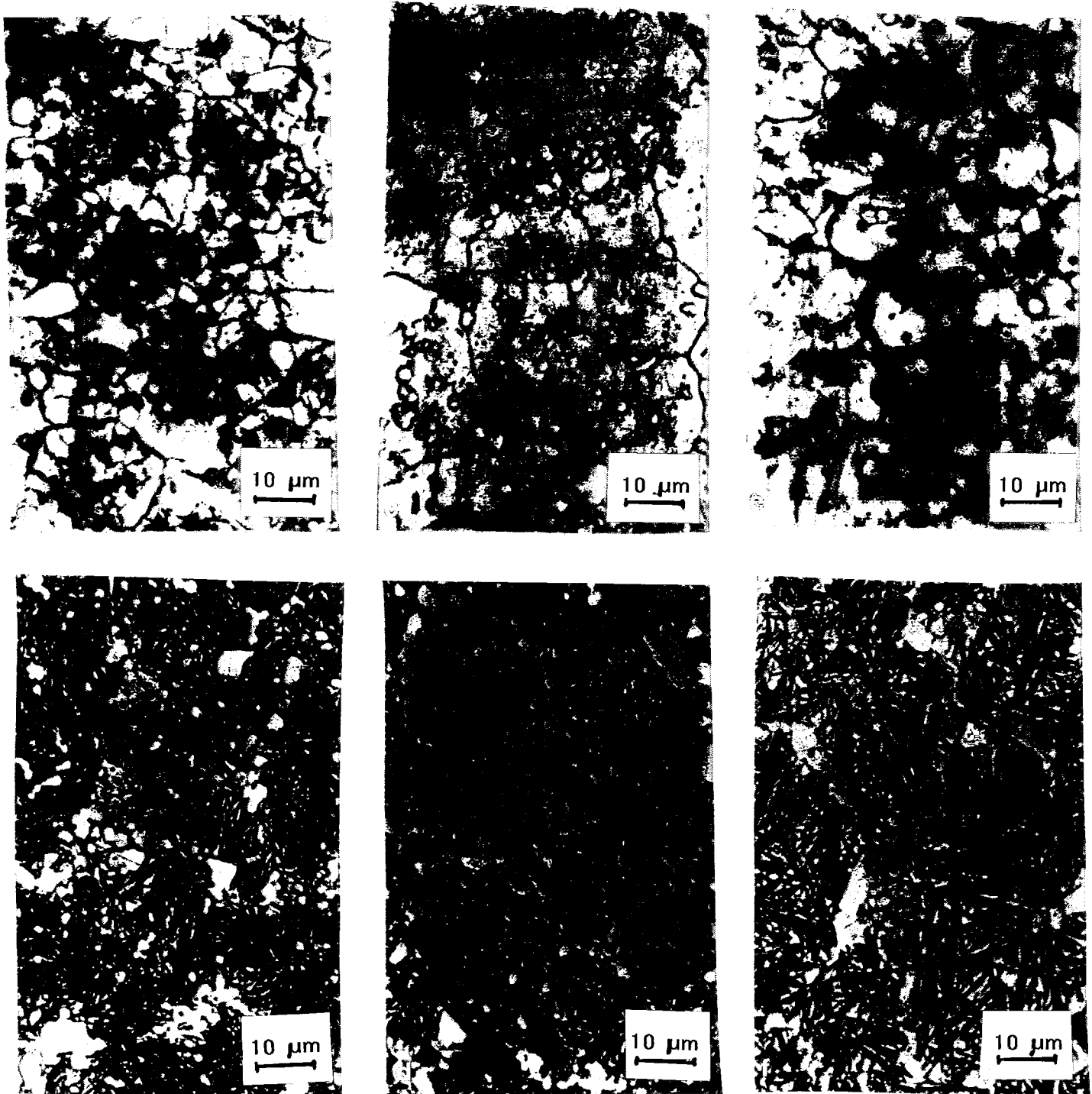
4.9. Ir.: STO-an sinterizatutako altzairuaren mikroegitura a) Px30S gasean, b)Px30S+%0.2C gasean c) Px30S hutsean d) Px30S+%0.2C hutsean. M.O.
 Fig. 4.9: Microestructura a la TOS. a) Px30s en gas, b) Px30s+0.2%C en gas c) Px30s en vacío, d) Px30s+0.2%C en vacío. Microscopía Óptica.



4.10. Ir.: Sinterizazio-temperaturaren eragina ale-tamainan. Px30S altzairua.
 Fig. 4.10: Evolución del tamaño de grano con la temperatura de sinterización. Acero Px30S.



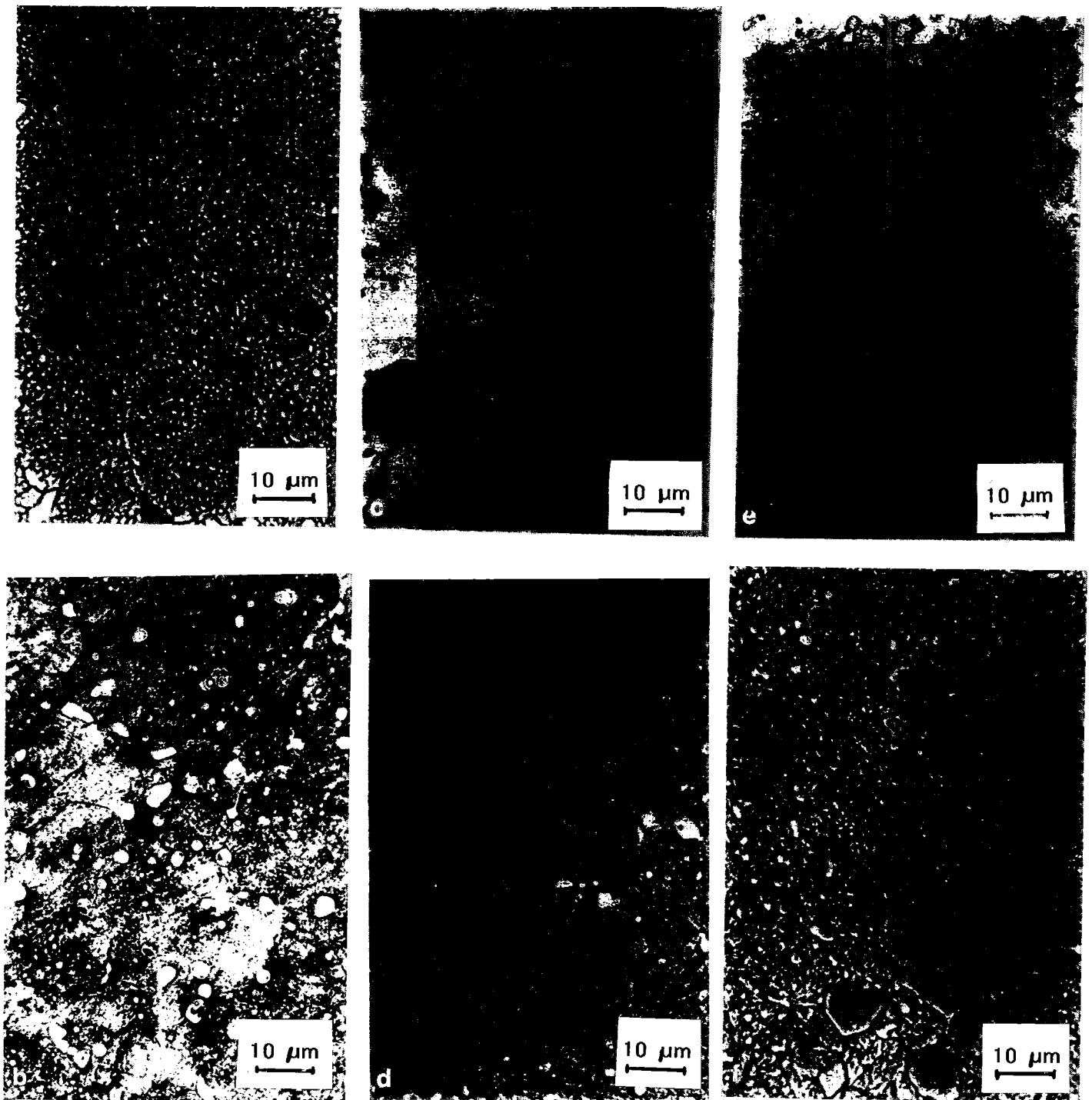
4.11. Ir.: Dentsitatearen eragina ale-tamainan. Px30S altzairua.
 Fig. 4.11: Evolución del tamaño de grano con la densidad. Acero Px30S.



4.13. Ir.: Gasean sinterizatutako Px30-aren tratamendu termikoak. $T_{Aust.}=1200^{\circ}C$

a) airetan tenplatua b) idem. eta $570^{\circ}C$ -tan iraututa c) oliotan tenplatua d) idem. eta $570^{\circ}C$ -tan iraututa, e) uretan tenplatua f) idem. eta $550^{\circ}C$ -tan iraututa. M.O.

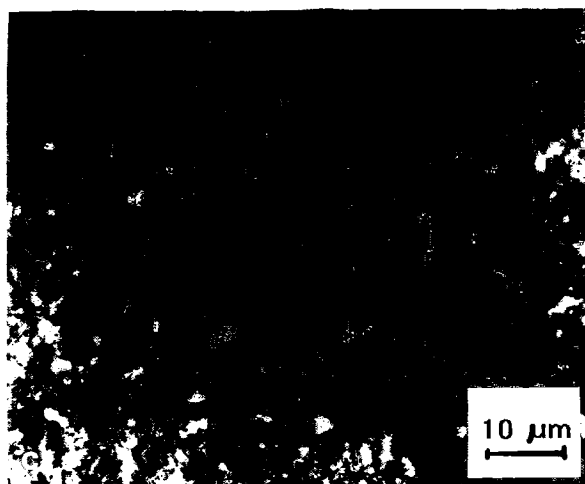
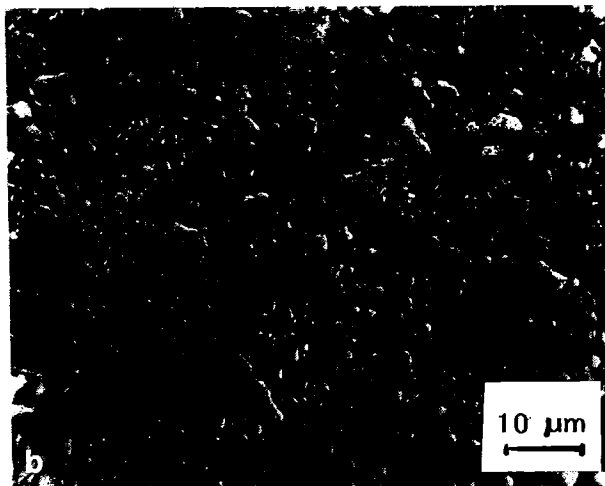
Fig. 4.13: Tratamientos térmicos del Px30 sinterizado en gas. $T_{Aust.}=1200^{\circ}C$ a) temple en aire b) ídem. y revenido a $570^{\circ}C$ c) temple en aceite d) idem. y revenido a $570^{\circ}C$ e) temple en agua e) ídem y revenido a $550^{\circ}C$. Microscopía Óptica.



4.14. Ir.: Hutsean sinterizatutako Px30-aren tratamendu termikoak. $T_{Aust.}=1230^{\circ}C$

a) airetan tenplatua b) idem. eta $550^{\circ}C$ -tan iraututa c) oliotan tenplatua d) idem. eta $500^{\circ}C$ -tan iraututa, e) uretan tenplatua f) idem. eta $500^{\circ}C$ -tan iraututa. M.O.

Fig. 4.14: Tratamientos térmicos del Px30 sinterizado en vacío. $T_{Aust.}=1230^{\circ}C$ a) temple en aire b) ídem. y revenido a $550^{\circ}C$ c) temple en aceite d) ídem. y revenido a $500^{\circ}C$ e) temple en agua e) ídem y revenido a $500^{\circ}C$. Microscopía Óptica.



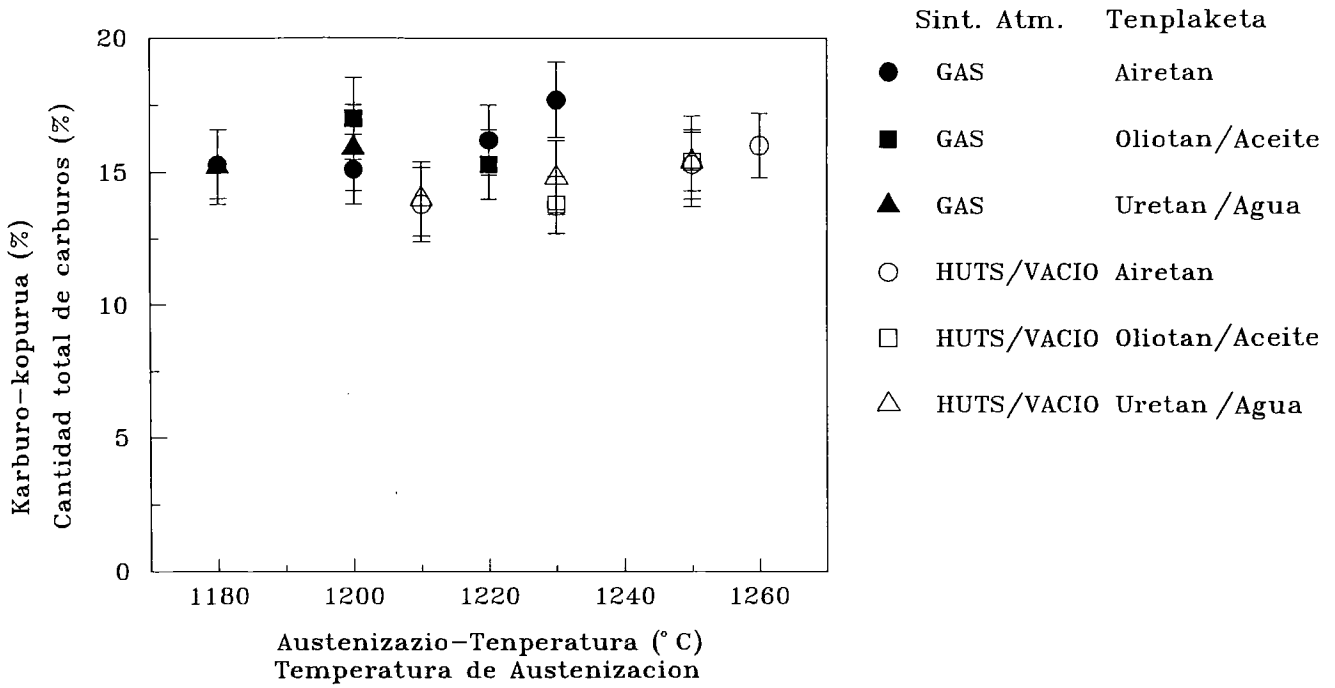
4.15. Ir.: Gasean sinterizatutako Px30. $T_{\text{aust.}}=1200^{\circ}\text{C}$, oliotan tenplatuak.

a) $T_{\text{I}}=535^{\circ}\text{C}$ b) $T_{\text{I}}=570^{\circ}\text{C}$ c) $T_{\text{I}}=600^{\circ}\text{C}$.

Fig. 4.15: Px30 sinterizado en gas. $T_{\text{aust.}}=1200^{\circ}\text{C}$, temple en aceite.

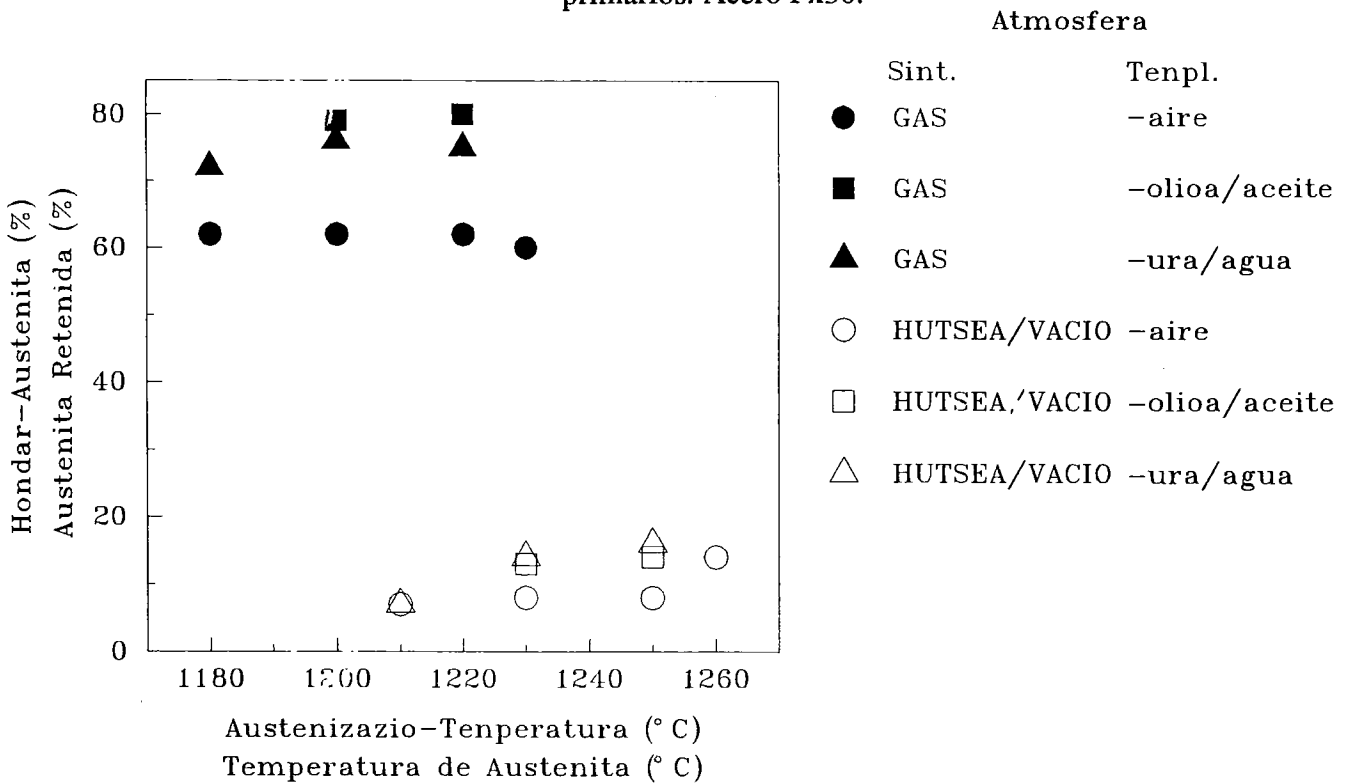
a) $T_{\text{R}}=535^{\circ}\text{C}$ b) $T_{\text{R}}=570^{\circ}\text{C}$ c) $T_{\text{R}}=600^{\circ}\text{C}$.

Px30



4.16. Ir.: Karburo primarioen kopuruaren austenizazio-temperaturarekiko menpekotasuna. Px30 altzairua.

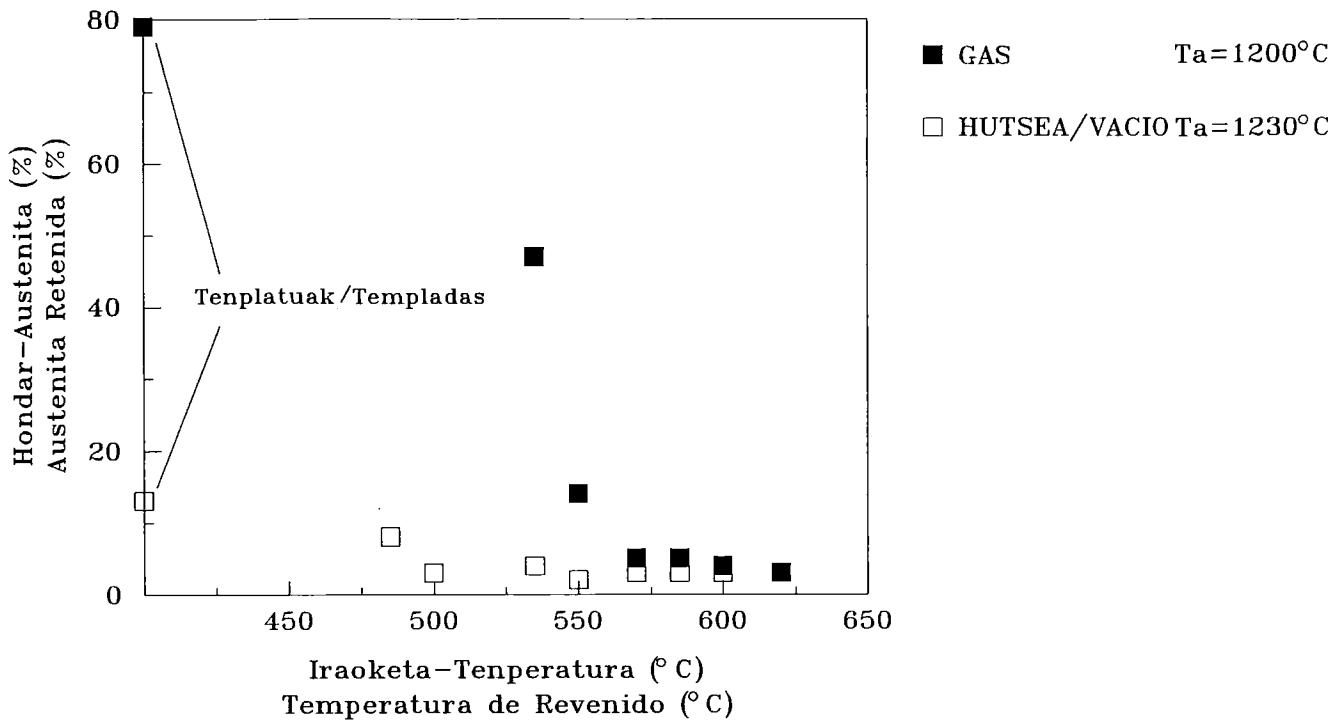
Fig. 4.16: Efecto de la temperatura de austenización sobre la cantidad de carburos primarios. Acero Px30.



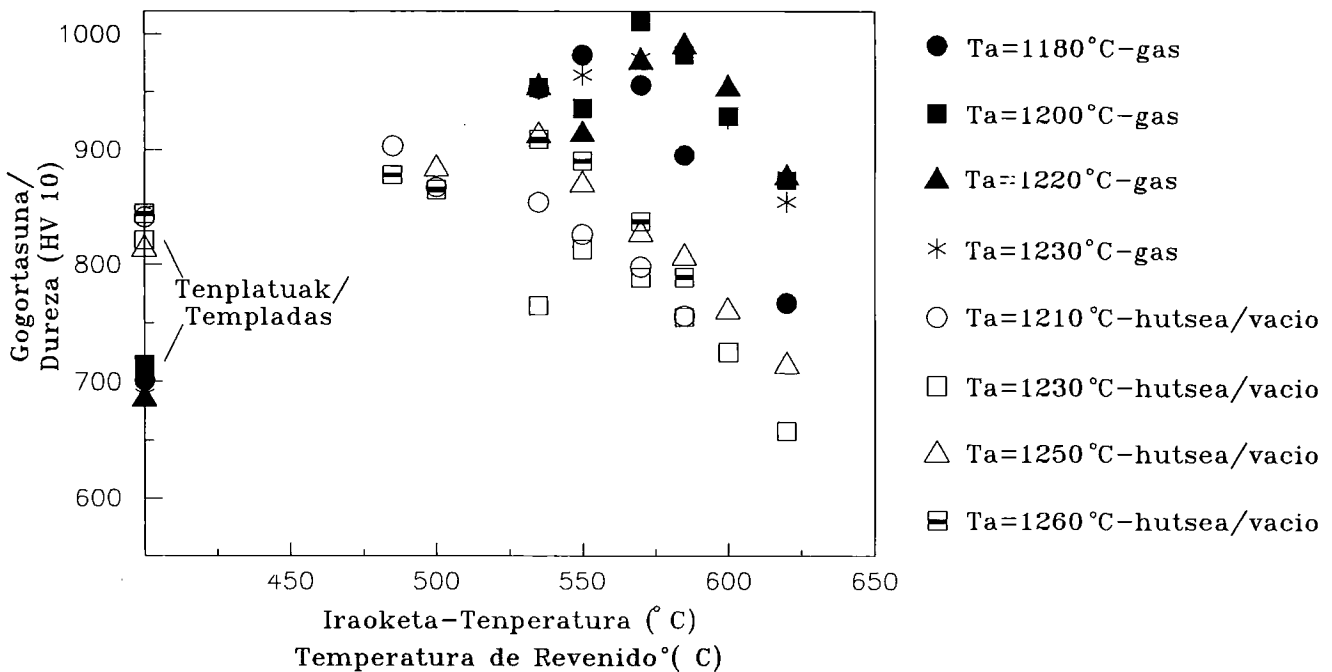
4.17. Ir.: Hondar-Austenita kopuruaren austenizazio-temperaturarekiko menpekotasuna. Px30 altzairua.

Fig. 4.17: Variación de la cantidad de austenita retenida con la temperatura de austenización. Acero Px30.

Px30

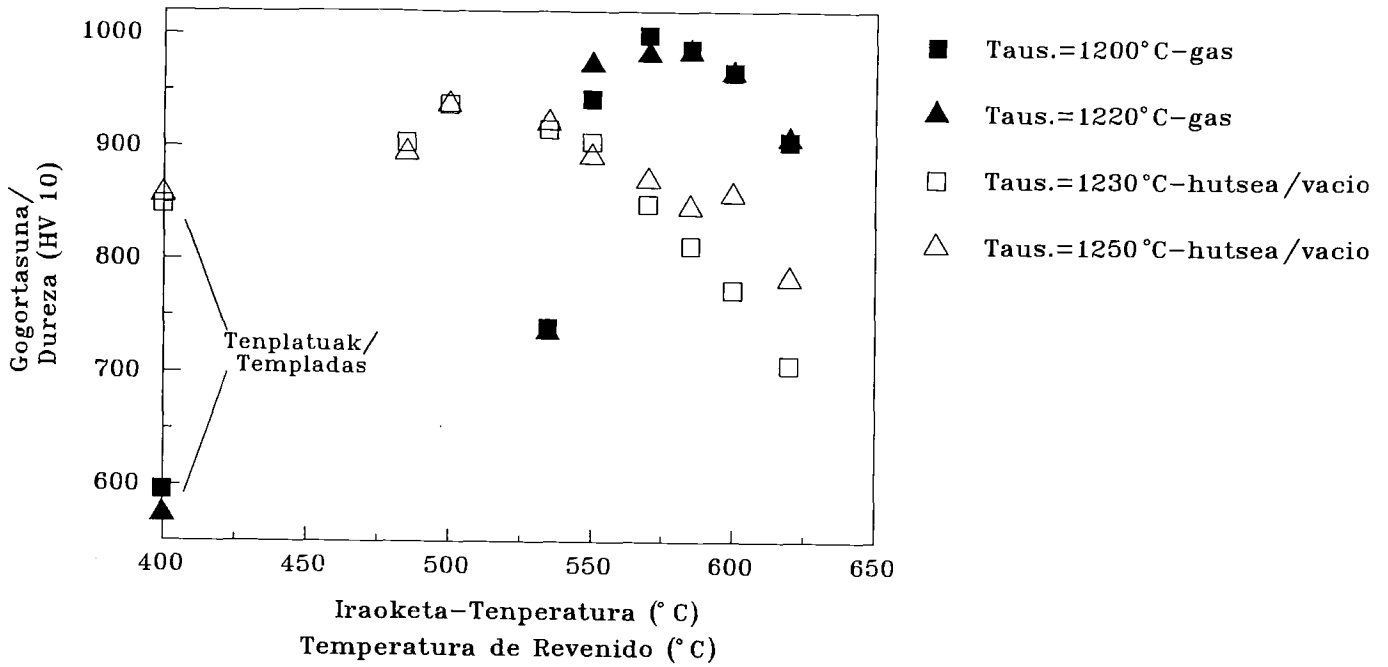


4.18. Ir.: Iraoketa-temperaturaren eragina hondar-austenita kopuruan. Px30 altzairua.
 Fig. 4.18: Efecto de la temperatura de revenido sobre la cantidad de austenita retenida.
 Acero Px30.



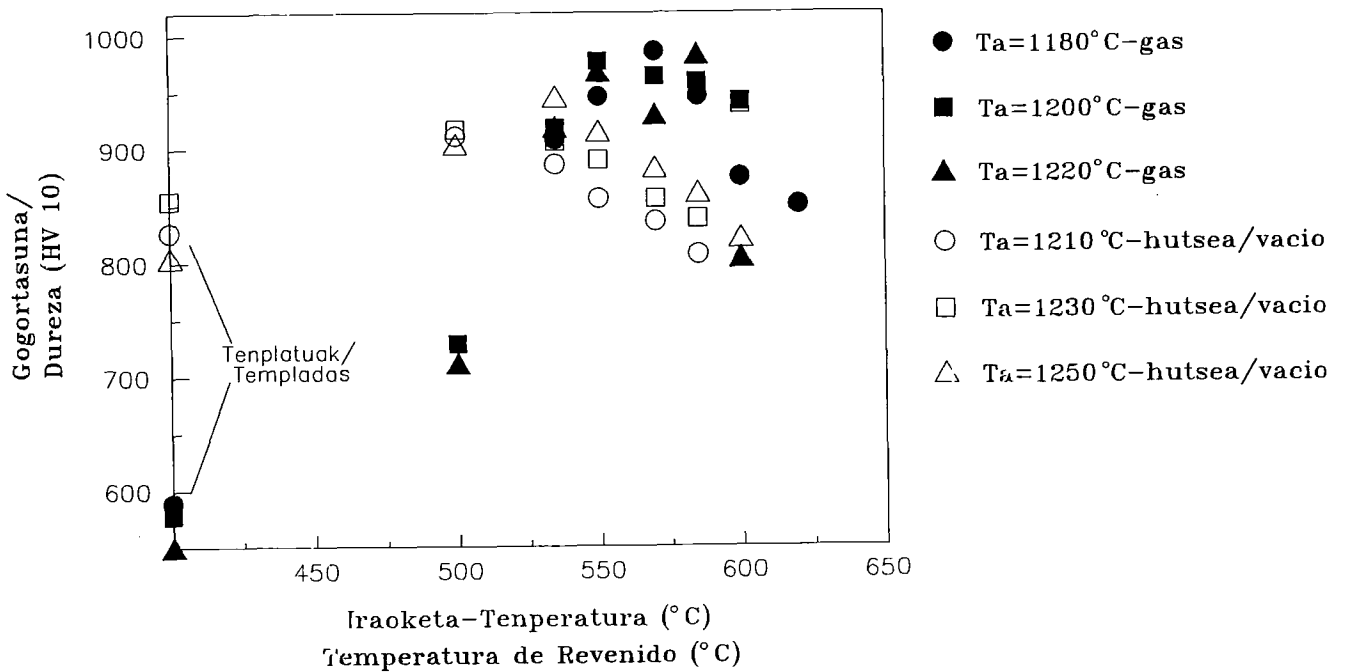
4.19a Ir.: Airetan tenplatuakoko Px30 altzairuaren gogortasuna-kurbak.
 Fig. 4.19a: Curvas de dureza del acero Px30 templado en aire.

Px30
Oliotan Tenplatuak
Temple en aceite



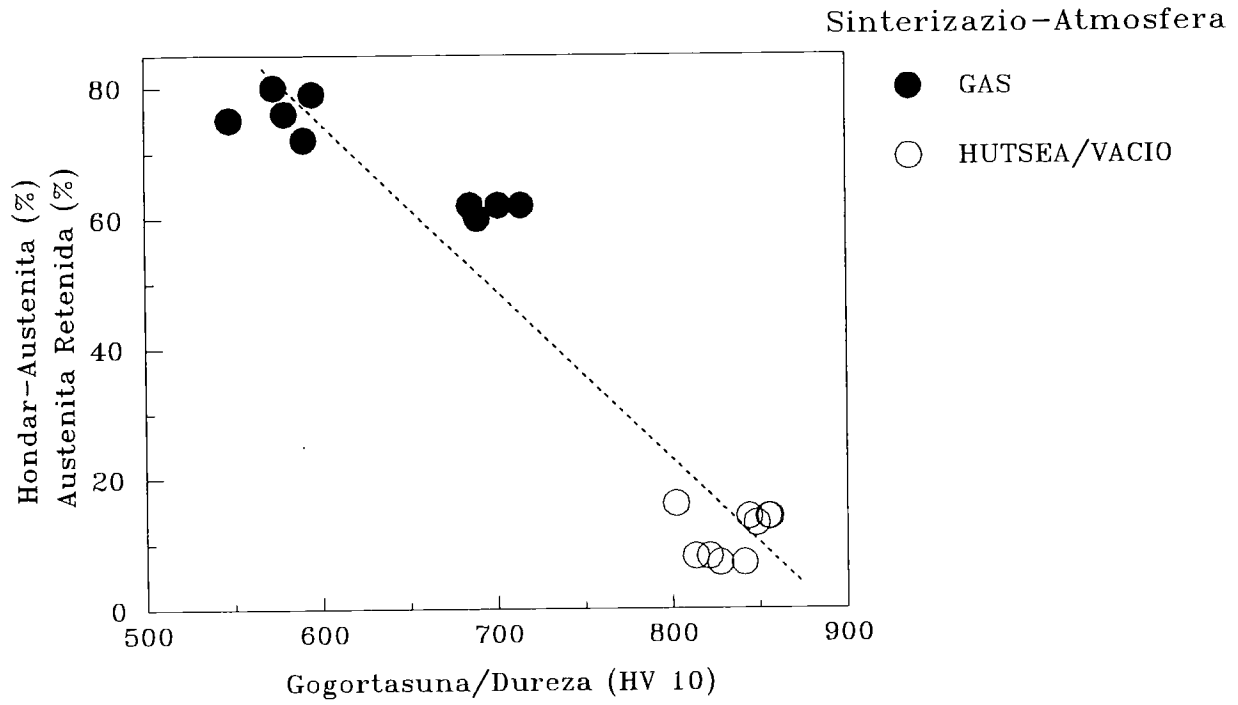
4.19b Ir.: Oliotan tenplatuak Px30 altzairuaren gogortasuna-kurbak.
Fig. 4.19a: Curvas de dureza del acero Px30 templado en aceite.

Px30
Uretan tenplatuak
Temple en agua



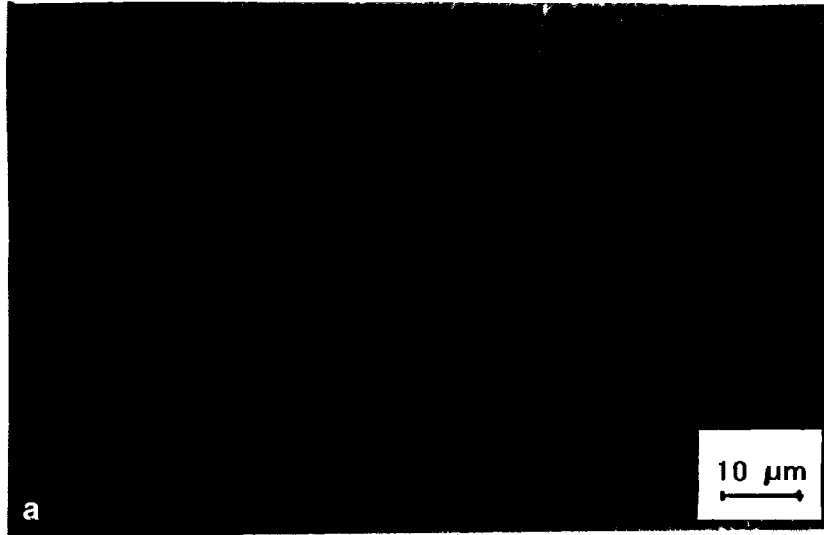
4.19c Ir.: Uretan tenplatuak Px30 altzairuaren gogortasuna-kurbak.
Fig. 4.19c: Curvas de dureza del acero Px30 templado en agua.

Px30



4.20. Ir.: Tenplatu ondorengo Hondar-Austenita kopurua eta gogortasunaren arteko erlazioa. Px30 altzairua.

Fig. 4.20: Relación entre la cantidad de austenita retenida y la dureza en estado de temple. Acero Px30.



4.21. Ir.: Gasean sinterizatutako Px30S-aren tratamendu termikoak. $T_{Aust.}=1200^{\circ}C$.
 a) tenplatua b) $585^{\circ}C$ -tan iraututa. Mikroskopio Optikoan.
 Fig. 4.21: Tratamientos térmicos del Px30 sinterizado en gas. $T_{Aust.}=1200^{\circ}C$
 a) temple b) revenido a $585^{\circ}C$. Microscopía Óptica.

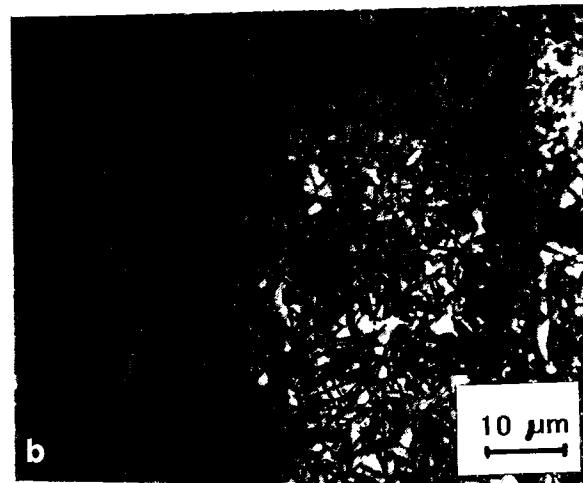
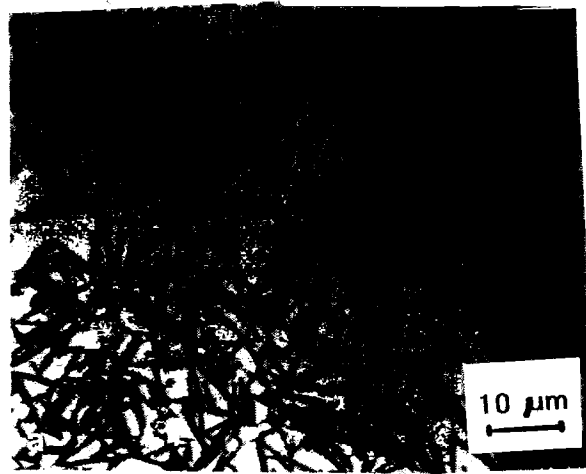


4.22. Ir.: Hutsean sinterizatutako Px30S-aren tratamendu termikoak. $T_{Aust.}=1200^{\circ}\text{C}$

a) tenplatua b) 535°C -tan iraututa. Mikroskopia Optikoan.

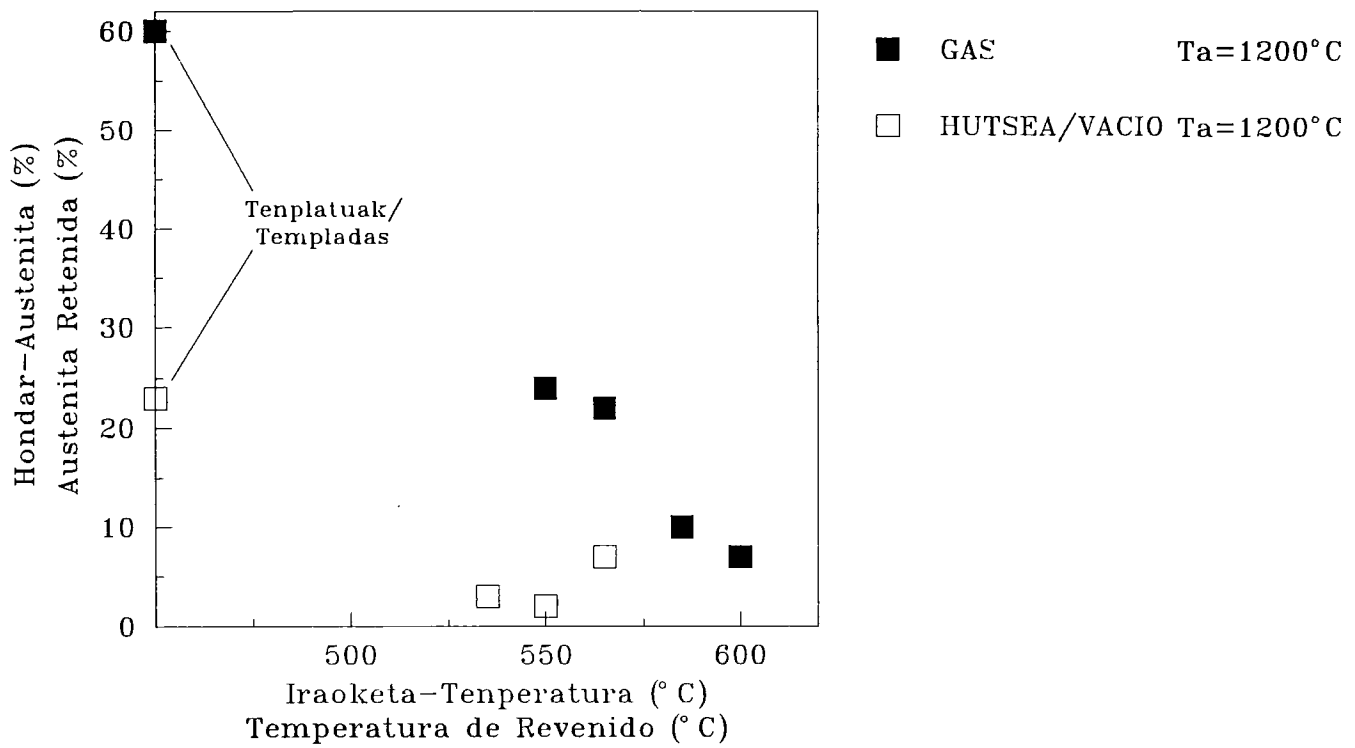
Fig. 4.22: Tratamientos térmicos del Px30S sinterizado en vacío. $T_{Aust.}=1200^{\circ}\text{C}$

a) temple b) revenido a 535°C . Microscopía Óptica.

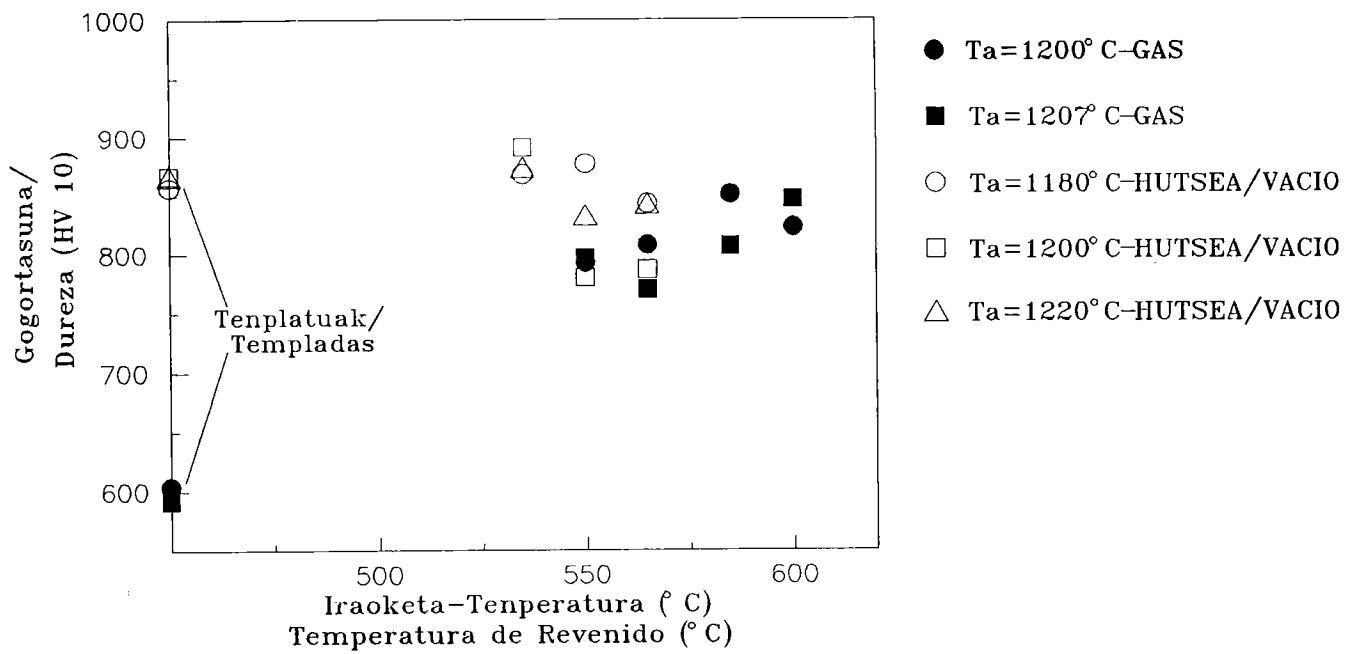


4.23. Ir.: Gasean sinterizatutako Px30S-a. $T_{\text{aust.}}=1200^{\circ}\text{C}$,
a) $T_{\text{I}}=550^{\circ}\text{C}$ b) $T_{\text{I}}=585^{\circ}\text{C}$ c) $T_{\text{I}}=600^{\circ}\text{C}$.

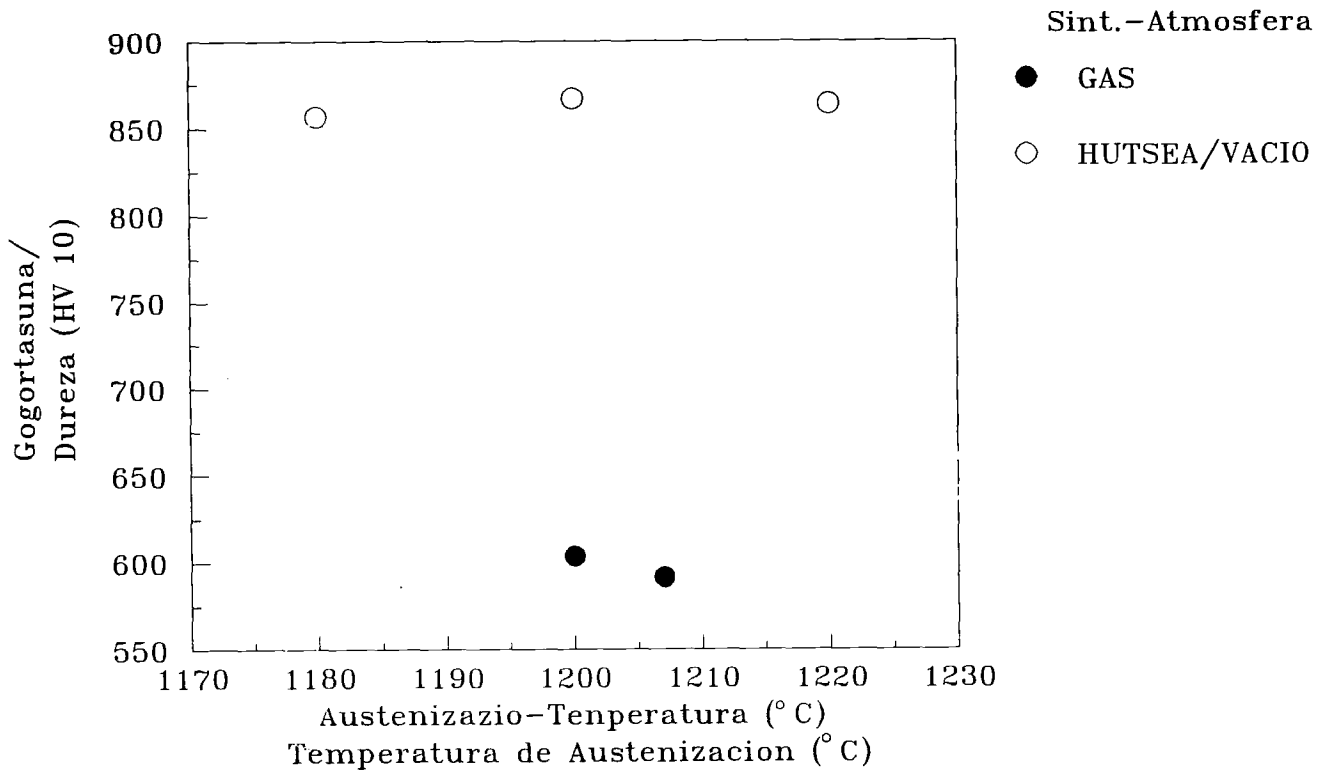
Fig. 4.23: Px30S sinterizado en gas. $T_{\text{aust.}}=1200^{\circ}\text{C}$, temple en aceite.
a) $T_{\text{R}}=550^{\circ}\text{C}$ b) $T_{\text{R}}=585^{\circ}\text{C}$ c) $T_{\text{R}}=600^{\circ}\text{C}$.



4.24. Ir.: Iraoketa-temperaturaren eragina Hondar-Austenita kopuruan. Px30S altzairua.
 Fig. 4.24: Variación de la cantidad de austenita retenida con la temperatura de revenido.
 Acero Px30S.

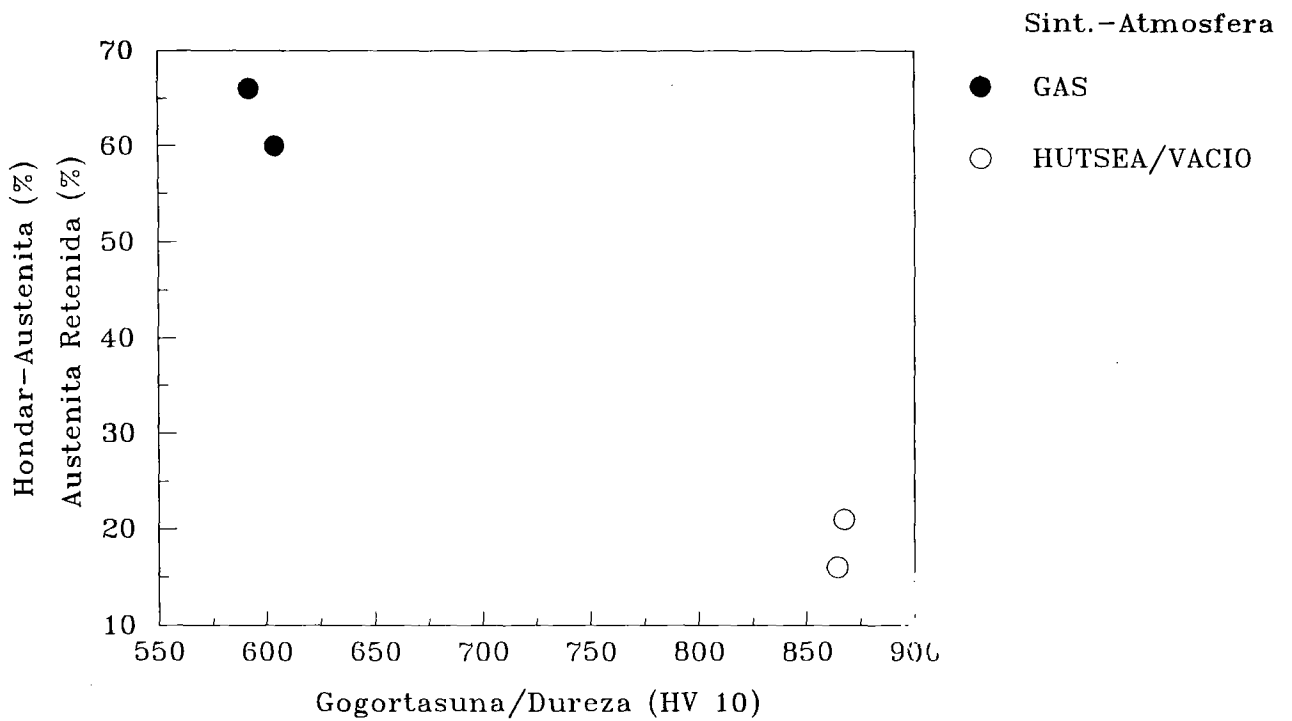


4.25. Ir.: Px30S altzairuaren gogortasuna-kurbak.
 Fig. 4.25: Curvas de dureza del acero Px30S.



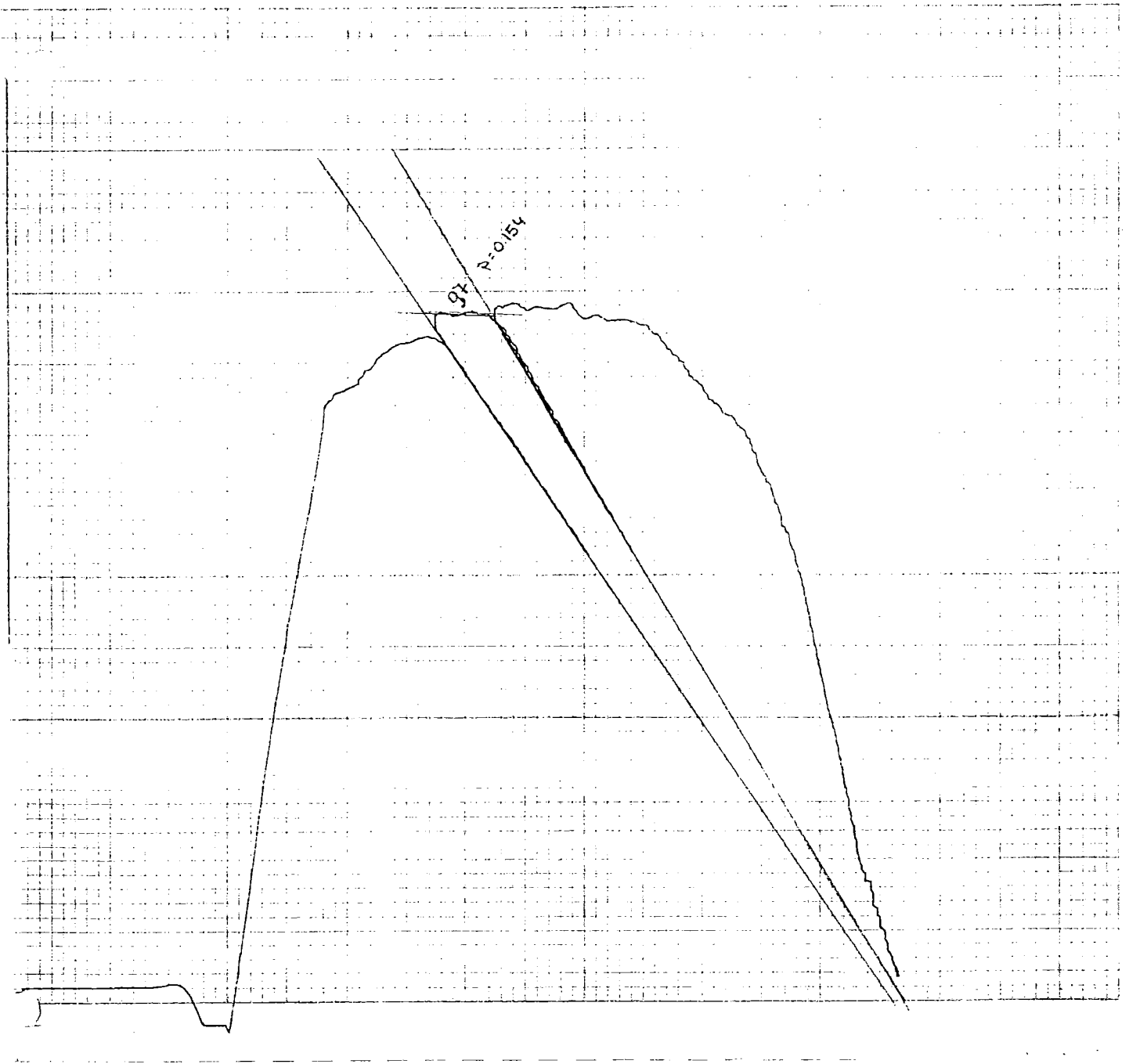
4.26. Ir.: Austenizazio-temperaturaren eragina tenplatu ondorengo-gogortasunean. Px30S altzairua.

Fig. 4.26: Efecto de la temperatura de austenización sobre la dureza de temple. Acero Px30S.

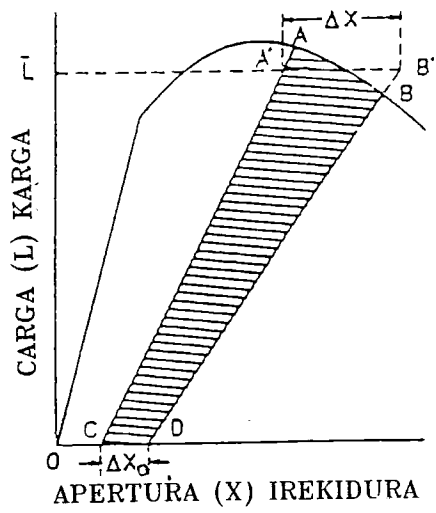


4.27. Ir.: Tenplatu ondorengo Hondar-Austenita kopurua eta gogortasunaren arteko erlazioa. Px30S altzairua.

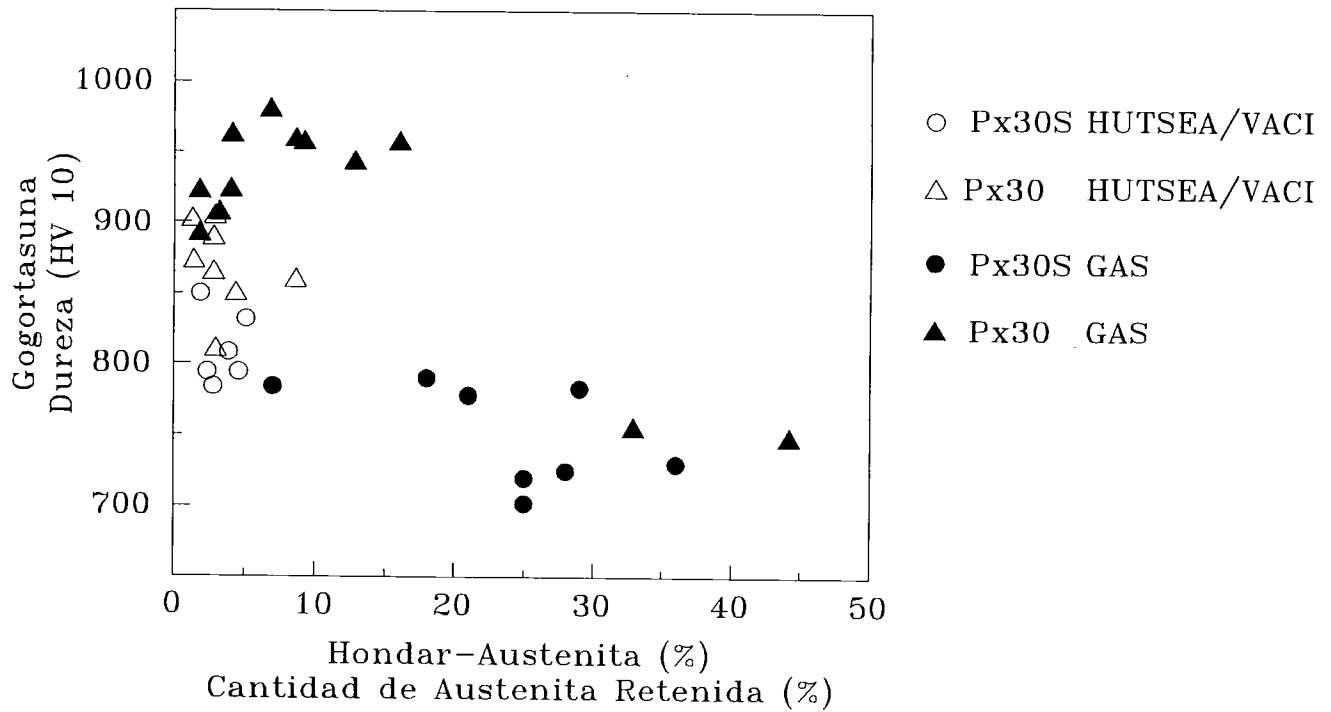
Fig. 4.27: Relación entre la cantidad de austenita retenida y la dureza en estado de temple. Acero Px30S.



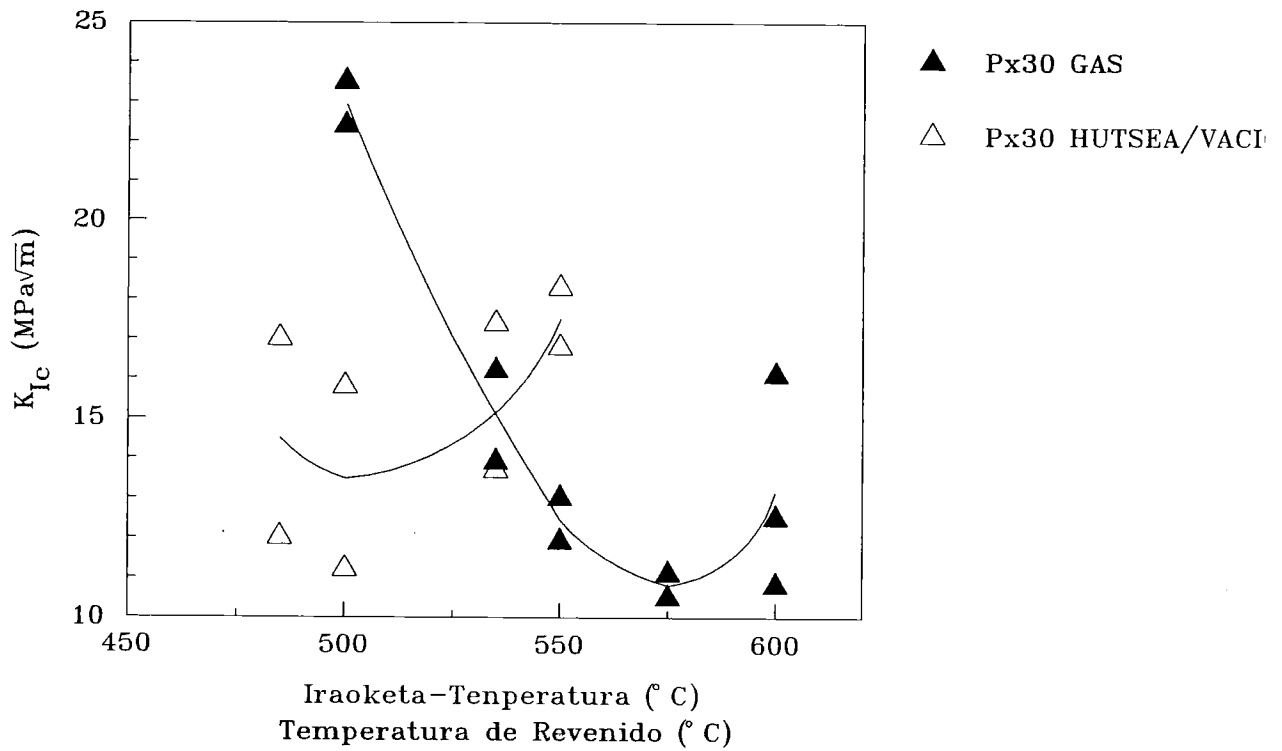
4.28. Ir.: Karga/Hozka-etzpainen irekidura errejistroa. Barker saiakuntza.
Fig. 4.28: Registro típico carga/apertura de los labios de la entalla. Ensayo Barker.



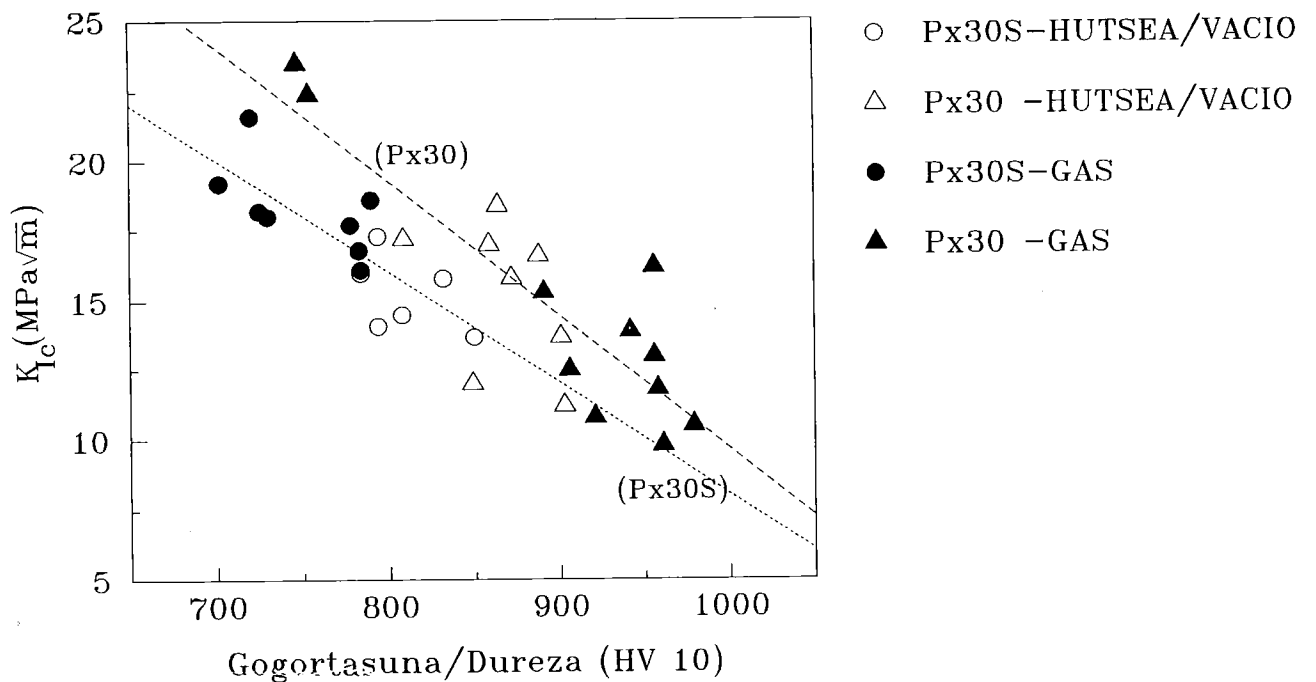
4.29. Ir.: Portaera elasto-plastikozko Barker-saiakuntza baten eskema.
 Fig. 4.29: Esquema de un ensayo Barker con comportamiento elasto-plástico.



4.30. Ir.: Barker zailtasun-probeten Hondar-Austenita kopurua eta gogortasunen arteko erlazioa.
 Fig. 4.30: Relación entre la cantidad de austenita retenida y la dureza de las probetas de tenacidad Barker.



4.31. Ir.: Barker-zailtasunaren iraoketa-temperaturarekiko menpekotasuna. Px30 altzairua.
 Fig. 4.31: Efecto de la temperatura de revenido sobre la tenacidad Barker. Acero Px30.



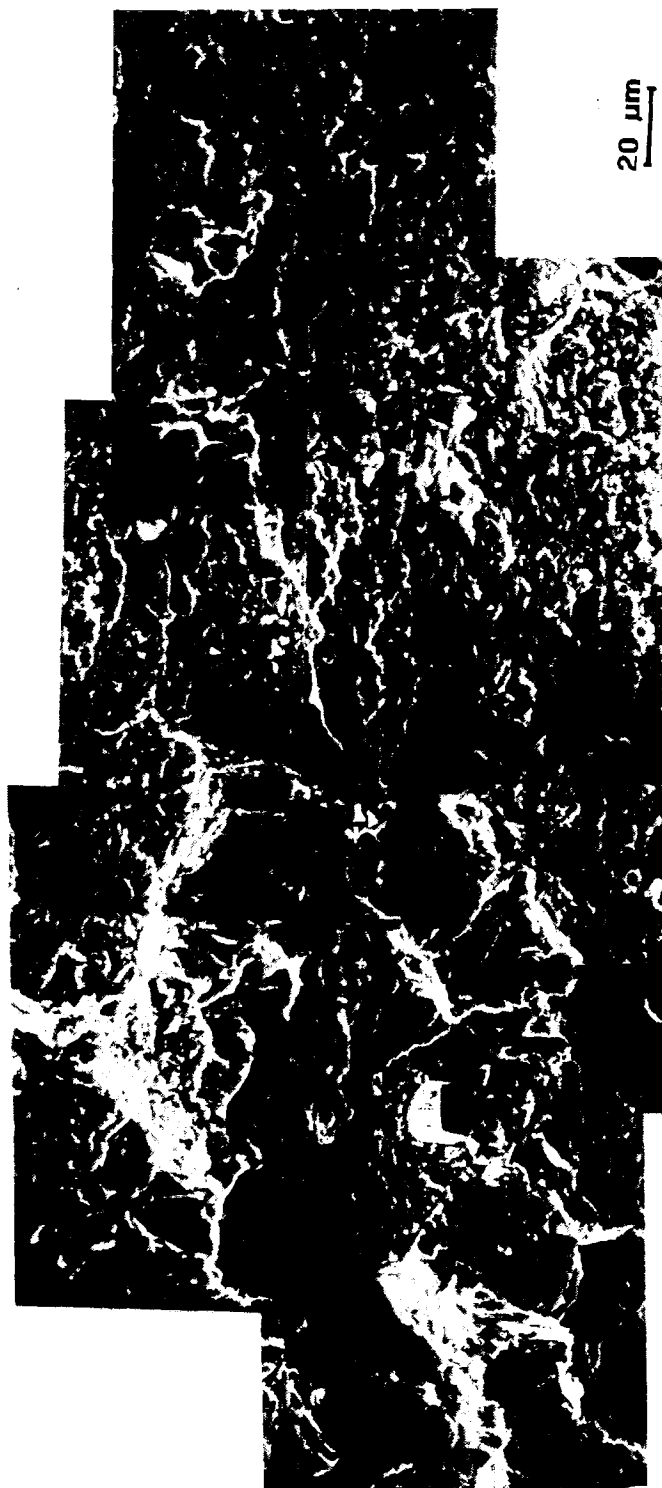
4.32. Ir.: Gogortasunaren eragina zailtasunean. Barker-saiakuntza.
 Fig. 4.32: Efecto de la dureza sobre la tenacidad. Ensayo Barker.

Barker zailtasun-saiakuntza.
Ensayo de tenacidad Barker.

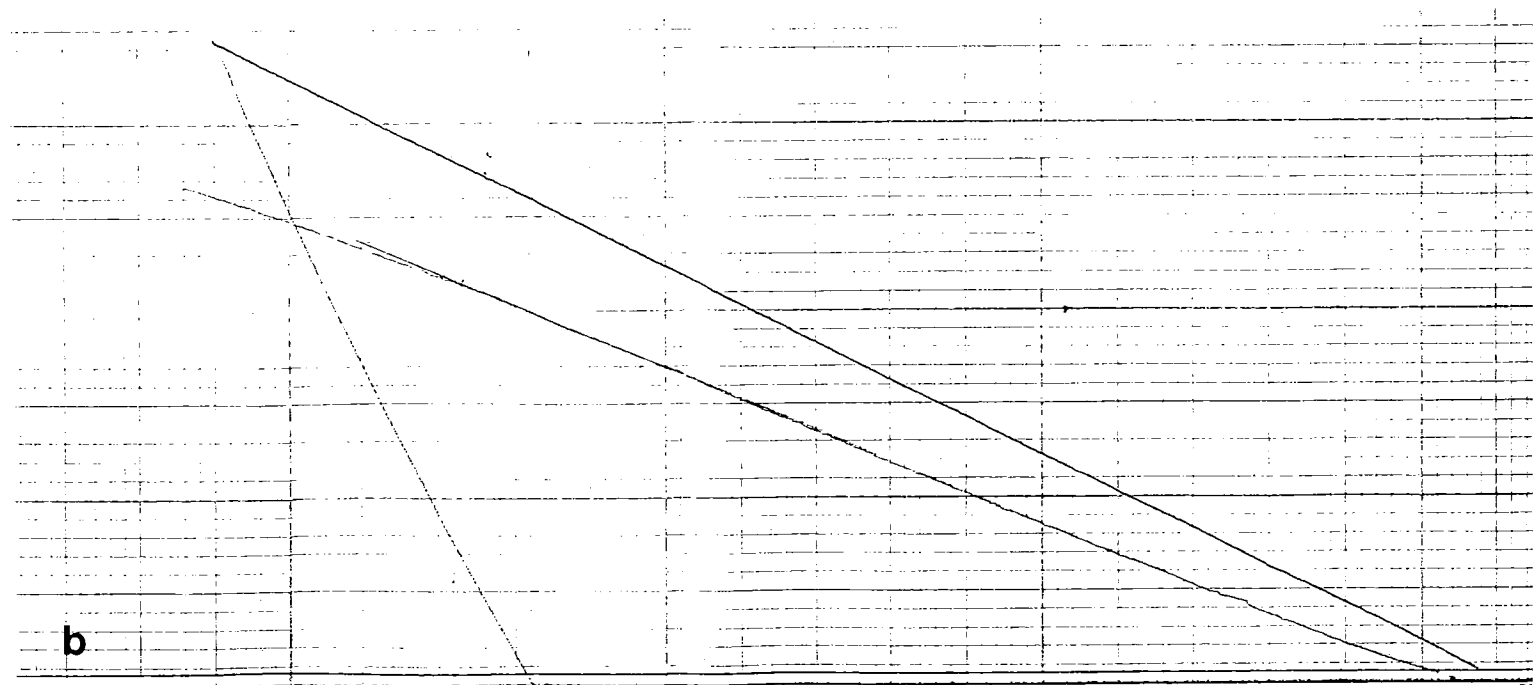
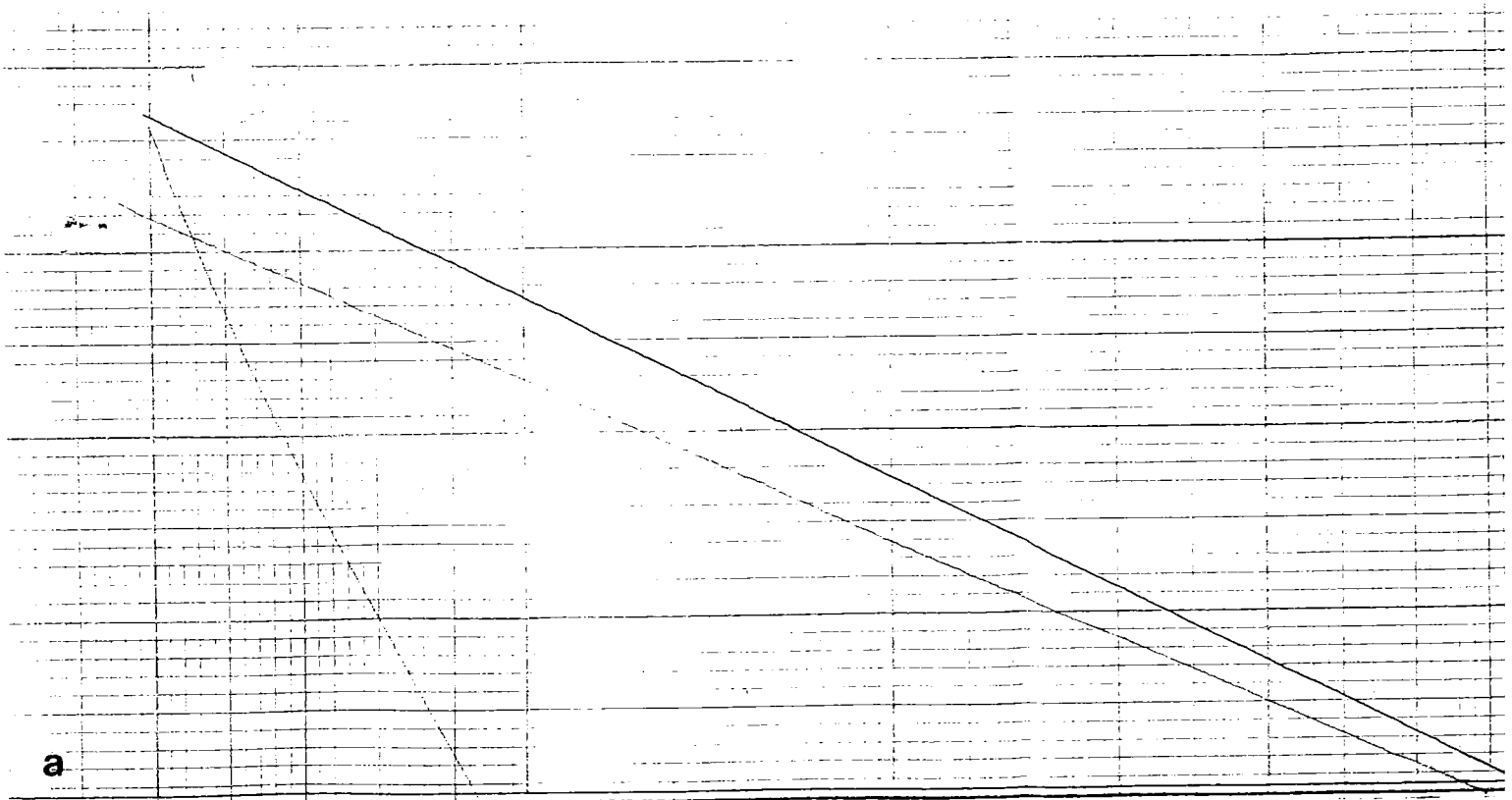


4.36 a) Ir.: Gasean sinterizatutako Px30S-a. 620°C-tan iraotutako Haustura-gainazala.
Fig. 4.36 a) Px30 sinterizado en gas revenido a 620°C. Superficie de fractura.

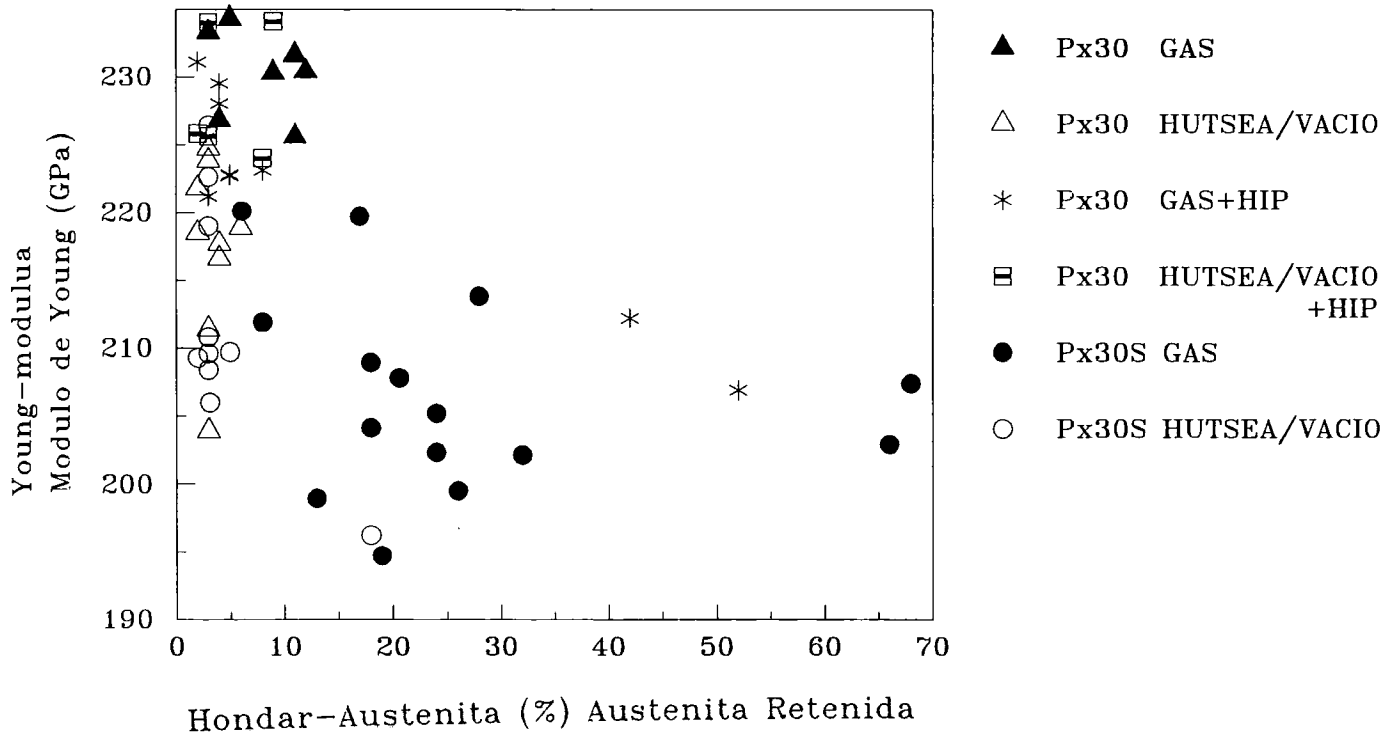
Barker zailtasun-saiakuntza.
Ensayo de tenacidad Barker.



4.36 b) Ir.: Gasean sinterizatutako Px30S-a. 550°C-tan iraotutako. Haustura-gainazala.
Fig. 4.36 b) Px30 sinterizado en gas revenido a 550°C. Superficie de fractura.

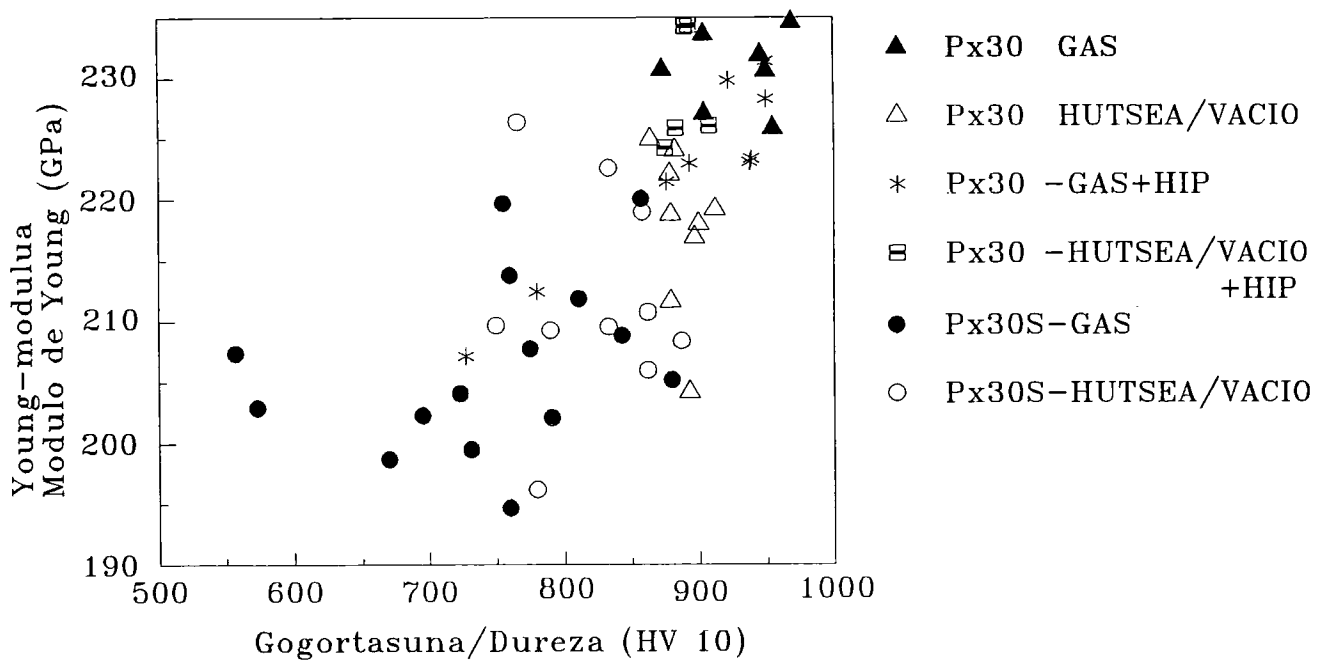


4.37. Ir.: Lau puntutako makurdura-saiakuntzaren erregistroak.
 a) Haustura hauskorra b) Portaera elasto-plastikoa.
 Fig. 4.37: Registros de ensayos de flexión en cuatro puntos.
 a) Fractura frágil b) Comportamiento elasto-plástico.



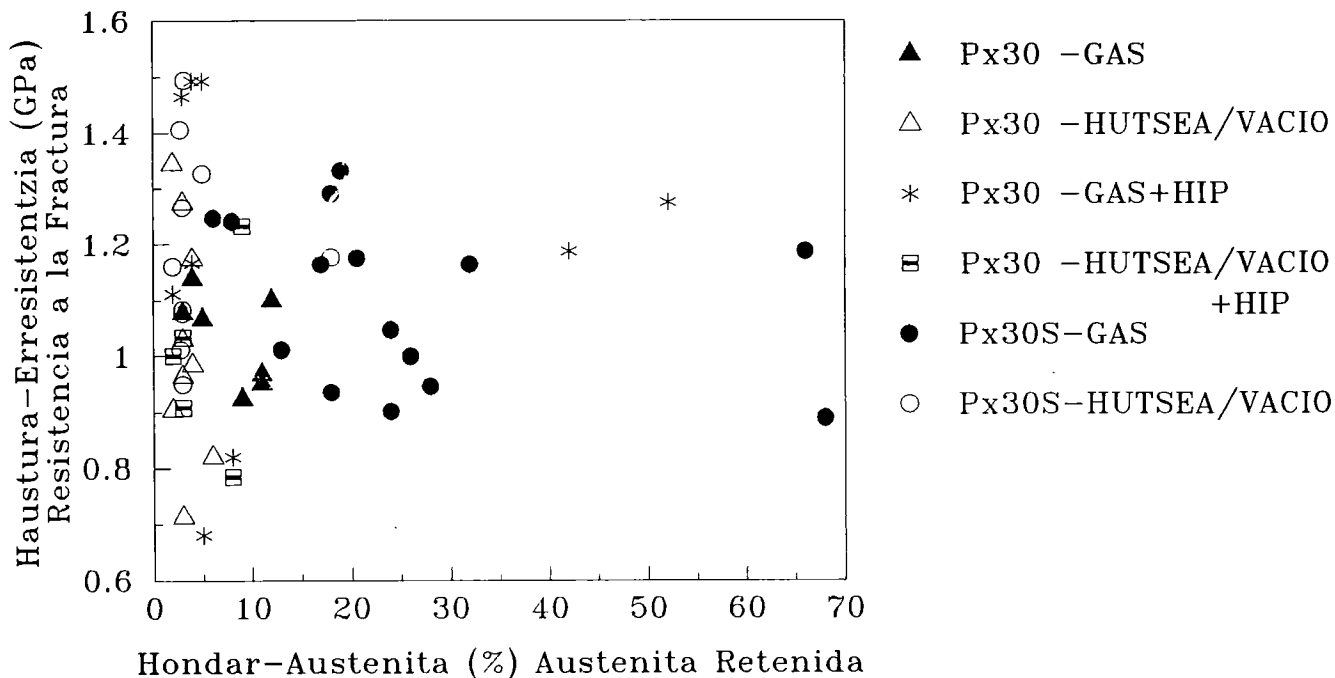
4.38. Ir. Hondar-Austenita kopuruaren eragina Young-moduluan. Lau puntutako makurdura-saiakuntza.

Fig. 4.38: Efecto de la cantidad de austenita retenida sobre el módulo de Young. Ensayo de flexión en cuatro puntos.



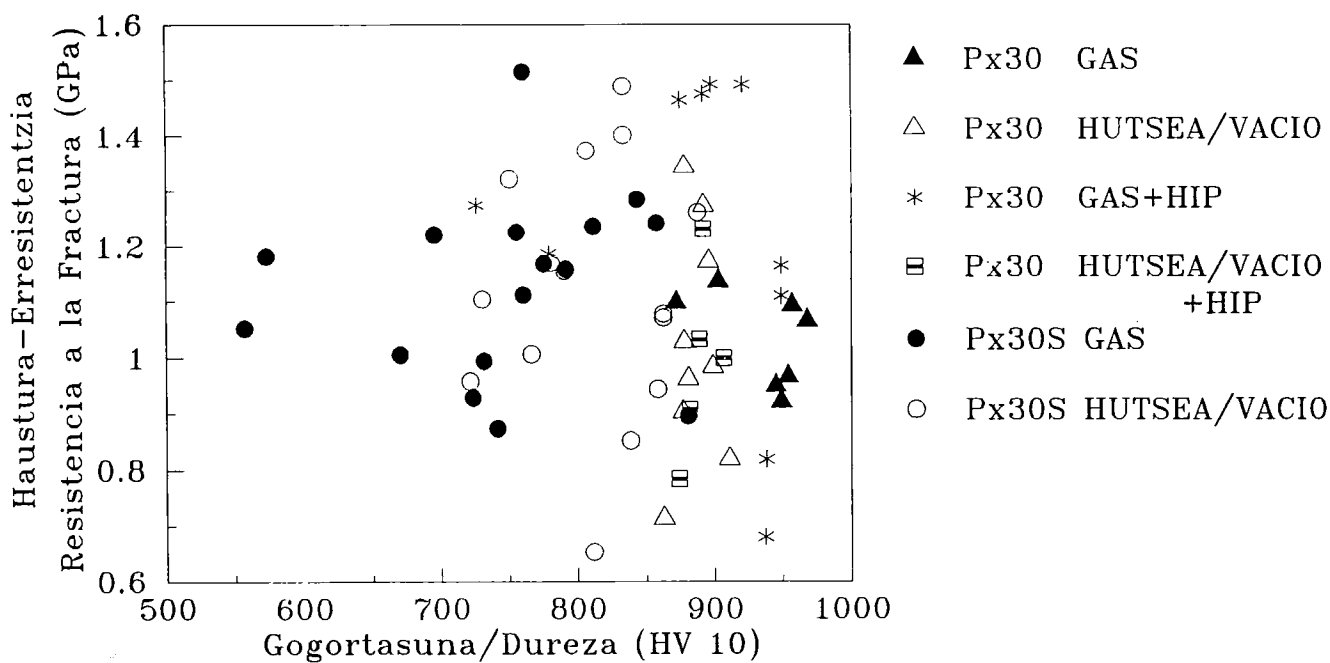
4.39. Ir.: Gogortasunaren eragina Young-moduluan. Lau puntutako makurdura-saiakuntza.

Fig. 4.39: Efecto de la dureza sobre el módulo de Young. Ensayo de flexión en cuatro puntos.



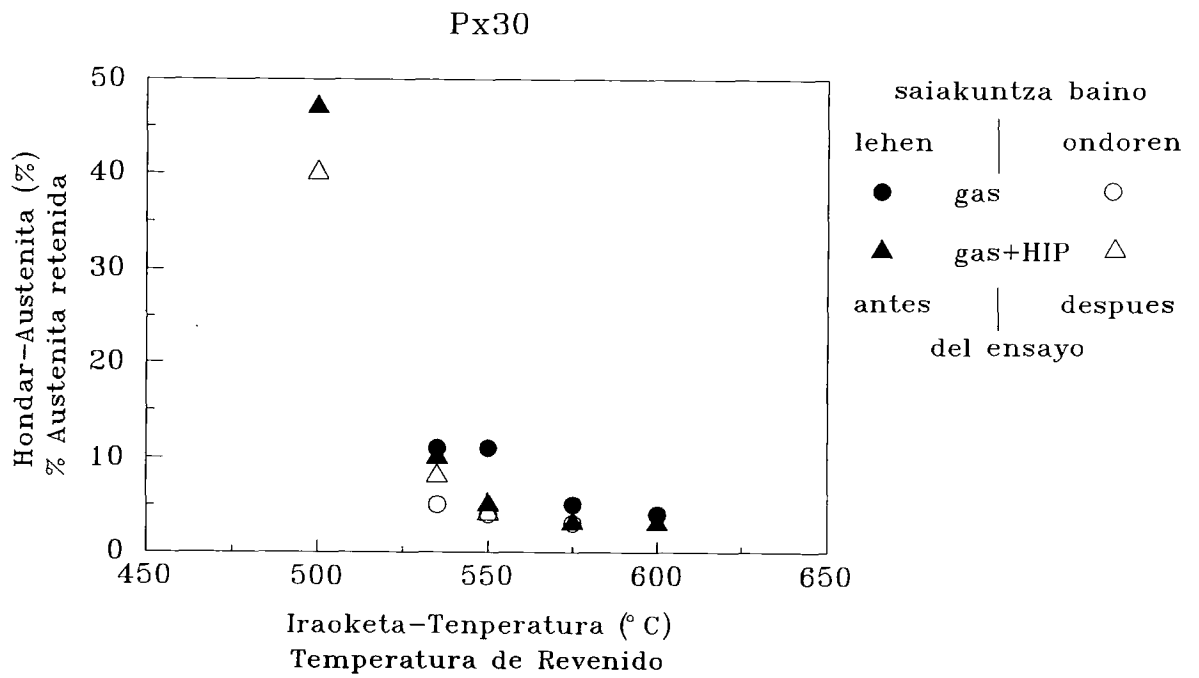
4.40. Ir.: Hondar-Austenita kopuruaren eragina haustura-erresistentzian. Lau puntutako makurdura-saiakuntza.

Fig. 4.40: Efecto de la cantidad de austenita retenida sobre la resistencia a la fractura. Ensayo de flexión en cuatro puntos.



4.41. Ir.: Gogortasunaren eragina haustura-erresistentzian. Lau puntutako makurdura-saiakuntza.

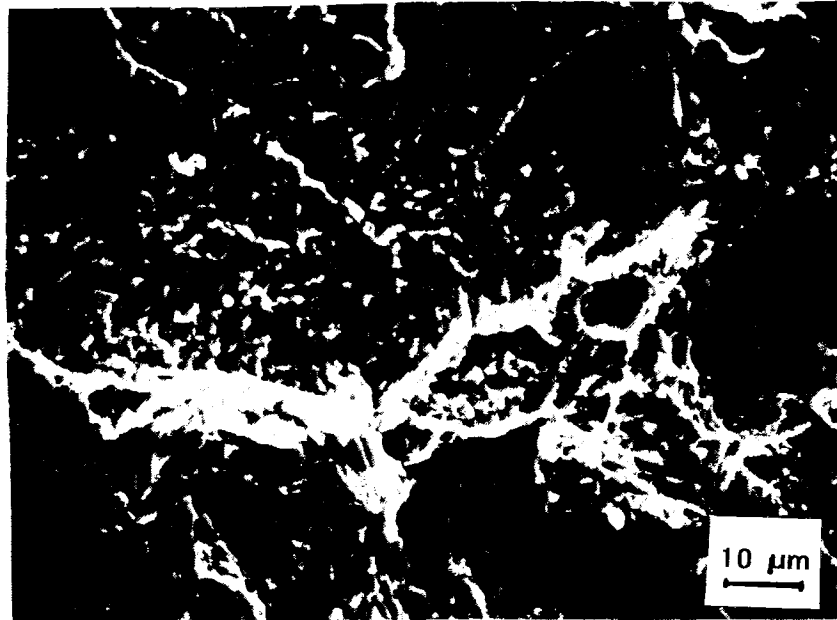
Fig. 4.41: Efecto de la dureza sobre la resistencia a la fractura. Ensayo de flexión en cuatro puntos.



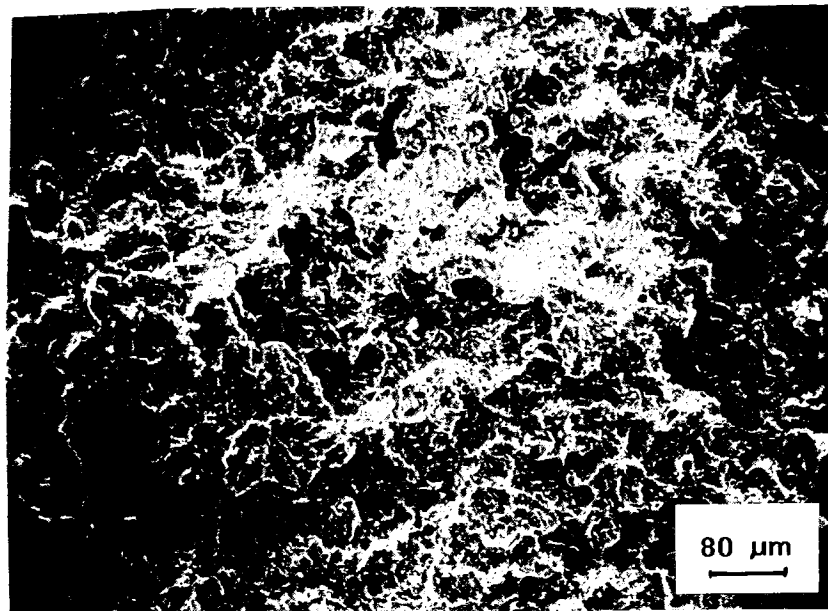
4.42. Ir.: Hondar-Austenita kopurua saiakuntza baino lehen eta honen ondoren. Px30 altzairua. Lau puntutako makurdura-saiakuntza.

Fig. 4.42: Cantidad de austenita retenida antes y después del ensayo. Acero Px30. Ensayo de flexión en cuatro puntos.

Lau puntutako makurdura-saiakuntza.
Ensayo de flexión en cuatro puntos.

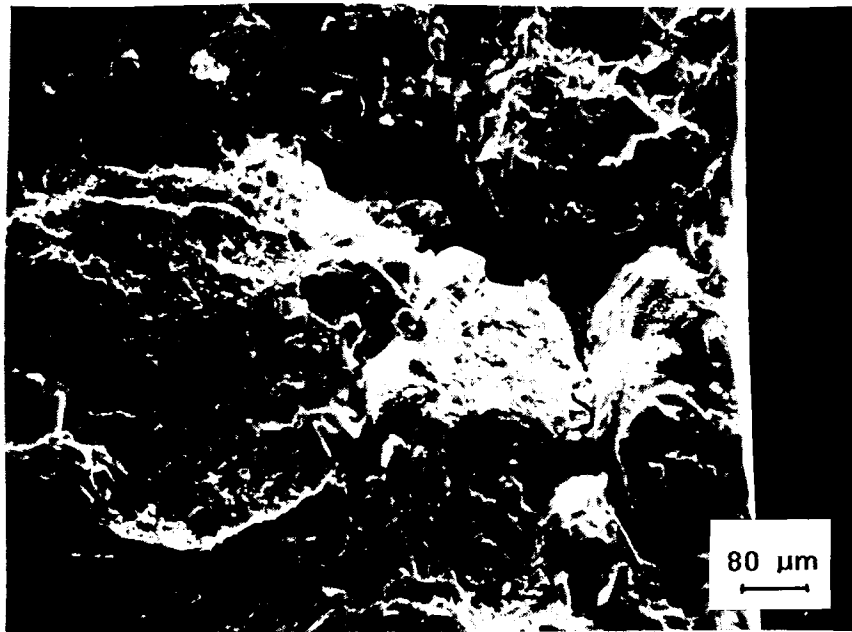


4.46. Ir.: Px30S hutsean sinterizatua. Iraoketa-Temperatura, 550°C.
Fig. 4.46: Px30S sinterizado en vacío. Temperatura de revenido, 550°C



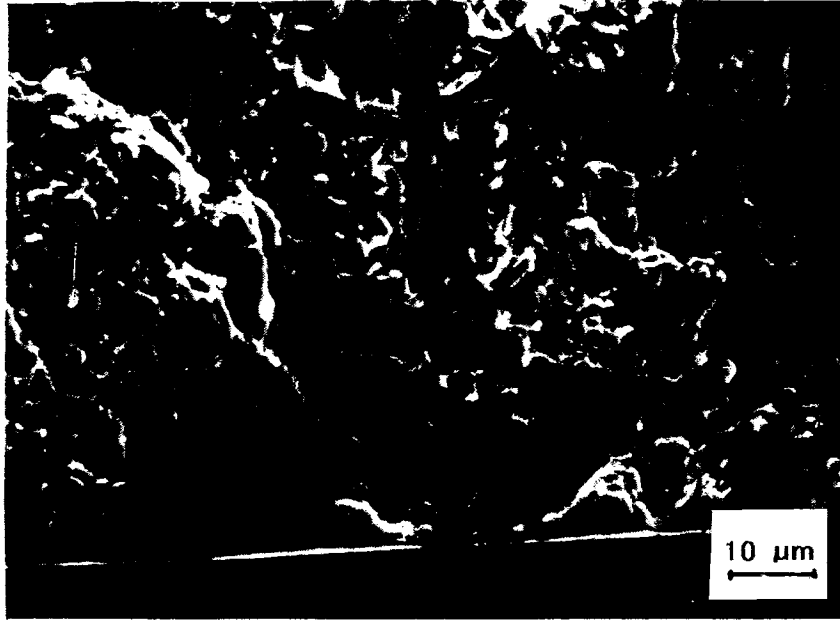
4.47. Ir.: Px30S hutsean sinterizatua. Iraoketa-Temperatura, 535°C.
Fig. 4.47: Px30S sinterizado en vacío. Temperatura de revenido, 535°C

Lau puntutako makurdura-saiakuntza.
Ensayo de flexión en cuatro puntos.

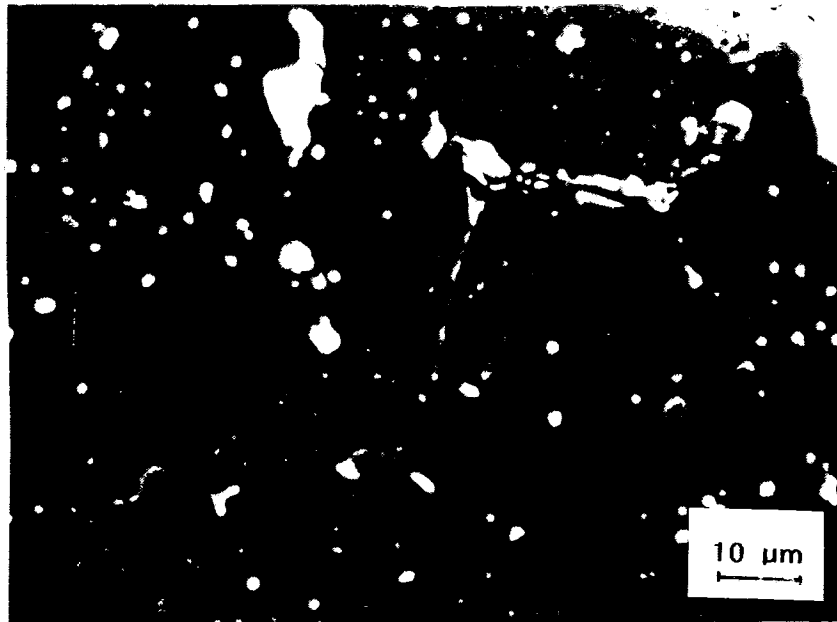


4.48. Ir.: P_x30S hutsean sinterizatua. Iraoketa-Temperatura, 535°C. Haustura-hasiera.
Fig. 4.48: P_x30S sinterizado en vacío. Temperatura de revenido, 535°C. Inicio de la fractura.

Lau puntutan makurdura-saiakuntza.
Ensayo de flexión en cuatro puntos.

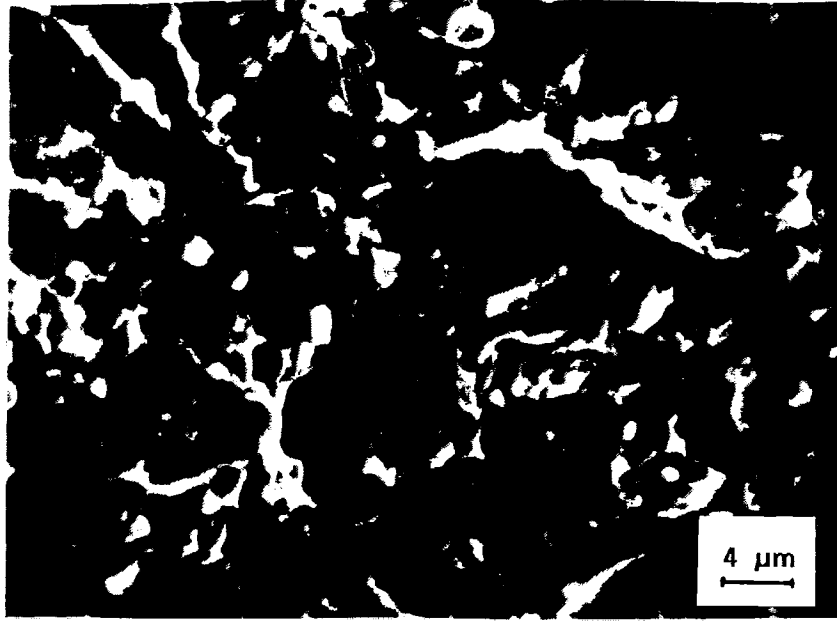


4.51. Ir.: Px30S gasean sinterizatua eta 620°C-tan irautua. Haustura-hasiera.
Fig. 4.51: Px30S sinterizado en gas y revenido a 620°C. Inicio de la fractura.



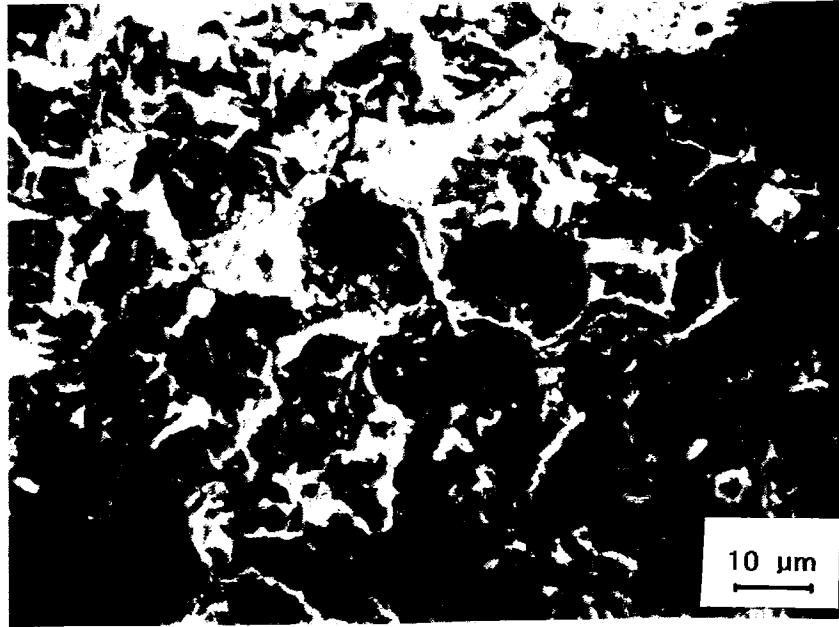
4.52. Ir.: Px30S hutsean sinterizatua eta 535°C-tan irautua. Pitzadura traxzio-gainazalean.
Fig. 4.52: Px30S sinterizado en vacío y revenido a 535°C. Grieta en la superficie a tracción.

Lau puntutan makurdura-saiakuntza.
Ensayo de flexión en cuatro puntos.

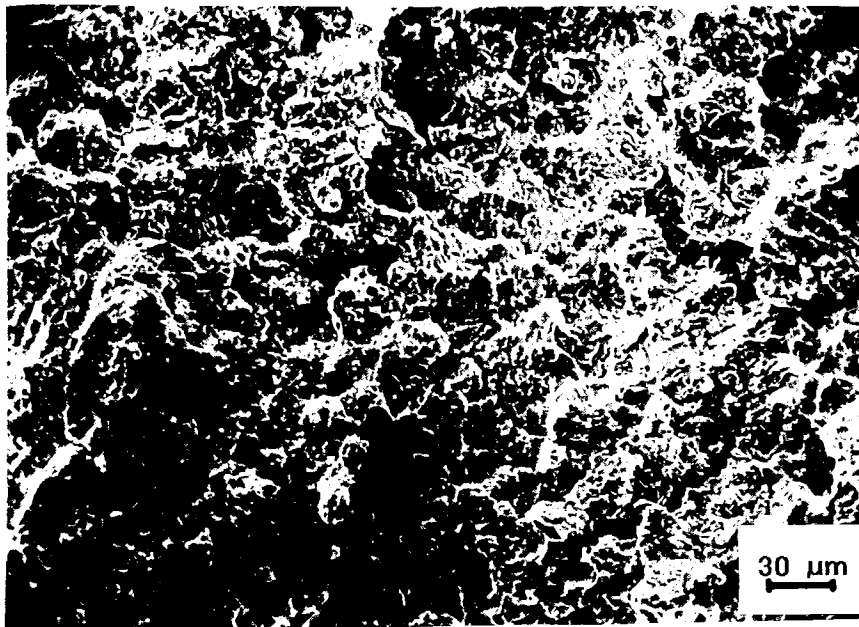


4.53. Ir.: Px30 gasean sinterizatua eta 600°C-tan iratua.
Fig. 4.53: Px30 sinterizado en gas y revenido a 600°C.

Lau puntutako makurdura-saiakuntza.
Ensayo de flexión en cuatro puntos.



4.56. Ir.: Px30 hutsean sinterizatua eta 535°C-tan irautua.
Fig. 4.56: Px30 sinterizado en vacío y revenido a 535°C.



4.57. Ir.: Px30 hutsean sinterizatua eta 550°C-tan irautua.
Fig. 4.57: Px30 sinterizado en vacío y revenido a 550°C.

Lau puntutan makurdura-saiakuntza.
Ensayo de flexión en cuatro puntos.



4.58. Ir.: Px30 hutsean sinterizatua + HIP eta 550°C-tan iratua.
Fig. 4.58: Px30 sinterizado en vacío + HIP y revenido a 550°C.



4.59. Px30 hutsean sinterizatua + HIP eta 550°C-tan iratua.
Fig. 4.59: Px30 sinterizado en vacío + HIP y revenido a 550°C.

5. ATALA: EZTABAIDA.

CAPÍTULO 5: DISCUSIÓN.

5. EZTABAIDA

5.1 Dentsifikazioa

5.1.1 Sinterizazio-Temperatura Optimoa.

Emaitzen atalean ikusi da Nitrogeno-kopuru handiko gas-atmosfera sinterizatzeak bi altzairuen, Px30- eta Px30S-en, Sinterizazio-Temperatura Optimoaren jeitsiera nabarmena eragiten duela. Eragin hau T motako altzairuetan ikusia zen dagoeneko /27,28,30-32/, baina ez M motakoetan; M2-aren kasuan STO-aren igoera txikia ere aurkitua zelarik /27,29/. Aurrerago ikusiko den bezala, eragin hau Banadiozko karbonitruoen sorrerarekin erlazionatuta dago.

Emaitzak kuantifikatu asmoz, kasu honetan, ikerketa askotan argitaratu diren besterekin bezala, Karbonoaren gehikuntzak STO-a jeitsi erazten duela esan behar da. Jeitsiera hau -50 eta -80 °C/%C bitartekoa da hutseko sinterizazioarentzako, gasean sinterizatzean, ordea, -80 eta -125 °C/%C bitartean dago; honek, altzairu hauei Karbonoa gehitzen zaienean zurgatutako Nitrogeno-kopuruaren gutxiagotzeaz gain, Karbono/Nitrogeno-aren eragin sinergetikoa adierazten du. Eragin hau, lehen esan den bezala, beste zenbait altzairutan ere aurkitu da, T42-arentzat /27,31/ -110 eta -200 °C/%C-koa delarik hutsean ala gasean sinterizatzean eta -78 eta -100 °C/%C-koa T15-arentzat /28,30/.

Nitrogenoak Sinterizazio-Temperatura Optimoaren txikiagotzean duen eraginari dagokionean, aurkitutako balio esperimentalak -40 eta -43 °C/%C izan ziren Px30 altzairuan eta -56 eta -70 °C/%C-koak Px30S-an. Balio hauek T42-arentzat aurkitutakoen, -42 eta -73 °C/%C artekoak direnak /27,31/, eta T15-arentzakoen, -60 eta -70 °C/%C, antzekoak dira.

Azkenik, Karbono eta Nitrogenoak batera duten eraginaren balorazioa ulerpen zehatzagoa behar du, eta hurrengo pasartean deskribatzen da.

5.1.2 Nitrogenoaren zurgapena.

4.I eta 4.VI tauletan agertzen dira temperatura optimoan sinterizatu ondoren lortzen diren Nitrogeno- eta Karbono-kopuruak Px30 eta Px30S altzairuetan, grafitorik duten eta ez dutenean. Karbono elementuaren gehikuntzak altzairuetan aurkitutako Nitrogeno-kopuruaren txikiagopen bat dakar. Efektu honek zeinbait arrazoi izan dezake: altzairuaren gainazaleko Karbonoaren gehikuntzak Nitrogenoak altzairuarekin izan behar duen erreakzioa eragoz dezake, edota Karbono-potentziala handitzean altzairuaren C-N oreka hauts daiteke, karbonitruoen Karbono kopurua handiagotuz eta Nitrogenoarena txikiagotuz. Palma-k /27/ ere efektu bera aurkitu zuen, nahiz eta bere kasuan Karbonoaren eragina honetan baino nabariagoa zen.

5. DISCUSIÓN

5.1 Densificación

5.1.1 Temperatura de sinterización óptima.

En el capítulo de resultados se ha puesto claramente de manifiesto que la sinterización en la atmósfera gaseosa rica en nitrógeno produce un claro descenso en la temperatura óptima de sinterización de ambos aceros Px30 y Px30S. Este efecto que había sido observado para los aceros tipo T /27,28,30,31,32/, no se había sin embargo observado para los aceros tipo M e incluso se había reportado un ligero aumento en la temperatura de sinterización óptima del acero M2 /27,29/ cuando se llevaba a cabo en la atmósfera rica en nitrógeno. Este efecto está relacionado, como se verá a continuación, con la formación de carbonitruros de vanadio.

Con objeto de cuantificar los resultados, se debe destacar que también en este caso, como en otros que se han reportado en numerosas investigaciones, la adición de carbono lleva a una disminución de la temperatura óptima de sinterización. Esta disminución se incluye en la gama de -50 a $-88^{\circ}\text{C}/\%C$ para la sinterización de ambos aceros en vacío, mientras que para el sinterizado en la atmósfera gaseosa dicha disminución es de -80 - $-125^{\circ}\text{C}/\%C$, indicando en principio un cierto efecto sinérgico del conjunto carbono-nitrógeno, en adición al efecto de la disminución en la cantidad de nitrógeno absorbida cuando se adiciona carbono a los aceros. Este efecto, como se ha indicado anteriormente ha sido también observado en otros aceros, siendo de $-110^{\circ}\text{C}/\%C$ y $-200^{\circ}\text{C}/\%C$ para el acero T42 /27,31/ sinterizado en vacío y en la atmósfera gaseosa respectivamente y de $-78^{\circ}\text{C}/\%C$ y $-100^{\circ}\text{C}/\%C$ para el acero T15 /28,30/ sinterizado en vacío y en la atmósfera gaseosa respectivamente.

En cuanto al efecto del nitrógeno en la disminución de la temperatura óptima de sinterización, los valores experimentales observados han sido de -40 a $-43^{\circ}\text{C}/\%N$ en el caso del acero Px30 y de -56 a $-70^{\circ}\text{C}/\%N$ para el Px30S. Estos valores son similares a los observados en el acero T42 /27,31/, comprendidos entre -42 y $-73^{\circ}\text{C}/\%N$ y en el acero T15 /28,30/, comprendidos entre -60 y $-70^{\circ}\text{C}/\%N$.

Finalmente la valoración del efecto conjunto del carbono y del nitrógeno requiere un entendimiento más detallado del proceso y viene descrita en el párrafo siguiente.

5.1.2 La absorción de nitrógeno.

En las tablas 4.I y 4.VI, que muestran los contenidos de nitrógeno y carbono para la temperatura óptima de sinterizado de los aceros Px30 y Px30S con y sin adición de carbono. Se observa que la adición de carbono elemental lleva a una ligera disminución en la cantidad de nitrógeno encontrada en los aceros. Este hecho, que puede estar relacionado con que el aumento de carbono en la superficie del acero dificulte la reacción del nitrógeno

Nitrogeno-zurgapenean eragin handia duen beste efektu bat altzairuaren Banadio-edukina da. 5.1 irudian altzairuaren Nitrogeno-edukin totala (%) ematen da ordenatuetan, eta Banadio-edukina (%) abzisetan, lan honetako altzairuaz gain CEIT-ean analizatutako zenbait altzairuetan /27,28,33,34,35,37,38,52,94/, nahiz M nahiz T graduak.

Gratu bakoitzarentzako datu esperimentalak zuzen bati ajustatzen direla dirudi. T graduei dagozkien datuak. Karbono-gehikuntza duten eta ez dutenen artean bereiz daitezkeela badrudi ere, desberdintasun handirik ez direnez aurkitzen zuzen honi ajusta dakizkioke:

$$\%N_{at.} = -0.37 + 0.66 \%V_{at.} \quad (5.1)$$

Ordenatuak jatorrian duen balio negatibo honek ez dirudi zentzu fisikorik duenik; hortaz datuak berriro analizatu dira jatorritik pasa eraziz, eta ekuazio hau lortu da:

$$\%N_{at.} = 0.56 \%V_{at.} \quad (5.2)$$

Bestalde, M graduari dagozkion datuak hartzen baldin badira, zuzen honi ajusta daitezke:

$$\%N_{at.} = 0.09 + 0.65 \%V_{at.} \quad (5.3)$$

Palma-k /27/ zehaztasun guztiz analizatu zuen Nitrogeno- eta Banadio-edukinen arteko erlazio hau. Materia-balantze bat eginaz, erlazioak mota honetakoa izan behar zuela proposatu zuen:

$$N_t = (N_{ss} - (y/f_{V_{MX}}) \cdot (V_{M_6C} + V_{ss})) + (y/f_{V_{MX}}) \cdot V_t \quad (5.4)$$

non N_t Nitrogeno totala den, N_{ss} soluzio solidoan dagoen Nitrogenoa; y , Nitrogeno-frakzioa karbonitruroan, MN_yC_x , $x + y = 1$ hipotesia kontutan izanik; $f_{V_{MX}}$, MX-en V frakzio atomikoa; V_t Banadio totala, V_{M_6C} M_6C -en Banadio frakzioa eta V_{ss} Banadioa soluzio solidoan.

$f_{V_{MX}}$ -ren balioztat 0.775 eta 0.694 hartzen baldin badira Px30 eta Px30S-arentzat (5.III Taula), (5.3) eta (5.4) erlazioen maldak berdinduz,

con el mismo o también con que al incrementar el potencial de carbono se altere el equilibrio C-N en el acero a favor de un mayor contenido en carbono y menor en nitrógeno de los carbonitruros, fue observado también por Palma /28/, aunque en su caso el efecto del carbono era mucho más marcado que en el presente caso.

Otro factor que resulta decisivo en la absorción de nitrógeno es el contenido de vanadio del acero. En la figura 5.1 se muestra en ordenadas el contenido total atómico de nitrógeno en el acero frente al contenido en vanadio atómico en abscisas además de para los aceros analizados en el presente caso, para un amplio conjunto de aceros analizados en el CEIT /27,28,33,34,35,37,38,52,103/ tanto de grado M como de grado T.

Se observa que los datos experimentales de cada grado se pueden ajustar a rectas. Los datos correspondientes a los grados T, aunque parece que puedan distinguirse para las variedades con y sin adición de carbono, al no existir diferencias significativas se pueden ajustar todos ellos a una recta de ecuación:

$$\%N_{at} = -0.37 + 0.66 \%V_{at} \quad (5.1)$$

Este valor negativo de la ordenada en el origen no parece tener sentido físico alguno por lo que se han analizado los datos suponiendo que pasan por el origen y mediante mínimos cuadrados se ha obtenido la ecuación:

$$\%N_{at} = 0.56 \%V_{at} \quad (5.2)$$

Por otra parte si se toman los datos correspondientes a los grado M y se les ajusta una recta de regresión se obtiene la siguiente ecuación:

$$\%N_{at} = 0.09 + 0.65 \%V_{at} \quad (5.3)$$

Palma /27/ analizó con todo detalle esta relación entre los contenidos atómicos de nitrógeno y vanadio. Efectuando un balance de materia propuso que la relación debía ser del tipo:

$$N_t = (N_{ss} - (y/f_{V_{MX}})x(V_{M_6C} + V_{ss})) + (y/f_{V_{MX}})xV_t \quad (5.4)$$

donde N_t representa en nitrógeno total, N_{ss} el nitrógeno en solución sólida; y , la fracción de nitrógeno en el carbonitruro MN_yC_x , en la hipótesis de $x+y=1$; $f_{V_{MX}}$, la fracción atómica de V en MX; V_t el vanadio total, V_{M_6C} el vanadio en los carburos M_6C y V_{ss} el vanadio en solución sólida.

Si se toman los valores de $f_{V_{MX}}$ de 0.775 y 0,694 para los aceros Px30 y Px30S respectivamente (Tabla 5.III), igualando las pendientes de las relaciones (5.3) y (5.4),

$$m = \frac{y}{f_{V_{MX}}} \quad (5.5)$$

0.50 eta 0.45-eko balioak lortzen direlarik, Px30 eta Px30S-arentzat bakoitza. Beraz, Karbonoaren % 50-a gutxi gora behera ordezkaten da Nitrogenoaz karbonitruoetan. Palma-k antzeko balioak proposatu zituen beste zenbait altzairuentzat /27/.

Hortaz, atmosfera honetan sinterizatzean Nitrogenoak MC karburoen Karbonoa ordezkaten du partzialki, MX karbonitruoak sortuz. Askatutako Karbonoak, Nitrogenoaz ordezkaten denez gero, askatutako W eta Mo-ekin batera (MX karbonitruoek MC karburoek baino W eta Mo gutxiago daukate) M_6C gehiago sortuko dute; hau da altzairu hauetan gertatzen dena, hain zuzen ere, 4.III eta 4.VII tauletan ikusten den bezala. Oraindik Karbonorik soberan geratzen bada, honek, solidus tenperatura jeits eraziko du eta, hortaz, supersolidus sinterizazio batetan, altzairu lasterrena, alegia, Sinterizazio-Temperatura Optimoa ere txikiagotuko du hoztean. Eragin hau esperimentalki egiaztatu da eta Emaitzen atalean deskribatzen da.

Gas-atmosferan sinterizatzean partikuletan sartu edo ateratzen den Karbono-kopurua Palma-k garatutako programa baten bidez kalkula daiteke. Autore honen arabera, kopuru hau hutsean gasean sinterizatzean gertatzen den partikularen Karbono-kopuru diferentzia litzateke, kopuru hauek honela kalkulatu direlarik:

$$W_{C,j} = F_{p,j} \frac{x PA_C}{PM_j} \quad (5.6)$$

non $x=0.75$ $j=MC$ denean
 $x=1$ $j=M_6C$ denean
 $x=1-y$ $j=MC_xN_y$ denean

$F_{p,j}$, j partikulen pisu-frakzioa altzairuan

PM_j , j partikulen pisu molekularra, eta

PA_C , Karbonoaren pisu atomikoa, 12.

Hau da,

$$F_{p,j} = f_{V_j} \frac{\rho_j}{\rho_{altzairu}} \quad (5.7)$$

$$m = \frac{y}{f_{V_{MX}}} \quad (5.5)$$

con lo cual se obtienen los valores de y de 0.50 y 0.45 para el Px30 y el Px30S respectivamente. Esto indicaría que aproximadamente el 50% del carbono era sustituido por el nitrógeno en los carbonitruros. Valores similares fueron propuestos por Palma /27/ para diversos aceros.

De lo anterior se puede deducir que el efecto del nitrógeno durante la sinterización en la presente atmósfera es el de sustituir parcialmente al carbono de los carburos MC, dando carbonitruros MX. El carbono liberado, debido a la sustitución por nitrógeno, junto con el W y Mo liberados también (los carbonitruros MX se empobrecen en W y Mo) tendrán la oportunidad de formar más M_6C ; éste el caso en estos aceros, como se pone de manifiesto en las tablas 4.III y 4.VII. Si existe aún un exceso de carbono mayor, éste, sin duda de ninguna clase, disminuirá la temperatura de solidus y , por tanto, en un proceso de sinterizado supersolidus, como es el de sinterizado de los aceros rápidos, disminuirá también la temperatura óptima de sinterización. Este exceso de carbono tendrá también como consecuencia la formación de una cantidad superior de austenita durante el enfriamiento. Este hecho se ha comprobado experimentalmente y se ha descrito en el capítulo de resultados.

La cantidad de carbono que entra o sale de las partículas al sinterizar en atmósfera gaseosa puede calcularse mediante un programa desarrollado por Palma /27/. Según este autor, dicha cantidad sería el contenido en carbono de la partícula al sinterizar en vacío menos la existente al sinterizar en gas, siendo dichos contenidos

$$W_{C,j} = F_{p,j} \frac{x PA_C}{PM_j} \quad (5.6)$$

con $x=0.75$ para $j=MC$
 $x=1$ para $j=M_6C$
 $x=1-y$ para $j=MC_xN_y$

$F_{p,j}$, fracción en peso de partículas j en el acero

PM_j , peso molecular de dichas partículas, y

PA_C , peso atómico del carbono, 12.

Es decir,

$$F_{p,j} = f_{v_j} \frac{\rho_j}{\rho_{acero}} \quad (5.7)$$

non $F_{p,j}$ altzairuaren j partikulen frakzio bolumetrikoa den, eta 4.III eta 4.VII tauletan agertzen den, eta partikula bakoitzaren dentsitatea, ρ_j , bere pisua, PM_j , eta X-Izpiren difrakzioaren bidez neurtutako sare-parametroaz kalkulatzen den /27/.

Aipatutako espresioen laguntzaz eta MC eta MX-en frakzio bolumetrikoak erabilia, MC-ak MX karbonitruro bihurtzen direnean askatzen den Karbono-kopurua kalkula daiteke. Balio hauek 5.I Taulan agertzen dira. Hauez gain beren balio txikien eta handienak ere agertzen dira, partikulen frakzio bolumetrikoen neurketako konfidantza-tarteak kontutan izanik kalkulatu.

Balio hauek STO-aren jeitsiera eragiten badute, jeitsiera honen Karbono-arekiko lortutako gorago aipatutako balio esperimentalak erabiliz, taularen 4. zutabean agertzen diren balioak lortzen dira. Balio hauek neurtutako Sinterizazio-Temperatura Optimoaren jeitsierabalioekin konparatu daitezke, zeintzuk 5. zutabean agertzen diren. MC→MX bihurketa eta honen ondorioz gertatzen den Karbono-askapen modeloak auresaten dituen STO-aren jeitsiera-balioak (4. zutabea) esperimentalki aurkitutakoen oso hurbilak agertzen dira.

Bestalde, taula honen 6. zutabean M_6C bezala fijatutako Karbono-kopurua agertzen da (gasean ala hutsean sinterizatzean gertatzen den karbuero hauen frakzio bolumetrikoaren aldakuntzari dagokiona). Lehenbizi eta behin, zera esan behar da, balio hauek giro-tenperaturatan aurkitutako M_6C -frakzio bolumetrikoa neurtuta kalkulatu direla, eta hauek goi-tenperaturatan desberdinak izan daitezke, karbuero hau goi-tenperaturatan disolbatu egiten bait da. Bestalde, auresan zezaketen STO-aldakuntza txikixea da. Dena den, 5.I taulako 7. zutabea M_6C -aren eragina kontutan izanik modeloak auresaten dituen STO-txikiagotze balioak agertzen dira. Berrito ere, auresandako balioak esperimentalen hurbilak dira, edo tartean hartzen dituzte, kasu honetan konfidantza-tarteak zabalak badira ere.

Arestian esandakoaren ondorioz, zera esan daiteke: modelo zorroztasun handiagoz egiaztatzeko karbuero- eta karbonitruro-kopurua zehaztasun handiagoz neurtu behar dela.

5.1.3 Partikula Primarioak: beren eragina hondar-austenitaren ale-hazkuntzan.

Gorago esanenez, Nitrogeno-edukin handiko atmosferako sinterizazioak hutsean aurkitzen diren MC karbueroak MX karbonitruro bihurtzen ditu. Transformazio hau, zein uhin-luzeraren dispersio-analisiaz (WDS) eta X-Izpiren difrakzioaz baieztatu den, 5.III eta 5.IV Tauletan agertu zen nabarian, non karbonitruroak karbueroak baino aberatsagoak direla Banadiotan ikus daitekeen. Beste zenbait altzairutan (Nitrogeno-edukin handiko atmosferatan sinterizatuak) ere aurkitu da efektu hau.

donde f_{vj} es la fracción volumétrica de partículas j en el acero, y aparece en las tablas 4.III y 4.VII y la densidad de cada partícula, ρ_j , se calcula a partir de su peso PM_j y del parámetro de red determinado por difracción de rayos X /27/.

Con ayuda de las expresiones anteriores se puede calcular a partir de las fracciones volumétricas de MC y MX la cantidad de carbono que se libera cuando se transforman los carburos MC a carbonitruros MX. En la tabla 5.I se recogen dichos valores, junto con los valores extremos de variación de los mismos obtenidos al tener en cuenta los intervalos de confianza en la medida de la fracción volumétrica de dichas partículas.

Si dichos valores se transforman en disminución de la Temperatura Óptima de Sinterizado, utilizando los valores experimentales encontrados de disminución de TOS en función del carbono, recogidos en el párrafo anterior, se obtienen los valores indicados en la 4ª columna de la tabla. Dichos valores se pueden comparar con los valores experimentales medidos de la disminución de la TOS por sinterizar en la atmósfera de nitrógeno, recogidos en la columna 5ª de la tabla. Se observa que los valores de la disminución de TOS predichos (columna 4ª) en el modelo de la transformación MC→MX y subsecuente liberación de carbono resultan muy próximos a los observados experimentalmente.

Por otra parte, en la columna 6ª de dicha tabla se recoge la cantidad de carbono fijada en forma de M_6C debido a la variación de la fracción volumétrica del mismo cuando se sinteriza en vacío o en la atmósfera gaseosa. Se debe destacar, en primer lugar, que dichos valores se han obtenido a partir de los datos de fracción volumétrica de M_6C a temperatura ambiente, que puede ser diferente a las de alta temperatura, ya que dicho carburo se disuelve a altas temperaturas. En segundo lugar, se debe destacar que la variación en TOS que podían predecir es relativamente pequeña. De cualquier manera, en la 7ª columna de la tabla 5.I se recogen los valores de disminución de TOS predichos por el modelo, al incluir el efecto del M_6C . Se puede observar nuevamente que los valores predichos son próximos o incluyen a los experimentales, aunque en este caso los intervalos de confianza resultan quizás excesivamente amplios.

A la vista de los presentes resultados se deduce que para contrastar con un mayor rigor el modelo se debe medir la fracción volumétrica de carburos y carbonitruros con una mayor precisión.

5.1.3 Partículas Primarias: su efecto en el crecimiento de grano de la austenita

Como se ha comentado anteriormente, el sinterizado en la atmósfera rica en nitrógeno transforma los carburos MC, presentes en la sinterización en vacío, en carbonitruros MX. Esta transformación que fue confirmada mediante técnicas de microanálisis de dispersión de longitud de ondas (WDS) y también utilizando difracción de Rayos X, se pone también claramente de manifiesto en las tablas 5.III y 5.IV, en la que se observa que los carbonitruros son más ricos en vanadio que los correspondientes carburos. Este efecto ha

Bestalde, sinterizazioan sortzen diren karbonitruoak oso finak dira. 5.2 eta 5.3 irudietan agertzen den bezala, hauen batez besteko tamaina $1 \mu\text{m}$ baino txikiagoa da, MC karburoak, aldiz, zeintzuk hutsean sinterizatzean sortzen diren, 3 eta $4 \mu\text{m}$ -en artekoak dira. Beste zenbait autorek ere aurkitu du karbonitruo txiki hauen presentzia, bai Nitrogeno-edukin handiko atmosferatan sinterizatu ondoren /27,28,33,34,37/, bai nitrogenatu eta HIPping-a eragin ondoren /28,32/. goi-tenperaturatan disolbatzen ez diren fin hauen presentziak, 4.4 eta 4.10 irudietan agertzen diren zenbait ale-tamainaren hazkuntzarekin erlazionaturiko gauza bitxi batzu esplikatzen du. Irudi hauetan austenitaren ale-tamaina temperaturarekiko irudikatzen da, azken hau STO-arekiko desbiderazio bezala hartuta. Zera ikusten da, hutsean gain-sinterizatuz ale-hazkuntza handia ikusten dela, gasean gain-sinterizatutakoetan, aldiz, hazkuntza hau ez da hain garrantzitsua. Honez gain zera agertzen da, ez dela aurkitu Karbono-gehikuntzaren eraginik ale-hazkuntza honetan.

Zener-en erlazioa erabiltzen bada ale-tamaina (D) eta bigarren fase-dispertsioen tamaina (d) eta frakzio bolumetrikoa (f) erlazionatzeko:

$$D = 4d/3f \quad (5.5)$$

eta 4.III eta 4.VII tauletako balioak erabiliz, zeintzuk fase dispertsioen frakzio bolumetrikoko eta tamainari dagozkien, eta partikulen batez besteko tamaina batzbesteko ponderatua bezala kalkulatu,

$$d = (d_{MX} \cdot f_{MX} + d_{M_6C} \cdot f_{M_6C}) / (f_{MX} + f_{M_6C}) \quad (5.6)$$

5.II taulan ematen diren ale-tamaina limiteak lortzen dira sinterizazio-tenperatura optimoarentzat. Taula honetan beste zenbait autorek /27,28,52,34,37/ egindako analisisien emaitzak ere ematen dira. Taula berean ikus daitezke esperimenterik neurtutako ale-tamainak, eta hauek partikula primarioen dispertsioatik kalkulaturako balioei ondo ajustatzen direla aurkitzen da, batez ere emaitzen konfidantza-tartea hartzen bada kontutan: frakzio bolumetrikoko eta tamainen konfidantza-tarte hauek $\pm\%$ 20-koa bait da.

Gasean sinterizatzean tenperaturaren igoerak ale-tamainaren hazkuntzan eraginik ez izateak honetan datza: karbonitruoak oso egonkorak dira, eta ez dira disolbatzen hutsean sinterizatutako altzairuen M_6C eta MC karburoekin gertatzen den bezala. Gauza bera aurkitu da T42 /35,36/ eta T15 /37/ altzairuetan eta beste M gradukoetan /27,33,34/.

5.4. irudian grafiko bakarrean irudikatu dira CEIT-ean lortutako emaitza guztiak, bai hutsekoak bai gasekoak. Hutseko sinterizazioari dagozkion emaitza esperimenterik guztiak malda handiko lerro bati hurbiltzen zaizkio, gasean sinterizatutakoei dagokien lerroa malda

sido también encontrado en otros aceros rápidos sinterizados en la atmósfera rica en nitrógeno.

Otro aspecto que se debe resaltar es la finura de los carbonitruros que se producen en el sinterizado en gas. Como se muestra en las figuras 5.2 y 5.3, los valores medios de los mismos son inferiores a 1 μm , mientras que los carburos M_6C , que se producen durante el sinterizado en vacío, presentan tamaños medios comprendidos entre 3 y 4 μm . Otros autores han observado previamente la presencia de estos finos carbonitruros, bien sea tras sinterización directa en la atmósfera rica en nitrógeno /27,28,33,34,37/ o bien tras nitrógenación y HIPing /28,32/. La presencia de estos finos carbonitruros, que no se disuelven a altas temperaturas, pueden explicar los aspectos peculiares observados en las figuras 4.4 y 4.10 sobre las diferencias en el crecimiento del tamaño de grano durante el sobresinterizado en vacío y en la atmósfera rica en nitrógeno. En dichas figuras en las que se representa en tamaño de grano de austenita frente a la desviación de temperatura, tomando como origen la temperatura óptima, se observa para ambos aceros que así como en vacío se produce un rápido crecimiento del tamaño de grano con el sobrecalentamiento, en la atmósfera gaseosa el crecimiento del tamaño de grano con el sobresinterizado es muy poco importante. Se debe destacar también que no se ha encontrado efecto en el crecimiento de grano de la adición de carbono.

Si se utiliza la expresión de Zener para la relación entre el tamaño de grano (D) y el tamaño (d) y fracción volumétrica (f) de segundas fases dispersas:

$$D = 4d/3f \quad (5.8)$$

y utilizando los valores de las tablas 4.III y 4.VII, que se refieren a la fracción en volumen y el tamaño de las fases dispersas y calculando el tamaño medio de las partículas como una media ponderada:

$$d = (d_{\text{MX}} \cdot f_{\text{MX}} + d_{\text{M}_6\text{C}} \cdot f_{\text{M}_6\text{C}}) / (f_{\text{MX}} + f_{\text{M}_6\text{C}}) \quad (5.9)$$

se obtienen los tamaños de grano límites que se muestran en la tabla 5.I para la temperatura óptima de sinterizado. En dicha tabla se efectúa también el análisis de los resultados obtenidos por otros autores /27,28,52,34,37/. Como se observa en la tabla en la que se recogen también los tamaños de grano experimentales, estos valores se ajustan muy bien a los valores límites deducidos a partir la dispersión de partículas primarias, especialmente si se tiene en cuenta que el intervalo de confianza de los resultados, dado que se utilizan datos de fracción en volumen y tamaño de partículas obtenidos experimentalmente con unos ciertos intervalos de confianza, es del orden de $\pm 20\%$.

El hecho de que el aumentar la temperatura de sinterización en el caso de la sinterización en gas apenas se produzca un incremento en el tamaño de grano austenítico reside en que los carbonitruros de vanadio son muy estables y no se disuelven como en el caso de los aceros sinterizados en vacío ocurre con los carburos M_6C y MC . Situaciones semejantes se han encontrado en los aceros T42 /35,36/ y T15 /37/ y en otros grados M /27,33,34/.

txikikoa den bitartean. Honek gasean sinterizatzean ale-tamaina ez dela hazten tenperaturaren igoerarekin esan nahi du.

Gain-sinterizatzean gertatzen dena analizatzen bada, 5.5. irudian bai T42 bai Px30-aren kasuan partikula primarioen kopurua gasean 30°C-tan gain-sinterizatzean ere konstante mantentzen dela ikusten da. MX-en tamaina ere mantentzen denez eta M₆C-ena oso gutxi handitzen dela kontutan izanik, Zener-ekuazioak STO-aren tamaina limite berdina edo pixkat handixeago aurrikusten du gasean gain-sinterizatzean; hau bat dator esperimentalki ikusitakoarekin.

Bestalde, T42-aren kasuan, 60°C-tako gain-sinterizazioak M₆C karburoen disolbapena eta hazkuntza handia eragiten du, MX karbonitruoak, aldiz, ez dira aldatzen. Beraz, % 3.8-ren balioa hartzen bada karbonitruoen frakzio bolumetrikotzat eta berauen tamaina 1 μm-koa, 35 μm-ko ale-tamaina limitea lortzen da, esperimentalki aurkitutakoen 40 μm-en oso gertu. Hutseko gain-sinterizazioentzat, 5.5. irudian agertzen denez, 10°-ko gain-sinterizazioa T42-arentzat karbuo primarioen kopurua % 6-8-tara jeisterazten du, Px30-en partikula primarioen kopurua, berriz, ez da aldatzen. Partikulen batez besteko tamaina 1.5 μm-koa hartzen bada, STO-koa baino altuxeagoa, Zener-en ekuazioak 25 eta 33 μm-en arteko tamaina limitea auresaten du, esperimentalki aurkitutakoaren oso gertu, orain ere, 34 μm.

T42-aren 30°-tako gain-sinterizazio batentzat, partikula primarioen kopurua % 2-6-tara jeisten da, 33-100 μm-ko tamaina auresanaz; neurtutako balioak 50-60 μm-koak dira. Px30 altzairuarentzat, Zener-ekuazioak auresaten dituen ale-tamaina limiteak esperimentalki neurtutakoak baino txikiagoak dira. Horren arrazoiak zer honetan datza: gain-sinterizazio berberarentzako T42-ean baino M₆C karbuo gutxiago disolbatzen badira ere (ikus 5.5. ir.), karbuoak taldetan agertzen dira, eta hortaz ez dira hain ondoriotsuak ale-tamainaren hazkuntza oztopatzen.

5.1.4 Fase eutektikoen agerpenarentzako Temperatura beherenak

4.V eta 4.X tauletan agertzen ziren Px30 eta Px30S-etan karbuo eutektikoen agerpenerako tenperaturak. Datu hau garrantzi handikoa da, sinterizazio-tenperatura gorena ematen bait du: honen gainetik lortutako egiturak ez dira onargarriak propietate mekaniko egokiak emateko. 5.6. irudian agertzen dira bai sinterizazio-tenperatura optimoak bai eutektikoen agerpenerako tenperaturak, eta hori T42, T15 eta Px30 altzairuentzako. Abzisa Karbono efektiboa jarri da, C + 0.5x12/14 N. Irudi honetan zera ikus daiteke, 3 altzairuentzat eutektiko-agerpenaren lerroak STO-lerroak baino malda txikiagoa dauka, beraz, Karbono efektiboa gehitzen den heinean STO-a txikiagotuz gain "sinterizazio-bitartea" (dentsitate osoko sinterizazioa gertatuz gain eutektikorik agertzen ez diren tenperatura-tartea, alegia) ere zabaltzen da.

En la figura 5.4 se han agrupado en un único gráfico todos los resultados obtenidos en el CEIT sobre el crecimiento del tamaño de grano con la sobresinterización tanto en vacío como en gas. Se observa que todos los resultados experimentales para la sinterización en vacío siguen aproximadamente una línea de gran pendiente, mientras que los correspondientes al sinterizado en atmósfera gaseosa se ajustan también a una línea pero de pequeña pendiente, lo que indica que el tamaño de grano apenas aumenta con el incremento en la temperatura por encima de la óptima en el caso del sinterizado en gas.

Si se analiza con detalle lo que ocurre con el sobresinterizado tanto en gas como en vacío, se observa en la figura 5.5 tanto para el acero T42 como el Px30 que la cantidad de partículas primarias tras el sinterizado en gas permanece constante incluso para sobresinterizaciones de 30°C. Si se tiene en cuenta además que el tamaño de los carbonitruros MX permanece aproximadamente constante y que se produce sólo un ligero incremento en el tamaño de los carburos M_6C , la ecuación de Zener predice un tamaño de grano límite similar o ligeramente superior al de la temperatura óptima de sinterizado para el caso de la sobresinterización en gas lo que coincide plenamente con las observaciones experimentales. Por otra parte en el caso del acero T42, un sobresinterizado de 60°C produce una importante disolución y crecimiento de los carburos M_6C , pero los carbonitruros MX no son afectados. Por tanto si se toma el valor de un 3.8% de fracción volumétrica de carbonitruros y un tamaño medio de los mismos de 1 μm , se obtiene un tamaño de grano límite de 35 μm , muy próximo a las 40 μm encontradas experimentalmente. Para las sobresinterizaciones en vacío, como se muestra en la figura 5.5, 10° de sobresinterización para el T42 disminuye la cantidad de carburos primarios a 6-8 %, sin apenas afectar a las partículas primarias del Px30. Si se toma un valor medio de tamaño de partículas de 1.5 μm , algo superior al correspondiente a la temperatura óptima, la ecuación de Zener predice para el tamaño de grano límite un tamaño entre 25 y 33 μm , muy próximo al encontrado experimentalmente de 34 μm . Para un sobresinterizado de 30°C en el acero T42, la fracción en volumen de partículas primarias disminuye a 2-6%, con lo que se predice un tamaño de grano límite de 33-100 μm , siendo los valores observados de 50-60 μm . Se debe destacar que para el acero Px30, la ecuación de Zener predice valores de tamaño de grano límite inferiores a los observados experimentalmente. Esto podía ser debido al hecho de que, aunque se disuelve una menor cantidad de carburo M_6C para la misma cantidad de sobrecalentamiento que en el caso de acero T42 (ver figura 5.5), sin embargo los carburos se observan más agrupados, lo que puede explicar el por qué son menos efectivos restringiendo el crecimiento del tamaño de grano.

5.1.4 Temperaturas mínimas para la aparición de fases eutécticas

En las tablas 4.V y 4.X se recogían las temperaturas para las cuales aparecían los diversos carburos eutécticos para los aceros Px30 y Px30S. Este dato es muy importante, pues marca la temperatura máxima por encima la cual las estructuras producidas son rechazables desde el punto de vista de unas propiedades mecánicas apropiadas. En la figura 5.6 se muestra tanto para el acero Px30 como para los T42 y T15 además de las temperaturas mínimas para las que se produce la aparición de la fase eutéctica, las temperaturas ópti-

Adibidez, Px30 altzairuarentzako "bitarte" hau 20°C-tik 40°-tara zabaltzen da % 1.3-ko Karbono efektibotik % 1.85-tara pasatzean; T42-aren kasuan, 28-tik 41°-tara, T15-aren kasuan, berriz, 16°C-tik 55°-tara % 1.6-tik 2.1-etara pasatzean. "Bitarte" hau gradu batzutik hamarkada batzutara izan daiteke hutsean sinterizatutako altzairu gehienetan /13,27,28,30,31,33,34,35,37,43,82/. STO-ak solidus temperaturarekin erlazio estua duen bezala, eta altzairu lasterren sinterizazio mekanismoa supersoliduskoa den bezala, karburo eutektikoen agerpen-tenperatura ere egonkortasun-diagramekin erlazionatua dirudi, batez ere likido+austenita+karburo eta likido+austenita zatiren arteko lerroarekin. Lerro honek egonkortasun-diagramen solidus lerroak baino malda txikiagoa dauka. Beraz, sinterizazio egoki-zatia likido+austenita+karburoaren litzateke.

"Bitarte"-zati honen zabalkuntza, bai Karbono efektiboaren handikuntzaz bai hautsen karbono-edukina handituz, Bradford-eko taldeak egin duen bezala /10,13/, nahiz gasean sinterizatuz, CEIT-ean egin den bezala, ondorio praktiko garrantzitsuak ditu. Labe industrialetan ezin denez temperaturen uniformatasuna lortu, "bitarte" estu batetan sinterizatzeak errendimendu txikia ekarriko luke, pieza-portzentai bat bota beharko bait litzateke gain- edo azpi-sinterizatuak izateagatik. "Bitarte" zabaleko altzairua izanez gero, labearen tenperatura jar daiteke zati hotzengan STO-a eta beroengan eutektikoen agerpen-tenperatura ez izateko, eta pieza-errendimendua asko handituko litzateke.

5.1.5 Karburoen konposaketa elementu metalikoetan

5.1.5.1 M_6C Karburoak

Karagöz eta lag.-ek zenbait altzairuren konposaketa STEM-EDX eta SEM-EDX-aren bidez analizatzean zera aurkitu zuten /83/: partikulak 4 μm baino handiagoak baldin baziren, matrizeak ez zuela eraginik neurketetan.

Tamaina txikiren-baldintza hau M_6C -etan bete egiten da, beraz, zehaztasun osoz analiza daitezke.

5.V Taulan bi altzairu hauetan STO-an bai gasean bai hutsean sinterizatuz aurkitutako M_6C karburo primarioen konposaketa kimikoak biltzen dira. Taula honetan konparatzen dira, lan honetan neurtuaz gain, bibliografian aurkitutako konposaketa berdintsuko altzairuenak /27,34,84/; bibliografiako azken altzairu hauen konposaketa 5.VI Taulan aurkezten dira.

Lehenbizi eta behin, altzairu guztietan karburoen konposaketa oso berdintsua dela ikusten da, nahiz eta desberdintasunik ere aurkitzen diren altzairuen konposaketa desberdinak direla eta (adibidez, T42-aren karburoek /27/, hau T graduko altzairua denez, W-edukin handiagoa eta Mo gutxiago daukate).

mas de sinterizado de los mismos aceros frente al carbono efectivo ($C + 0.5 \times 12/14 N$). En dicha figura se puede observar que para los 3 aceros la línea de aparición de eutécticos tiene una menor pendiente que la línea de temperatura óptima de sinterización, lo que indica que conforme se aumenta el carbono efectivo, no sólo se disminuye la temperatura de sinterización óptima sino que se amplía "la ventana de sinterización" (el rango de temperaturas dentro del cual se produce la sinterización a densidad total, pero sin la presencia de los carburos eutécticos no deseados). Así, para el acero Px30 esta "ventana" se amplía de 20°C a 40° al pasar el carbono efectivo de 1.3 a 1.85%, en el caso del T42 de 28°C a 41° , mientras que para el acero T15 se pasa de 16°C a 55° al pasar de 1.6 a 2.1%. Esta "ventana" suele variar de grados a una decena de grados para la mayor parte de los aceros sinterizados en vacío /13,27,28,30,31,33,34,35,37,43,82/. Así como se ha reseñado que la temperatura óptima de sinterizado está estrechamente relacionada con la temperatura de sólidos y que el mecanismo de sinterizado de los aceros rápidos es del tipo supersólidos, la temperatura de aparición de los carburos eutécticos, parece estar relacionada con los diagramas de equilibrio y concretamente con la línea que separa la región de líquido+austenita+carburo de la de líquido+austenita. Se debe destacar que esta línea presenta una menor pendiente que la correspondiente a la de sólidos en los diagramas de equilibrio. De acuerdo con esto la zona de sinterización adecuada sería la correspondiente a la líquido+austenita+carburo. La ampliación de dicha zona "ventana" con el aumento del carbono efectivo, bien sea aumentando el contenido de carbono de los polvos, como ha sido realizado por el grupo de Bradford /10,13/, bien sea por sinterizado en gas, técnica llevada a cabo en el CEIT, tiene importantes consecuencias prácticas. En efecto, dado que en los hornos industriales no se puede conseguir una suficiente uniformidad de temperaturas, el sinterizado de un acero con una pequeña "ventana" llevaría a un bajo rendimiento de piezas sanas por el hecho de tener que rechazar un porcentaje por estar subsinterizadas y otro por sobresinterizadas. Si se dispone de un acero con una "ventana" amplia, se podría ajustar la temperatura del horno de modo que en la zona más fría se alcanzara la temperatura óptima y en la más caliente no se sobrepasara la de aparición de los carburos eutécticos, con lo que el rendimiento en piezas del horno crecería notablemente.

5.1.5 Composición en elementos metálicos de los carburos

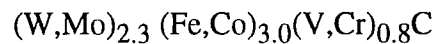
5.1.5.1 Carburos M_6C

Karagöz et al. encontraron /83/ al analizar la composición de los carburos de una serie de aceros mediante STEM-EDX y SEM-EDX (20 kV) que la matriz deja de tener influencia sobre dicha medida si las partículas son mayores de $4 \mu\text{m}$.

Esta condición de tamaño mínimo se cumple en los carburos M_6C y por ello pueden ser analizados con gran precisión.

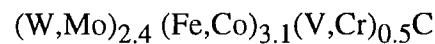
En la tabla 5.V se reúnen las composiciones químicas de los carburos primarios M_6C encontrados en los dos aceros tras sinterizar a la TOS tanto en vacío como en atmósfera in-

Baina (W+Mo), (Fe+Co) eta (V+Cr) edukin atomikoak konparatzen badira, ia konstante mantentzen direla ikusten da, % 38 (W+Mo), % 50 (Fe+Co) eta % 13 (V+Cr) hutsean sinterizatutako laginetan; ondorioz, honako formula estekiometriko hau proposa dezakegu:



altzairuaren konposaketaren ez-menpekkoa dena.

Gasean sinterizatutako altzairuei dagokionean, M_6C karburoen konposaketa hutsekoenaren antzekoa da, Banadio-edukinaren murrizketa ezik. Desberdintasun honen arrazoia /27/ sinterizazio-atmosferaren Nitrogenoaren eragina izan daiteke, honek Banadioarekin batera MX karbonitruroak sortzen bait ditu. Beraz, elementuen kopuru erlatiboak hauexek gertatzen dira: % 41 (W+Mo), % 52 (Fe+Co) eta % 8 (V+Cr), eta formula estekiometrikoa hau litzateke:



Beraz, hutsean sinterizatutakoen ia berdina.

5.1.5.2 MC karburoak

Hutsean sinterizatzean bakarrik agertzen diren karburoak dira.

Kasu honetan ere, aurkitutako karburoek zehaztasunez analizatuak izateko tamaina nahikoa zuten: 5.IV Taulan analizatutako altzairu guztietan Burdin-portzentaia oso txikia dela ikusten da, % 4 batekoa, hortaz, matrizeak eragin txikia izan duela esan daiteke.

Taula berean aurkezten dira bibliografian aurkitutako konposaketa antzeko altzairuen MC karburoen konposaketak /27,34,84/ (altzairu hauen konposaketak 5.VI Taulan agertzen dira).

Karburo hauek duten Banadio-edukin handia nabarmentzen da taulan, % 70 batekoa. Kobaltoa, berriz, ez da aurkitzen bere konposaketan.

Hemen ikertutako altzairuen, Px30 eta Px30S, MC karburoek Wolframio gehiago daukate (% 12-a, besteek % 7-a daukaten bitartean), beraz T42-aren MC karburoek duten konposaketaren gertuagoak /27/. Hurbiltasun hau ez dagokio Px30 altzairuen Wolframio-edukin handiago bati, hau ez bait da gertatzen.

dustrial. En dicha tabla se comparan, además, las composiciones medidas en este trabajo con otras encontradas en la bibliografía para aceros de composición parecida /27,34,83/; las composiciones de estos últimos aceros se presentan en la tabla 5.VI.

En primer lugar se observa que la composición de los carburos es muy similar en todos ellos, si bien es cierto que se dan diferencias debidas a las distintas composiciones de los aceros (así, los carburos del acero T42 muestran un mayor contenido en W y menor en Mo /27/ por ser un grado T).

Sin embargo, si se comparan las cantidades (% atómico) (W+Mo), (Fe+Co) y (V+Cr), se ve que se mantienen prácticamente constantes en torno a 38 % (W+Mo), 50 % (Fe+Co) y 13 % (V+Cr) en las muestras sinterizadas en vacío, lo que nos conduciría a una fórmula estequiométrica del tipo



independiente de la composición del acero.

En cuanto a los aceros sinterizados en gas la composición de los carburos M_6C es muy similar a los de vacío, salvo por la disminución del vanadio presente. Esta diferencia puede ser debida /27/ al efecto del nitrógeno de la atmósfera de sinterización que se une al vanadio para formar carbonitruros MX. De este modo, las cantidades relativas de los elementos resultan ser del orden de 41 % (W+Mo), 52 % (Fe+Co) y 8 % (V+Cr), y la fórmula estequiométrica sería



es decir, prácticamente la misma que en el caso de la sinterización en vacío.

5.1.5.2 Carburos MC

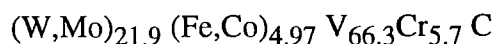
Se producen únicamente al sinterizar en vacío.

También en este caso los carburos encontrados tenían tamaño suficiente para ser analizados con precisión: en la tabla 5.IV se puede ver que el porcentaje de hierro en todos los aceros analizados era muy bajo, del orden de un 4 %, lo que refleja la escasa aportación por parte de la matriz.

En dicha tabla se presentan también composiciones de carburos MC encontradas en la bibliografía /27,34,84/ para aceros de composiciones similares (las cuales se dan en la tabla 5.VI).

Destaca el alto contenido en vanadio de estos carburos, en torno al 70 %. El cobalto, en cambio, no parece entrar en su composición.

Berrero, lehen aipatutako kopuruak konstanteak dira: % 23 (W+Mo), % 5 (Fe+Co) eta % 67 V, hau da,



5.1.5.3 MX Karbonitruoak

Nitrogeno-kopuru handiko atmosferatan sinterizatzean bakarrik sortzen dira, hark MC karburoen Karbonoa ordezkatzen bait du partzialki.

Ordezkapen honen ondorioz agertzen diren karbonitruoak, tesian zehar esan den bezala, oso txikiak dira (1-3 μ m diametro), eta ez dute hazteko edota elkartzeko joerarik aurkezten sinterizazio-tenperatura igotzen denean. Analisiak gain-sinterizatutako laginetan egin ziren, partikulak ahalik eta handienak izan zitezten, eta karbonitruo-konzentrazio handiko zonak (6-7 bat partikulako elkarteak) bilatu ziren, matrizearen interferentziei itzurtzeko.

Guzti honengatik agertzen da Burdin-kopurua MC-etan baino handiagoa (5.III Taula).

Karbonitruoak MC karburoak baino oraindik aberatsagoak dira Banadiotan (% 80 bat V daukate), Wolframio- eta Molibdeno-edukinak gutxiagotu egiten diren bitartean (% 7-a). Elementu hauen askapenak M_6C karburo gehiago prezipitatu eragiten du, Px30 altzairuari dagokion 4.III Taulan agertzen den bezala. Emaidza hau bat dator argitaratu berri diren Nitrogeno-edukin handiko atmosferatan sinterizatutako T42- /36/ eta T15-en /37/ emaitzekin.

Px30S-aren kasuan, hala MC-en nola MX-en Banadio-edukinak ikertutako tarteko txikienak dira, ordea, (Mo+W)-edukina handiena da (MX-en kasuan bikoitza baino gehiago); honek ez dirudi zer ikusirik daukanik MnS inklusioekin (hauexek, S eta Mn-z gain, % 2 V eta % 10 Cr besterik ez bait dute).

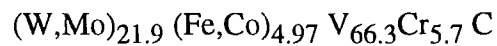
Bestalde, ez dirudi erlaziorik dagoenik MX-eko Banadio-konzentrazioa eta STO-aren artean /27/. Nahiz eta sinterizazio-tenperatura bera izan gasean, Px30-aren karbonitruoek % 78 V-a bait daukate eta Px30S-enak, berriz, %69 V.

5.1.6 Karburo eutektikoen konposaketa kimikoa

Material hauetan aurkitutako M_6C eta MC karburo eutektikoen konposaketa kimikoak mota berberako karburoetan aurkitutako antzekoak dira, MC eutektikorik aurkitu ez delarik atmosfera industrialean sinterizatutako altzairuetan. Dirudenez, honen arrazoia Nitrogeno-atmosferan MC karburoak MX karbonitruo bihurtzen direla da, askoz eta

Los carburos MC de los aceros estudiados aquí, Px30 y Px30S, contienen mayor cantidad de wolframio (12 % frente a 7% presentado por los demás), con lo que parecen más próximos a la composición encontrada para el carburo MC del T42 /27/. Esta proximidad no se corresponde con un contenido en wolframio más alto por parte de los aceros Px30.

De nuevo resultan constantes las cantidades combinadas que se han destacado antes: 23 % (W+Mo), 5 % (Fe+Co) y 67 % V, es decir,



5.1.5.3 Carbonitruros MX

Se producen sólo al sinterizar en atmósfera rica en nitrógeno, debido a que éste sustituye en parte al carbono de los carburos MC.

Los carbonitruros resultantes de esta sustitución, como se ha dicho ya a lo largo de esta tesis, son muy pequeños (1-3 μm de diámetro), y no presentan tendencia a crecer ni a coalescer al elevar la temperatura de sinterización. Los análisis se realizaron sobre muestras sobresinterizadas, con el fin de que las partículas a analizar fueran lo más grandes posible, y se intentó buscar zonas con mayor concentración de carbonitruros (colonias de 6 a 7 partículas) a fin de evitar las interferencias de la matriz.

Es por todo ello que la cantidad de hierro presente resulta apreciablemente mayor que en los MC (tabla 5.III).

Los carbonitruros son aún más ricos en vanadio que los carburos MC (contienen un 80 % V), en detrimento de su contenido en wolframio y molibdeno (7 %). La liberación de estos elementos lleva a que precipiten más carburos M_6C , como se observa en la tabla 4.III referida al acero Px30. Este resultado concuerda con el publicado recientemente sobre el T42 /36/ y el T15 /37/ sinterizados en atmósfera gaseosa rica en nitrógeno.

En el caso del Px30S, el contenido de vanadio tanto en los MC como en los MX parece ser el menor del rango estudiado, y en cambio el de Mo+W el mayor (más del doble en los MX), sin que parezca ser debido a la existencia de inclusiones de SMn (éstas contienen, además de S y Mn, sólo un 2 %V y 10 % Cr).

Por otra parte, no se encuentra que exista una relación entre la concentración de vanadio en los MX y la TOS /27/, puesto que a pesar de sinterizar a la misma temperatura, en el Px30 los carbonitruros contienen un 78 % V y en el Px30S, un 69 % V.

solubilitate txikiagoa dutena: partikula primario bezala aurkitzen dira goi sinterizazio-tenperaturatan ere eta, hortaz, ez dira eutektiko bezala prezipitatu. Bestalde, M_6C eutektikoen presentziak hutsean eta gasean mikroegitura egokiko sinterizaziorako tenperatura muga gorena ezartzen du.

Karbono-gehikuntzak edota atmosferaren bidezko Nitrogeno-sarrerak ez dute eragin handirik M_6C eutektikoen agerpen-tenperaturan. Dena den, bai Karbono-gehikuntzak bai Nitrogeno-sarrerak jeits erazten dutenez STO-a Px30 altzairuetan, edukin hauen handikuntzak sinterizazio-bitartea zabaldu egingo luke /27,85/.

Horratz-itxurazko karbuo eutektikoen konposaketa eta morfologia gain-sinterizatutako bi altzairuetan zehatz eta mehatz analizatu da bi argitarapen berritan /38,85/ eta M42 eta M2 altzairuetan aurkitutako /27,86,87/ M_2C -aren antzekoa da. M_2C karbuo hauek ez-egonkorak dira eta hozketan zehar M_6C eta MC-etan deskonposatzen dira. Lan honetan erabilitako hozketa-abiadura altuegia zen deskonposaketa hau gertatzeko /85,88/. Horratz-itxurazko karbuo eutektiko hau gasean sinterizatutako Px30S-an ere agertzen da, baina ez da aurkitu gasean sinterizatutako Px30-an ez eta beste altzairu gas sinterizatuetan ere /27,37/. Steven eta lag.-ek zera aurkitu zuten /89/, M2 eta M7 altzairuen Nitrogeno-edukina handitzean ez direla M_2C karbuoak sortzen.

Eutektiko hauen konposaketak konparatuz (4.IV eta 4.IX Taulak) gasean sinterizatutakoetan aurkitutakoak Banadio gutxiago daukala ikusten da (% 8-a, hutsean sinterizatutakoetan, berriz, % 12-a), berriz ere elementu honek Nitrogeno-arekiko kidetasunarengatik.

Azkenik, I deritzon karbuo eutektikoak STO-an eta hau baino $10^\circ C$ beherago ere aurkitu dira (bibliografiak 25° ere agertu du /27/); zenbait autorek beste altzairu laster batzutan ere aurkitu dute eutektiko hau /7,83,90/. 5.VII Taulan karbuo eutektiko honen konposaketak aurkezten dira hemen ikertutako eta literaturan aurkitutako altzairuetan. Karbuo hau, Cr eta Fe-an aberatsak, zenbait autorek dioten bezala /13,91/ $M_{23}C_6$ izan zitezkeen. 5.VII Taulak literaturan aurkitutako zenbait $M_{23}C_6$ karbuoren konposaketa agertzen da, zeintzuk lan honetan aurkitutakoaren antzekoak diren.

5.1.6 Composición química de los carburos eutécticos

Los carburos eutécticos tipo M_6C y MC encontrados en estos materiales presentan composiciones químicas cercanas a las observadas en los carburos del mismo tipo, no habiéndose observado carburos eutécticos tipo MC en los aceros sinterizados en atmósfera industrial. Esto parece ser debido al hecho de que en la atmósfera industrial rica en nitrógeno el carburo MC se transforma en carbonitruro MX con una solubilidad mucho menor: parecen estar presentes en forma de partículas primarias incluso a temperaturas de sinterización altas y, por lo tanto, no precipitan en forma eutéctica. Por otro lado, la presencia de eutécticos M_6C en vacío y en gas parece definir el límite superior de temperatura para una sinterización con una apropiada microestructura.

La adición de carbono o la introducción de nitrógeno a través de la atmósfera no afecta mucho a la temperatura de aparición de eutécticos M_6C en cada acero. Sin embargo, como tanto la adición de carbono como la introducción de nitrógeno en los aceros Px30 disminuyen la TOS, un incremento en dichas concentraciones ampliaría el rango de sinterización /27,85/.

La composición y morfología de los carburos eutécticos de tipo de aguja presentes en ambos aceros tras sobresinterizarlos ha sido analizada al detalle en dos artículos recientes /38,85/ y se ha encontrado que es similar a las del carburo primario M_2C encontrado en el M42 y en el M2 /27,86,87/. Estos carburos M_2C son inestables y se descomponen durante el enfriamiento en M_6C y MC . La velocidad de enfriamiento utilizada durante este trabajo era demasiado alta para que tuviera lugar esta descomposición /85,88/. Este carburo eutéctico tipo aguja está presente también en muestras de Px30S sinterizadas en atmósfera industrial rica en nitrógeno, pero no en el Px30 sinterizado en gas, y no fue encontrado anteriormente en otros aceros sinterizados en gas /27,37/. Steven et al. /89/ han observado que al aumentar el contenido de nitrógeno de los aceros M2 y M7 no se produce formación de carburos M_2C .

Comparando las composiciones de estos eutécticos (tablas 4.IV y 4.IX) se observa que el encontrado en las muestras sinterizadas en gas contiene menos vanadio (8 % frente al 12 % del sinterizado en vacío) debido nuevamente a la afinidad de este elemento por el nitrógeno.

Finalmente, el carburo eutéctico llamado de tipo I, que se encontró a la TOS e incluso $10^\circ C$ por debajo del óptimo (la bibliografía reporta hasta $25^\circ C$ /27/), ha sido también encontrado por otros autores en otros aceros rápidos /7,83,90/. En la tabla 5.VII se comparan las composiciones químicas de este carburo eutéctico para los aceros estudiados aquí con otros encontrados en la literatura. Este carburo, rico en Cr y Fe, podría ser, como indican otros autores /13,91/, $M_{23}C_6$. La tabla 5.VII incluye también la composición química de algunos carburos $M_{23}C_6$ reportados en la literatura, que resultan ser similares a la encontrada en este trabajo.

5.2 Tratamendu Termikoak

4.16. Irudian zera irudikatzen da, austenizazio-tenperaturaren eragina tenplatu ondorengo karburo primario-kopuru totalean hutsean eta atmosfera industrialean sinterizatutako Px30-arentzat. Dispersiorik badago ere, ez dago desberdintasun handirik karburu-kopuruaren artean, ez austenizazio-tenperatura desberdinentzako ez eta gasean ala hutsean sinterizatutakoaren artean. Emaiza hauek Usandizaga-k /93/ antzeko altzairu batzurekin lortutakoaren parekoak dira.

Efektu hau azaltzeko beste ikuspuntu batetik ere begira daiteke, 4.17. irudian agertzen dena, alegia; irudi honetan hondar-austenita kopuruaren austenizazio-tenperaturarekiko ez-menpekotasuna agertzen da; ez-menpekotasun hau logikoa litzateke karburo-disolbapenik ez dela gertatu eta austenita ez balitz aleazio-elementutan aberastu. 4.17. irudian hondar-austenita kopurua airetan hoztutako laginetan oliotan edo uretan hoztutakoetan baino txikiagoa dela agertzen da. Balegoke hau gertatzea airetan hozteari dagokion hozpen-abiadura txikia dela eta karburo-prezิปitaziorik gertatzen delako, zeinek austenita aleazio-elementuetan deskargatuko luke; ondorioz, austenita gehiago bihurtuko litzateke martensita. Prezิปitazio honek karburo xehe bezala (sekundarioak) izan beharko luke, bestela karburo primario-kopurua gehituko bait litzateke, eta gehikuntza hau ez da agertzen 4.16. irudian. Airetan hoztutako materiala oliotan edo uretan hoztutakoa baino gogorragoa da tenplatu ondoren (ikus 4.19. a, b eta c irudiak), bat datorrena aipatutako hozpen geldoko karburo sekundarioen prezิปitazioarekin.

4.19. a, b eta c irudietan ikusten da gogortasun-tontorra gasean sinterizatutako materialetan tenperatura altuagoetan gertatzen dela (575°C) hutsean sinterizatutakoetan baino ($525-550^{\circ}\text{C}$). Gogortasun gorena, gainera, handiagoa da gasean sinterizatutako materialetan.

Gogortasun gorenaren tontorraren altueraren eta dagokion iraoketa-tenperaturaren gehikuntzak garrantzi handia du ebaketa jarraian erabilitako altzairu lasterretan. Operazio hauetan tresnaren berotze handia gertatzen da ebaketan zehar sortzen den beroarengatik. Gasean sinterizatutako altzairuetan gain-iraoketak eragindako biguntzea tenperatura altuagoetan gertatzen bada, egokiagoak izango dira aplikazio hauetan erabiliak izateko. Bestalde, tontor-tenperatura altuagoa eta gogortasun goren handiagoa oso propietate egokiak dira geruza gogorragoaz eta goi-tenperaturatan erresistenteagoaz (aluminak,...) estaldua izango den oinarritzko material batentzat.

Gogortasun gorena iraoketa-tenperatura altuagotan lortzeko eta gogortasuna bera handiagoa izatearen arrazoa atmosfera industrialean sinterizatzean zurgatutako Nitrogeno-kopuru handiagan datza. Tesi guztian zehar esan denez, Nitrogeno honek MC karburoak MX karbonitruro bihurtzen ditu eta ondorioz Karbonoa aske uzten du. Beste zera ere agertzen da, M altzairuetan Nitrogeno-kopuru bat soluzio solidoan gera daitekeela, T graduko altzairuetan gertatzen zen ez bezala, hauetan ia Nitrogeno guztia MC karburoak karbonitruro bihurtzeko erabiltzen bait zen eta hortaz ez bait zen ezer geratzen austenitan soluzio solidoan /27/.

5.2 Tratamientos Térmicos

En la Fig. 4.16 se muestra la evolución de la cantidad total de carburos primarios tras temple con la temperatura de austenización para el aceros Px30 sinterizado tanto en vacío como en la atmósfera gaseosa industrial. Se observa claramente que dentro de una cierta dispersión no existen diferencias significativas en la cantidad de carburos encontrados para las diversas temperaturas de austenización tanto en gas como en vacío. Estos resultados son similares a los reportados por Usandizaga /93/ en un reciente trabajo para aceros similares. Este hecho tiene su contrapartida en la Fig. 4.17 en la que se observa que la cantidad de austenita residual no es dependiente de la temperatura de austenización, lo que sería de esperar si no se produce por disolución de carburos un enriquecimiento adicional en elementos de aleación en la austenita. En la Fig. 4.17 se observa que la cantidad de austenita residual es ligeramente inferior en las muestras enfriadas al aire que en las muestras enfriadas tanto en aceite como en agua. Este hecho puede ser debido a que a las bajas velocidades de enfriamiento que corresponden al enfriamiento en aire se produzca alguna precipitación de carburos y por tanto se descargue la austenita en elementos de aleación y consecuentemente haya una mayor transformación posterior de austenita a martensita. Esta precipitación deberá ser en forma de finos carburos (secundarios) pues de otra manera supondrían un incremento en la cantidad total de carburos primarios, que no ha sido observada en la Fig. 4.16. Se debe indicar también que la mayor dureza tras el temple encontrada en el material enfriado en aire frente al enfriamiento en aceite y en agua (ver Figs. 4.19 a, b y c) puede también estar de acuerdo con lo adelantado aquí de una precipitación de carburos secundarios durante el enfriamiento lento en aire.

En las Figs. 4.19 a, b y c se observa claramente que el pico de dureza se presenta a temperaturas notablemente más elevadas para el material sinterizado en la mezcla gaseosa (575°C) que para el material sinterizado en vacío (525-550°C). También se debe destacar que la dureza en el pico es superior para los materiales sinterizados en gas que para los sinterizados en vacío.

Se debe resaltar que tanto el aumento en la temperatura como en la altura del pico de dureza en el revenido tienen una gran relevancia en los aceros rápidos utilizados en operaciones de corte continuo. En dichas operaciones se produce un importante calentamiento de la herramienta por la generación de calor durante el corte. El hecho de que los aceros sinterizados en gas posean una mayor temperatura a partir de la cual se produce el ablandamiento por sobrevenido los hace más adecuados para su utilización en dichas aplicaciones. Por otra parte, una temperatura de pico más elevada junto con una mayor dureza en el pico, son propiedades muy adecuadas para la utilización de estos aceros como sustratos para recubrimientos más duros y resistentes a elevadas temperaturas como las alúminas.

La razón de la necesidad de una temperatura de revenido más elevada para alcanzar el pico de dureza y la mayor dureza del mismo reside en la importante cantidad de nitrógeno absorbida por el acero durante su sinterizado en la atmósfera industrial. Como se ha venido comentando a lo largo de toda la Tesis dicho nitrógeno transforma los carburos MC en carbonitruros MX y conscuentemente deja carbono disponible por una parte.

Gasean sinterizatutako materialetan, nahiz gehiegizko Karbonoak (MC-en transformaziotik datorrena) nahiz austenitan disolbatutako Nitrogenoak (altzairu honetan gertatzen den bezala) tenplatu ondorengo hondar-austenita kopuruaren gehikuntza, hutsean sinterizatutako altzairuekin konparatuz, eragiten dute, 4.17. eta 4.24. irudietan ikusten den bezala. Egonkorragoa den hondar-austenita gehikuntza honen transformazioak iraoketa-tenperatura handiagoak behar ditu, 4.18. eta 4.24. ir. berberetan ikusten den bezala, non gasean sinterizatutako altzairu batentzat, 575°C-ren gainetik austenita-maila oso behea dela, hutsean sinterizatutakoetan maila behe hau 535°C-tan lortzen den bitartean ikusten den. Antzeko emaitzak T42 altzairu batentzat artikulatu batetan /94/ argitaratu berriak dira. Material honetan ere iraoketa-tontorra tenperatura altuagoetan eta gogortasun handiagoentzat gertatzen zen gasean sinterizatutako laginetan hutsekoetan baino. T15-arentzat ere gogortasun gorena tenperatura altuagoetan gertatzen zen, baina gogortasun-balio bera berdina zen kasu bietan. T15 altzairuan ere gogortasun gorena tenperatura altuagoetan gertatzen zen, baina gogortasun-balio berarekin. Artikulo berean agertzen zen (5.7. ir.) koerlazio on bat Karbono orde-gehiegizkoa, zein honela definitzen den /95/:

$$\Delta C_{eq} = C + 12/14 N - (0.19 + 0.017(W + 2 Mo) + 0.22 V) \quad (5.7)$$

eta sinterizatu ondorengo hondar-austenita kopuruaren artean T eta M graduko altzairu desberdinentzat bai gasean bai hutsean sinterizatuak.

5.VIII Taulan zera ematen da, (5.7) ekuazioan definitu den Karbono orde-gehiegizkoa, Karbono orde estekiometriko-gehiegizkoa /95/:

$$SCE = C + 12/14 N - (0.033W + 0.063 Mo + 0.176 V + 0.06 Cr) \quad (5.8)$$

eta elementu karburo-sortzaile konzentrazioa eta Karbono ordearen arteko zatidura /95/:

$$R = \Sigma \text{karburo-sortzaile}/C + N \quad (\text{dena } \% \text{ at.}) \quad (5.9)$$

Px30 eta T42 eta T15 (gradu standard) altzairuentzat, gasean sinterizatuak eta hutsean sinterizatuak. Gasean sinterizatueta Karbono-orde eta R erlazio txikiak lortzen dira hutsean sinterizatutako gradu standardekin konparatuz. Taula honetan ikusten da Px30 eta T42 altzairuentzat, zeinetan bai tenperaturaren bai tontorraren altueraren gehikuntza gertatzen den, Karbono orde eta estekiometrikoen gehikuntzak 0.7 eta 0.5-ekoak direla, gutxi gora behera. T15-arentzat, aldiz, gogortasun-gehikuntzarik jasaten ez duena, Karbono orde-gehikuntzak 0.92 eta 0.85-koak dira eta artikuluan /94/ esaten den bezala, gain-saturazioa hain garrantzitsua dirudi, non iraotzeko beharko liratekeen goi-tenperaturatan (Fe,Cr)₇C₃ karburoaren prezipitazio larria gertatuko litzatekeen, austenita deskargatuko lukeena eta, ondorioz, ez litzateke gertatuko gogortasunaren gehikuntza gehiagorik.

También se ha comentado que en el caso de los aceros M se puede suponer que una cierta cantidad de nitrógeno se mantiene en solución sólida, a diferencia de lo que ocurría con los aceros grado T, en los que prácticamente todo el nitrógeno se utilizaba para transformar los carburos MC en carbonitruros y por tanto nada quedaba en solución sólida en la austenita /27/. Para los materiales sinterizados en la atmósfera gaseosa, tanto el carbono en exceso (proviniente de la transformación del MC en MX) como el nitrógeno disuelto en la austenita (caso del presente acero) tienen como efecto un incremento en la cantidad de austenita retenida en el temple en relación a los aceros sinterizados en vacío, como se muestra en las figuras 4.17 y 4.24. La transformación de dicho exceso de austenita retenida, que resulta también más estable, requiere de mayores temperaturas de revenido como se muestra en las figuras 4.18 y 4.24, en la que se observa que para el acero sinterizado en gas a partir de los 575°C los niveles de austenita son realmente bajos, mientras que para los sinterizados en vacío estos bajos niveles se consiguen ya para los 535°C. Resultados similares han sido reportados en un artículo reciente /94/ para un acero T42. Para este material el pico de revenido ocurría también para temperaturas más elevadas y con un valor de dureza mayor cuando el sinterizado tenía lugar en gas frente al sinterizado en vacío. También para el acero T15 el pico de dureza se producía a temperaturas más elevadas pero para el mismo valor de dureza. En dicho artículo se mostraba también (fig. 5.7) una buena correlación entre el exceso de carbono equivalente definido como /95/

$$C_{eq} = C + 12/14 N - (0.19 + 0.017(W + 2Mo) + 0.22V) \quad (5.10)$$

y la cantidad de austenita residual tras el sinterizado para diversos aceros de grado tanto T como M tanto sinterizados en vacío como en gas.

En la tabla 5.VIII se muestra el exceso de carbono equivalente, definido previamente en la ecuación (Ec. 5.7), el exceso en el carbono equivalente estequiométrico /95/:

$$SCE = C + 12/14 N [0.033(W)+0.063(Mo)+0.176(V)+0.06(Cr)] \quad (5.11)$$

y el cociente entre la concentración de elementos formadores de carburos y el carbono equivalente /95/:

$$R = \Sigma \text{ formadores de carburos (\%at)}/C+N (\%at) \quad (5.12)$$

para el acero Px30 y los aceros T42 y T15 sinterizados en gas y en vacío (grados standard). Se observa que por sinterizado en la atmósfera gaseosa se consiguen importantes excesos en carbono equivalente y relaciones R bajas con relación a los grados standard sinterizados en vacío. Se observa en dicha tabla que para los aceros Px30 y T42, en los que se produce un incremento tanto en la temperatura como en la altura del pico, los ex-

5.3 Saiakuntza Mekanikoak

5.3.1 Haustura-zailtasuna

Haustura-zailtasuna probeta zilindriko motzetan neurtu zen, Barker-en metodoaren arabera (3.7.2. atala). Metodo hau bi abantail ditu: alde batetik, oso material gutxi erabiltzen du, probetak E399-74 arauak probeta trinkoentzako eskatzen duenak baino askozaz txikiagoak bait dira. Bestalde, ez dago aurre-pitzaduraren beharrik; azken abantail hau interesgarriagoa da material hauskorren kasuan, hauek saiakuntza baino lehen hauts bait daitezke.

5.3.1.1 Gogortasunaren eragina

5.8. irudian agertzen dira lan honetan neurtutako eta literaturan aurkitutako zailtasun-balioak.

Gogortasun batentzako lan honetan lortutako puntuak Martinez-ez emandakoak /28/ baino pixkat beherago geratzen dira, nahiz eta beste zenbait autorek aurkitutakoen antzekoak izan /67,96,97,98/, Wronski-k hutsean sinterizatutako T6-arentzat emandakoak ezik /12/.

5.3.1.2 Hondar-austenita kopuruaren eragina

Hondar-austenitak zailtasunean duen eragina dagoeneko aipatuta izan da (Sarıkaya eta lag.-ek /99/ Fe-Cr-C altzairu batentzat, Aranzábal-ek /100/ burdinurtze esferoidal baintikoa eta Martínez-ek /28,38/ altzairu lasterretan).

Eragin hau izan daiteke /101/ bai austenitak pitzaduraren ramifikazioa eragiten duelako bai plastikoki isurtzean pitzadura kamuztu egiten delako edota plastizidadeak eragindako transformazio bat gertatzen delako (TRIP).

Lan honetan lortutako balioak bibliografian aurkitutako beste batzurekin konparatu dira, 5.9. ir., honako hau aurkituz:

Lehenbizi eta behin, hondar-austenita kopuru txikientzako (zeintzuk lagin gain-iraotutakoei dagozkien) zailtasun-balioen dispersio handia gertatzen da. Dispersio hau gertatzen da hondar-austenita kopuru batentzako martensita gain-iraotzean mikroegitura aldatu egiten delako, austenita-kopuru bera mantenduz gogortasun jeitsi egiten delarik (ikus. 4.18. eta 4.24. ir.).

Austenita-kopuru handiagotzako, % 30-ararte, gutxi gora behera, zailtasuna austenita-kopuruarekin linealki igotzen da. Emaitzen atalean (4.3.1), lan honetan lortutako balioentzat, malda hau kalkulatu zen, $0.28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -koa, alegia; bibliografiako puntuak ere

cesos en carbono equivalente y estequiométrico son del orden de 0.7 y 0.5 respectivamente. En cambio para el acero T15, en el que no se produce un incremento en la dureza, los excesos de carbono equivalente son de 0.92 y 0.85 respectivamente y como se indica en el artículo /94/ la sobresaturación parece ser tan importante que el revenido a las temperaturas tan elevadas que se requerirían se produce una precipitación grosera de del carburo $(Fe,Cr)_7C_3$, que descarga la austenita y consecuentemente no se produce un incremento adicional de dureza.

kontutan harturik lortzen den malda hauxe da, $0.29 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -koa, aurrekoaren antzekoa (Martínez-ek /28/ 0.50 -koa argitaratu zuen).

Azkenik, % 35-40-ko austenita-kopuru batentzako, tentsioen intentsitate-faktore kritikoak saturazio bat agertzen du, Aranzábal-ek /100/ burdinurtze nodular bainitiko batentzat eta Martínez-ek /28/ altzairu laster batetan aurkitu zuten bezala. Aranzábal-ek adierazten duen bezala /100/, % 26-a baino frakzio bolumetriko handiago batek austenita-filme jarraia sorterazten du, non pitzadura heda zitekeen. Lan honetako emaitzak bibliografiakoekin konparatuz zera ikusten da, saturazio hau gertatzen bada ere, hau zailtasun-balio txikiago batetan agertzen da, $21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -en inguruan, Martínez-ek, berriz $32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ -ko balioa aurkitu zuen.

5.3.1.3 Haustura-gainazalak

Haustura-modu eta -gainazalaren itxurari dagokienean, beste autoreek deskribatutakoarekin bat dator /28,65,98,102/. Haustura modu mixtoko da, aleen artekoa eta konplexua, alegia.

Haustura-gainazalaren behaketa probeta-geometriak pitzaduraren hedapen-planoa mugatzen duela agertzen du, ez karbuero primarioek ez eta hondar-hutsuneek ez dutelarik planoz-alda erazten (5.10. ir.). Honengatik, ez da aurkitu SMn-inklusioen eraginik hausturan ez eta zailtasunean.

Dena den, tratamendu termikoak badu bere eragina lortutako haustura-motan, hondar-austenita kopurua dela eta. 4.34. irudiko mikrografiak konparatuz, zera ikus daiteke: austenita gutxiko laginetan fazeta asko eta karburu hautsiak ere aurkitzen direla, gainazal launa agertuz. Austenita-kopuru batetara heltzen denean, berriz, haustura harikorra lortzen da, pitzadura austenitan zehar hedatzen dela agertzen duen erliebe bat ere ikusten delarik. Lagin hauetan karbuero handiak hautsita edota pitzatuta aurkitu baziren ere, txikien inguruan mikroplastizidatea garatu zen. Olsson eta lag.-ek /65/ zera diote, karbuero handi hauek direla hauts-metalurgiazko altzairu laster hauetan pitzaduraren hedapen bide nagusia, konbentzionaletan, berriz, karbuero-kateak direlarik.

Pitzadura-muturreko zona-plastikoaren tamaina ale- edota karbuero-tamainaren antzeko parametro metalurgikoen parekoa denean pitzaduraren hedapena mikroegituraren menpekoa dela esaten da /65/. Deformazio launeko baldintzetan, zona plastikoaren erradioa honela kalkulatu da /61/

$$r_p = \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (5.13)$$

non σ_y (Kg/mm^2 -tan) Vickers metodoaz neurtutako gogortasunaren herena den.

5.3 Ensayos Mecánicos

5.3.1 Tenacidad a la fractura

La tenacidad a la fractura se midió sobre probetas cilíndricas cortas siguiendo el método de Barker (capítulo 3.7.2) Este método tiene dos ventajas principales; por un lado, utiliza muy poco material, pues las probetas son mucho más pequeñas que las exigidas por la norma E399-74 para probetas compactas. Por otro, no precisa de preagrietamiento; esta ventaja resulta especialmente interesante en materiales frágiles, que podrían romperse antes de ser ensayados.

5.3.1.1 Influencia de la dureza

En la figura 5.8 se presentan los valores de tenacidad obtenidos en este trabajo junto con los de la bibliografía.

Se observa que los puntos obtenidos en este trabajo para una dureza dada resultan quedar ligeramente por debajo de los reportados por Martínez /28/, aunque ajustan bien con los encontrados por otros autores /67,96,97,98/, salvo los publicados por Wronski /12/ para el T6 sinterizado en vacío.

5.3.1.2 Efecto de la cantidad de austenita retenida

El efecto beneficioso de la austenita retenida en la tenacidad ha sido ya citado por diferentes autores, como Sarikaya y col. /99/ en aceros Fe-Cr-C, Aranzábal /100/ en fundiciones esferoidales bainíticas y Martínez /28,38/ en aceros rápidos.

Esta influencia puede deberse /101/ bien a que la austenita produce una ramificación de la grieta, bien a que al fluir plásticamente lleva a un enrocamiento de dicha grieta o a que ocurre una transformación inducida por plasticidad o TRIP.

Se han comparado los valores obtenidos en este trabajo con otros de la bibliografía, fig. 5.9, deduciéndose lo siguiente:

En primer lugar, para cantidades pequeñas de austenita retenida (correspondientes sobre todo a muestras sobrerrevenidas) se encuentra una gran dispersión de valores de tenacidad. Esta dispersión se debe a que si bien la cantidad de austenita es la misma, la microestructura varía al sobrerrevenir la martensita, de modo que manteniendo la cantidad de austenita la dureza desciende (ver fig. 4.18 y 4.24).

Para valores más altos de austenita, hasta 30% aproximadamente, la tenacidad aumenta de un modo lineal con el contenido en austenita. En el capítulo de Resultados (4.3.1) se calculó, para los valores obtenidos en este trabajo, una pendiente de $0.28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$; consi-

5.IX Taulan lan honetan lortutako balioak agertzen dira. 1 eta 5 μm -en artean daude, eta, beraz, ale-tamaina baino txikiagoak dira. Martínez-ek /28/, gogortasun txikiagoak lortu zituena, 24 μm -ko r_p -ak lortu zituen; dena den, hemen kalkulaturakoak Wright eta lag.-ek (0.3-3.0 μm /56/ T42-arentzat), Olsson-ek (2-20 μm /65/) eta Shelton eta lag.-ek (3-30 μm /12/) M2-arentzat edota Wronski eta lag. (1-6 μm /12/) T6-arentzat aurkitutakoekin bat datoz.

Zona plastikoaren tamainaren balio hauek ale-tamaina baino txikiagoak agertzen dira, gasean sinterizatutako eta % 44 hondar-austenita duen Px30-ari dagokiona, adibidez, tamaina honen erdia besterik ez da. Egia esan, r_p karburoen batez besteko tamainaren parekoa da, eta hortaz hedapena kontrolatzen duena. Hau hausturaren aleen arteko itxura bat dator.

5.3.2 Lau puntutako makurdura -saiakuntza

5.3.2.1 Isurpen-tentsioa

Makurdura-saiakuntzan lortutako isurpen-tentsioen emaitzak analiza daitezke austenita-kopuruarekiko (5.11. ir.). σ_y hondar-austenitarekin jeitsi egiten da honako arau bati segituz:

$$\sigma_y = 1.171 - 0.78 \gamma_R \quad (5.14)$$

Materialak γ y α' bi faseko konpostuaren portaera daukala suposatzen bada, honako nahasi-lege hau aplikatu daiteke

$$\sigma_y = \sigma_\gamma f_\gamma + \sigma_{\alpha'} (1 - f_\gamma) \quad (5.15)$$

non f_γ fase γ -ren frakzio bolumetrikoa den eta σ_γ eta $\sigma_{\alpha'}$, γ y α' faseen isurpen-tentsioak diren.

Hondar-austenitaren isurpen-tentsioa honako espresio honen bidez kalkula daiteke /103/:

$$\sigma_y = 15.4(4.4 + 23 C + 1.3 Si + 0.24 Cr + 0.94 Mo + 1.2 V + 0.29 W) \quad (5.16)$$

non konposaketak austenitako frakzioak diren, pisutan.

derando también los puntos de la bibliografía resulta una pendiente de $0.29 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, semejante a la anterior (Martínez /28/ indica un 0.50).

Finalmente, a partir de una cantidad de austenita del 35-40%, el valor del factor de intensidad de tensiones crítico parece alcanzar una saturación, como encontraron Aranzábal /97/ en una fundición nodular bainítica y Martínez /28/ en un acero rápido. Como lo explica también Aranzábal /97/, una fracción volumétrica superior al 26 % permitiría la formación de una película continua de austenita, a través de la cual podría propagarse la grieta. Comparando los resultados de este trabajo con otros de la bibliografía se observa que si bien se produce dicha saturación, ésta ocurre para un valor de tenacidad más bajo, en torno a los $21 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, mientras que Martínez encuentra un valor de $32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

5.3.1.3 Fractografía

En cuanto al modo de fractura y el aspecto superficial observados, coincide con el descrito por otros autores /28,65,98,102/. La fractura resulta ser de modo mixto o transgranular complejo.

La observación de la superficie de fractura permite comprobar que esta geometría de probeta restringe el plano de propagación de la grieta, de modo que ni los carburos primarios ni la porosidad residual la hacen cambiar de plano (fig. 5.10). Debido a ello, no se ha encontrado efecto alguno de las inclusiones de SMn sobre el modo de fractura ni sobre la tenacidad.

Sin embargo, el tratamiento térmico sí influye en el tipo de fractura logrado a través de la cantidad de austenita residual. Comparando las micrografías de la fig. 4.34 se puede ver que en las muestras con poca austenita se encuentran gran cantidad de facetas e incluso carburos fracturados, presentando una superficie lisa. A partir de un cierto contenido en austenita, en cambio, se logra una fractura dúctil, con cierto relieve que indica que la grieta se propaga a través de la austenita. En estas muestras se observa que aunque los carburos mayores sí se encontraron rotos o agrietados, alrededor de los pequeños se llegó a desarrollar cierta microplasticidad. Olsson y col. /65/ indican que dichos grandes carburos serían en los aceros rápidos pulvimetalúrgicos el camino preferente de propagación de la grieta, mientras que en los convencionales lo son las cadenas de carburos.

La propagación de la grieta se considera dependiente de la microestructura cuando el tamaño de la zona plástica en la punta de la grieta es similar a parámetros metalúrgicos como puedan ser el tamaño de grano, de carburos,.../65/. En condiciones de deformación plana, el radio de la zona plástica se calcula /61/ como

$$r_p = \frac{1}{6\pi} \left[\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right]^2 \quad (5.13)$$

Edukin hauek gasean eta hutsean sinterizatutako T42 eta Px30 altzairuentzat kalkulatu ziren Palma-ren metodoari jarraituz /27/. Metodo honek 4.III eta 4.VII Tauletan agertzen diren hondar-austenita eta karburo-kopuruak eta altzairuen eta karburoen konposaketak (4. atalean, Emaitzak, agertzen zirenak) erabiltzen ditu. Balio hauek lortu ziren: $\sigma_\gamma = 440$ MPa (zein konposaketaren arabera aldatzen zen, 400 eta 530 MPa-en artean mantentzen zelarik).

$\sigma_{\alpha'}$ -rentzako gogortasunarekin erlazionatzen duen espresioa erabili zen, σ_γ [Kg/mm²] = HV/3 [Vickers]; gogortasun-balioa, austenita-edukin txikiko laginena hartu zen, 1000 bat HV₁₀-koa dena, hau da, $\sigma_{\alpha'} = 3000$ MPa.

Kasu honetan, (5.14) eta (5.15) espresioak konbinatuz zera lortzen da:

$$\begin{aligned}\sigma_{\alpha'} &= 1171 \text{ MPa} \\ \sigma_\gamma &= 390 \text{ MPa}\end{aligned}$$

Lortutako σ_γ -ren balioa Pickering-en espresioaren /103/ bidez kalkulaturakoaren hurbila bada ere, $\sigma_{\alpha'}$ askoz txikiagoa da, herena bakarrik.

Bestalde, Aranzábal-ek /100/ zera kontsideratu zuen, martensita eta austenitaren elastikotasun-mugen arteko desberdintasuna dela eta, azken hau martensita baino askoz lehenago deformatuko zela, eta egitura ferritiko-perlitikoentzat erabiltzen direnen antzeko espresio bat erabili zuen /103/:

$$y = \sigma_\gamma f_\gamma^{1/3} + \sigma_{\alpha'} (1 - f_\gamma^{1/3}) \quad (5.17)$$

Kasu honetan honako balio hauek lortzen dira:

$$\begin{aligned}\sigma_{\alpha'} &= 1797 \text{ MPa} \\ \sigma_\gamma &= 476 \text{ MPa}\end{aligned}$$

zeintzuk neurtutako balioen hurbilago daude, nahiz eta berriro $\sigma_{\alpha'}$ -aren balioa txikiegia izan.

Honen azalpen bat hau izan daiteke: deformazioa fase bakoitzean desberdina izatea, alegia.

donde se puede estimar el valor de σ_y (en Kg/mm²) como un tercio de la dureza medida en Vickers.

Se muestran en la tabla 5.IX los valores obtenidos en el presente trabajo. Se observa que varían entre 1 y 5 μm , y, por tanto, son más pequeños que el tamaño de grano. Martínez /28/, que obtuvo menores durezas, logró tamaños de r_p de hasta 24 μm , sin embargo, los calculados aquí coinciden con los encontrados por Wright y col. /56/, que reportan 0.3-3 μm para el T42, Olsson /65/ entre 2 y 20 μm y Shelton y col. /67/, 3 y 30 μm para el M2 o Wronski y col. /12/ 1- 6 μm para un T6.

Estos valores del tamaño de la zona plástica resultan ser mucho más pequeños que el tamaño de grano, pues el mayor, correspondiente al Px30 sinterizado en gas y con un 44 % de austenita retenida, apenas es igual a la mitad de dicho tamaño. En realidad, r_p es próxima a los valores de tamaño medio de carburos con lo que parece que pudiera ser ésta la característica que controlara la propagación. Ello concuerda con el aspecto transgranular de la fractura.

5.3.2 Ensayo de flexión en cuatro puntos

5.3.2.1 Tensión de fluencia

Se puede analizar los resultados de tensión de fluencia obtenidos en los ensayos de flexión en función del contenido en austenita presente (fig. 5.11). Se observa que σ_y disminuye al aumentar la cantidad de austenita retenida según una ley del tipo

$$\sigma_y = 1.171 - 0.78 \gamma_R \quad (5.14)$$

Si se considera que el material se comporta como un compuesto de dos fases, γ y α' , se podría aplicar una ley de masas del tipo

$$\sigma_y = \sigma_\gamma f_\gamma + \sigma_{\alpha'} (1 - f_\gamma) \quad (5.15)$$

donde f_γ es la fracción volumétrica de fase γ y σ_γ y $\sigma_{\alpha'}$ son las tensiones de fluencia de las fases γ y α' , respectivamente.

La tensión de fluencia de la austenita retenida se puede deducir de la expresión /103/:

$$\sigma_y = 15.4(4.4 + 23 C + 1.3 Si + 0.24 Cr + 0.94 Mo + 1.2 V + 0.29 W) \quad (5.16)$$

donde las composiciones se refieren a fracción en peso en la austenita.

Bestalde, lortutako martensita iraotua denez, agian ez du aurkeztuko suposatutako 3000 MPa-eko elastikotasun muga.

5.3.2.2 Hausturarekiko erresistentzia

Hausturarekiko erresistentzia kalkulatzeko ez ohi da kontutan hartzen plastizidatea. 5.X taulan konparatzen dira plastizidatea konparatuz -(2.31) espresioaren bitartez- eta (3.10)-a erabiliz kalkulaturako erresistentzi-balioak. Azken hau, itxurazko erresistentzia deritzona, σ_f -ren hurbilketa hartzen da, baina taulan agertzen da % 20-ko gain-estimazioa suposatzen duela (Shelton eta lag. /67/ % 50-eko gain-estimazioak aurkitzen dituzte).

Dena den, laginak hauskorak zirenez eta akats handiak zituenez, neurtutako deformazio plastikoak txikiak izan ziren (< % 1.02, 5.X Taula) eta haustura-modulo edo itxurazko erresistentziaren errorea deformazio plastikoarekin handitu egiten da.

Bai deformazio plastikoa bai σ_f kalkulatzeko prozedura erraza denez, ez dago zergatik erabili σ_f^* σ_f -ren ordez eztabaida zientifikoetan. Jakina, σ_f^* onargarria da kalitate-kontrollean edo geometria berdina duten laginak saiatzean.

Lan honetan lortutako balioak zenbait autorek argitaratutakoen parekoak agertu zire; hala nola, Wronski eta lag.-k /12/ 1-2 GPa hutsean sinterizatutako T42-arentzat, Shelton eta lag.-ek /67/ 0.9-1.5 GPa M2-arentzat edota Wright eta lag.-ek /56/ 0.3-1.3 GPa hutsean sinterizatutako T42-arentzat; Martínez-ek, bestalde, 0.9-1.5 GPa-eko balioak argitaratzen ditu /28/ gasean sinterizatutako T15-arentzat eta 0.8-1.3 GPa hutsean sinterizatutakoarentzat. Beiss eta Wähling-ek /104/, aldiz, 3.2 eta 3.9 GPa-en arteko erresistentziak aurkitu zuten altzairu konbentzionalentzat eta Takigawa eta lag.-ek /77/ 4.1 GPa HIP-aren bitartez sinterizatutako T15-arentzat.

Dena den, kasu guztietan saiakuntzak 3 puntutako makurduran egin ziren, edo 4 puntutan baina barne-spana 8 mm-takoa zelarik egin ziren, lan honetan, ordea, span-a 20 mm-koa izan zen, eta hortaz, tentsio goren-peko material-bolumena askoz handiagoa zen; akats bat aurkitzeko probabilitatea, beraz, handiagoa zen, eta hausturarekiko erresistentzia txikiagoa. 3 eta 4 puntutan saiatur aurkitutako erresistentzien arteko erlazio hau Wronski eta lag.-ek argitaratu dute /12/.

Estos contenidos se calcularon para los aceros T42 y Px30 sinterizados en gas y en vacío siguiendo el método de Palma /27/. Este método utiliza los valores de cantidad de austenita retenida y de carburos de las tablas 4.III y 4.VII y las composiciones de carburos y aceros que se muestran en el capítulo de Resultados, capítulo 4. Se obtuvo un valor aproximado de $\sigma_{\gamma} = 440$ MPa (que variaba según la composición entre 400 y 530 MPa).

Para $\sigma_{\alpha'}$ se consideró la expresión que la relaciona con la dureza, σ_y [Kg/mm²] = HV/3 [Vickers], tomando como valor de dureza el correspondiente a las muestras con contenidos en austenita pequeños, que es de unos 1000 HV₁₀, es decir, $\sigma_{\alpha'} = 3000$ MPa.

En ese caso, de la combinación de las expresiones (5.14) y (5.15) se obtendría que

$$\begin{aligned}\sigma_{\alpha'} &= 1171 \text{ MPa} \\ \sigma_{\gamma} &= 390 \text{ MPa}\end{aligned}$$

Se ve que si bien la σ_{γ} obtenida es bastante aproximada a la calculada con la expresión de Pickering /103/, $\sigma_{\alpha'}$ queda muy por debajo, apenas un tercio.

Por otra parte, Aranzábal /100/ consideró que debido a la diferencia entre límites elásticos de la martensita y la austenita, ésta comenzaría a deformarse mucho antes que la martensita, y aplicó una expresión del tipo de las empleadas en estructuras ferrítico-perlíticas /103/ de la forma

$$\sigma_y = \sigma_{\gamma} f_{\gamma}^{1/3} + \sigma_{\alpha'} (1 - f_{\gamma}^{1/3}) \quad (5.17)$$

En este caso se obtienen los valores

$$\begin{aligned}\sigma_{\alpha'} &= 1797 \text{ MPa} \\ \sigma_{\gamma} &= 476 \text{ MPa}\end{aligned}$$

que se acercan más a los valores deducidos, pero de nuevo $\sigma_{\alpha'}$ resulta excesivamente pequeña.

Una posible explicación es que la deformación sea distinta en una y otra fase.

Por otro lado, también podría ocurrir que la martensita obtenida esté lo bastante revenida como para no presentar los 3000 MPa de límite elástico supuestos.

5.3.2.2 Resistencia a la flexión

Ha sido práctica habitual calcular la resistencia a la fractura ignorando la plasticidad. En la tabla 5.X se comparan los valores de resistencia calculados considerando la plasticidad

5.3.2.3 Pitzaduraren tamaina kritikoaren eragina

Bestalde, hausturerekiko erresistentziaren balioetan aurkitutako dispersioak (4.41. ir.) haustura has erazten duen akatsa ez dela mikroegiturala agertzen du, inklusioak, mekanizazio-akatsak edota hondar-hutsuneak bezalako besteren bat baino. Hau dela eta, mikroplastizidatea aurkitu da isurpen makroskopikora iritsi baino lehen hautsi ziren probetetan.

Akatsei dagokienean, trakzio-gainazalaren hurbil dagoen bakan txiki bat nahikoa zen haustura hasteko. Saiakuntza hau, beraz, ezin hobea agertzen da sinterizazioaren kalitatea kuantifikatzeko.

Trakzio-gainazalaren gertu akatsik agertzen ez zuten laginetan, aldiz, saiakuntzan neurtutako erresistentzia askoz handiagoa izan zen (1500 MPa-ekoa, alegia) gogortasun eta hondar-austenita kopuru bera agertzen bazuten ere. Lagin hauetan mikroegiturak eragina izaten hasia zela aurkitu zen (pitzadurak aurkitu ziren trakzio-gainazalean, 4.53. ir.).

5.12. irudian agertzen dira plastizidatea agertu zuten laginei aplikatutako Weibull-analisiaren emaitzak. Lortutako Weibull-modulua, $m = 7.6 \pm 1.9$, makurduran saiaturako altzairu lasterrezko lagin-taldeentzat argitaratutakoen beheko mugaren gertu dago.

Zenbait autorek /12,38,56,69,70/ akats kritikoaren tamaina jakinda haustura-zailtasuna kalkulatu dira, akatsak eliptikoak edo semi-eliptikoak kontsideratuz eta Mekanika Elastiko Lineala (L.E.F.M.) erabiliz. Irwin-ek /63/ gainazaleko akats semi-eliptiko batentzat a_c tamaina kritikoa hauxe zela esan zuen

$$a_c = \frac{K_{Ic}^2}{\pi\sigma^2} \left| \frac{\Phi^2 - 0.212 (\sigma/\sigma_y)^2}{1.2} \right| \quad (5.18)$$

a luzera (erdi-ardatz motza) eta $2c$ zabalera (ardatz luzea) duen pitzadura batentzat, non Φ integral eliptiko hau den

$$\Phi = \int \left| \sin^2\theta + \left[\frac{a_c}{c} \right]^2 \cos^2\theta \right|^{1/2} d\theta \quad (5.19)$$

-mediante la expresión (2.31)- y los obtenidos aplicando la expresión (3.10), o resistencia aparente. Si bien se suele considerar ésta última como una aproximación al valor de σ_f , se observa en la tabla que la sobreestimación llega a ser del 20 % (Shelton y col /67/ llegan a encontrar sobreestimaciones del 50 %).

Sin embargo, ha de tenerse en cuenta que, debido a la relativa fragilidad y a los grandes defectos encontrados en las muestras, sólo se midieron pequeñas deformaciones plásticas (< 1.02 %, tabla 5.X) y el error en el módulo de ruptura o resistencia aparente crece al aumentar la deformación plástica.

Puesto que el procedimiento para evaluar ésta y calcular σ_f es relativamente simple, no hay razón para continuar utilizando σ_f^* por σ_f en discusiones científicas. Evidentemente, σ_f^* mantiene su validez en control de calidad o ensayos realizados sobre muestras geoméricamente idénticas.

Los valores obtenidos en este trabajo resultaron ser del orden de los publicados por otros autores como Wronski y col. /12/, 1-2 GPa para el T6, Shelton y col. /67/, 0.9-1.5 GPa para el M2 o Wright y col. /56/, 0.3-1.3 GPa para el T42 sinterizados en vacío; Martínez, por su parte, reporta 0.9-1.5 GPa para el T15 sinterizado en gas y 0.8-1.3 GPa en el sinterizado en vacío /28/. Beiss y Wähling /104/, en cambio, encontraron resistencias de entre 3.2 y 3.9 GPa en aceros convencionales y Takigawa y col. /77/, 4.1 GPa en un T15 sinterizado mediante HIP.

En todos los casos, sin embargo, los ensayos se realizaron bien en flexión en 3 puntos o en 4 puntos pero con un span interior más pequeño (8 mm) que el utilizado en este trabajo, que fue de 20 mm, de modo el volumen de material sometido a la tensión máxima era mucho más pequeño; de ahí que la probabilidad de encontrar un defecto fuera también menor y por tanto mayor la resistencia a la fractura. Esta relación entre las resistencias encontradas ensayando en 3 y 4 puntos ha sido reportada por Wronski y col. /12/.

5.3.2.3 Efecto del tamaño crítico de grieta

La dispersión observada en los valores de resistencia a la fractura (fig. 4.41) indica que el defecto desencadenante de la fractura no es microestructural, sino algún otro como puedan ser inclusiones, fallos de mecanizado o porosidad residual. Así, se observa microplasticidad en superficies de fractura de muestras que rompieron antes de llegar a la fluencia macroscópica.

En cuanto a los defectos, se encontró que uno solo y de pequeño tamaño pero situado en las cercanías de la superficie de tracción era suficiente para desencadenar la fractura. Así, este ensayo resulta ser óptimo para cuantificar la calidad de la sinterización.

Sin embargo, en aquellas muestras que no presentaban defectos cerca de la superficie de tracción la resistencia medida en el ensayo resultó mucho mayor (1500 MPa) aún tenien-

Pitzadura barnean dagoenean,

$$a_c = \frac{K_{Ic}^2}{\pi \sigma^2} \left| \frac{\Phi^2 - 0.176 (\sigma/\sigma_y)^2}{1.2} \right| \quad (5.20)$$

Φ -ren balioak 1 ($c = \infty$) eta $\pi/2$ ($c = a$) -ren artekoak dira.

Haustura-gainazalak Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoan behatu ziren eta akats kritikoa aurki zitekeen kasuetan neurtu egin zen itxura eliptikotzat hartuz, non $2c > a$. Pitzaduraren itxura $c < a$ -koa zenean, kalkuloak egiteko $c = a$ izan arte hazia zela suposatu zen. Tentsioen intentsitate-faktorea Barker saiakuntzetan lortutakoa hartu zen eta tentsioa makurdura-saiakuntzan kalkulaturakoa; haustura hauskorren kasuetan, $\sigma_y = HV/3$ hartu zen.

Neurtutako pitzaduren tamaina kritikoa 40 eta 240 μm -ren artekoa izan zen, kasu batzuetan itxura eliptikotzat hartzea onargaitza gertatu zelaririk.

5.13. irudian agertzen dira emaitza hauek $\left[\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right]^2$ -ren $f(a)$ parametroarekiko menpekotasuna bezala; $f(a)$ faktore hau hauxe zen:

$$f(a) = a \frac{1.2 \pi}{\Phi^2 - 0.212 \left[\frac{\sigma_f}{\sigma_y} \right]^2}$$

Irudi honetan 45° -ari dagokion zuzena ere irudikatu da.

Dispertsioa oso handia dela ikusten da. zuzen honetatik urrutien dauden puntuei zegozkien akatsak (600 bat μm -koak zirenak) Arakapenezko Mikroskopia Elektronikoan begiratu ondoren ikusi zen kamutzak izanez gain ezin zirela elipsitzat hartu, 5.14. ir., beraz, agian ez zegoen goian aipatutako suposaketak aplikatzerik.

do la misma dureza y cantidad de austenita retenida. En estas muestras se encontró que comenzaba a influir la microestructura (se encontraron grietas en la superficie de tracción, fig. 4.53).

Se muestra en la figura 5.12 el resultado de un análisis de Weibull aplicado a las muestras que presentaron plasticidad. El módulo de Weibull obtenido, $m = 7.6 \pm 1.9$, queda cerca del límite inferior de los reportados para grupos de muestras de aceros rápidos ensayados a flexión /105/.

Diversos autores /12,38,56,69,70/ han tratado de calcular la tenacidad a la fractura a partir del tamaño de defecto crítico, suponiendo éstos elípticos o semi-elípticos y utilizando la mecánica elástica lineal. Irwin /63/ estableció que el tamaño crítico, a_c , para un defecto superficial semi-elíptico es

$$a_c = \frac{K_{Ic}^2}{\pi\sigma^2} \left| \frac{\Phi^2 - 0.212 (\sigma/\sigma_y)^2}{1.2} \right| \quad (5.18)$$

para una grieta de longitud a (semieje menor) y anchura $2c$ (eje mayor), donde Φ es la siguiente integral elíptica

$$= \int \left| \sin^2\theta + \left(\frac{a_c}{c} \right)^2 \cos^2\theta \right|^{1/2} d\theta \quad (5.19)$$

En cuanto a los casos en que la grieta es interna,

$$a_c = \frac{K_{Ic}^2}{\pi\sigma^2} \left| \frac{\Phi^2 - 0.176 (\sigma/\sigma_y)^2}{1.2} \right| \quad (5.20)$$

Los valores de Φ varían de 1 para $c = \infty$ a $\pi/2$ para $c = a$.

Se analizaron las superficies de fractura y en los casos en que el defecto crítico era localizable se midió asumiendo una forma elíptica, con $2c > a$. Cuando la grieta era tal que $c < a$, se hicieron los cálculos asumiendo que había crecido hasta $c = a$. Se utilizaron el factor de intensidad de tensiones K_{Ic} obtenido en los ensayos Barker y las tensiones calculadas del ensayo de flexión; en el caso de fracturas frágiles se consideró $\sigma_y = HV/3$.

Los tamaños críticos de grieta medidos resultaron ser entre 40 y 240 μm , resultando en algunos casos poco aceptable la asunción de que fueran elipsoides.

5.3.2.4 Young-modulua

Parametro honen kalkuluak ere dispertsio handia izan zuen, seguru asko hondar-hutsuneengatik, batez ere, modulu txikiena aurkezten duten probetetan.

Dena den, badirudi egonkortasun joera bat dagoela % 30-40 baino hondar-austenita kopuru handiagoentzat, zein 205 bat GPa-ekoa izan zen, 4.39. ir. Altzairu herdoilezinezko elastikotasun-muga 190-200 bat GPa-ekoa dela kontutan izanik, badirudi austenita-edukin handietan deformazioa fase honen zehar hedatzen dela.

En la figura 5.13 se presentan estos resultados en forma de dependencia de $\left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y}\right)^2$ respecto de un parámetro $f(a)$

$$f(a) = a \frac{1.2 \pi}{\Phi^2 - 0.212 \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_y}\right)^2}$$

En dicha figura se ha dibujado también la recta correspondiente a una pendiente 45° .

Se observa que la dispersión obtenida es muy grande. Al observar en el Microscopio Electrónico de Barrido las superficies de fractura correspondientes a los puntos más alejados de la recta de 45° , se encontró que los defectos iniciadores eran del orden de $600 \mu\text{m}$ de tamaño, romos y de formas no asimilable a una elipse, fig. 5.14, de modo que quizá no pudieran aplicarse los supuestos arriba indicados.

5.3.2.4 Módulo de Young

El cálculo de este parámetro presentó asimismo gran dispersión, probablemente debido a la porosidad residual, especialmente en las muestras de menor módulo.

Sin embargo, parece existir una cierta tendencia a estabilizarse para contenidos en austenita retenida mayores que 30-40% en torno a un valor de unos 205 GPa, fig. 4.39. Teniendo en cuenta que el módulo de elasticidad de los aceros inoxidables es de alrededor de 190-200 GPa, parece que para contenidos en austenita altos la deformación se propaga a través de esta fase.

TAULAK

TABLAS

5.I Taula: Karburoetan sartzen den %C eta honen eragina STO-an.
 Tabla 5.I: %C que entra en los carburos y su efecto sobre la TOS.

Material	grafito- gehikuntza/ adic. grafito	ΔC (MC→MX)		$(\Delta TOS)_{calc.}$		$(\Delta TOS)_{exp.}$	ΔC (M ₆ C)		(ΔTOS) includos M ₆ C-ak barne	
Px30S	ez/no	0.05	-0.02	- 5	+ 2	-25	-0.05	0.00	-10	+ 2
			0.12		-15				-0.11	
Px30S	bai/sí	0.21	0.09	-22	- 8	-30	0.14	0.18	- 7	+ 8
			0.33		-41				0.11	
Px30S	ez/no	0.32	0.19	-21	-10	-30	0.04	0.09	-18	- 4
			0.45		-36				0.00	
Px30S	bai/sí	0.27	0.15	-18	- 8	-50	0.03	0.07	-16	- 4
			0.39		-31				-0.02	

5.III Taula: MX karbonitruoen konposaketa kimikoa (% at. elementu metal.)
 Tabla 5.III: Composición química de los carbonitruros MX (% at. elementos metal.)

Altzairua /Acero	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W+Mo	Fe+Co	Cr+V
Px30	4.5	77.5	5.2	7.9	1.8	3.2	8	10	83
Px30S	4.3	69.4	4.1	7.6	5.1	9.4	14	13	74
M3/2 /34/	1.8	84.2	5.0	8.0	0.2	0.8	5	9	86
T42 /27/	3.1	79.4	6.2	7.5	1.0	2.8	6	9	86

5.II Taula: Zenbait altzairu lasterren ezaugarri metalografikoak.

5.II: Características metalográficas de algunos aceros rápidos.

Altzairu	Sinterizazio- Atmosfera.	Ale- tamaina (μm)	MX- frakzio bol (%)	MX- tamaina (μm)	M ₆ C- frakzio bol (%)	M ₆ C- tamaina (μm)	ale-tamaina muga (μm)
T42	hutsea/vacío	16.8	5.4	1.6	6.3	1.39	17
T42	N ₂ -H ₂ -CH ₄	14.3	3.8	0.96	7.7	1.35	14
T42 + 0.2% C	hutsea/vacío	17.6	6.5	1.6	4.4	1.39	18.5
T42 + 0.2% C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	13.4	3.8	0.96	8.3	1.35	13.5
T15	hutsea/vacío	40	6.6	2.8	6.2	1.9	24.6
T15	N ₂ -H ₂ -CH ₄	15.4	7.4	1.4	10.9	1.6	11.1
T15 + 0.2% C	hutsea/vacío	38	8.5	3.1	6.0	2.0	24.3
T15 + 0.2% C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	12.9	8.5	1.4	13.2	1.8	10.1
Px30S	hutsea/vacío	21	2.3	3.4	7.9	1.65	26.7
Px30S	N ₂ -H ₂ -CH ₄	11.2	2.6	1.05	6	1.7	22.7
Px30S+0.2%C	hutsea/vacío	19.5	5.4	1.7	6	1.66	19.6
Px30S+0.2%C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	10.5	4.8	0.83	11	1.48	10.8
Px30	hutsea/vacío	21	7.1	3.1	8.5	1.338	18.5
Px30	N ₂ -H ₂ -CH ₄	11.2	5.0	1.1	10	1.33	11.2
Px30 + 0.2%C	hutsea/vacío	19.5	6.7	3.6	6.7	1.47	25.2
Px30 + 0.2%C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	10.5	5.3	0.84	10.3	1.12	8.8
M3/2 + 1% Co	hutsea/vacío	37	-	-	11	2.3	27.8
M3/2 + 1% Co	N ₂ -H ₂ -CH ₄	17.3	5.0	1.1	8.1	1.6	14.3
M3/2 + 2% Co	N ₂ -H ₂ -CH ₄	19.4	4.5	1.0	5.2	1.8	19.6
M35 + 0.2% C	hutsea/vacío	18	-	-	10	1.3	17.3
M35 + 1% Co	hutsea/vacío	45	-	-	7.2	1.9	35.2
M35	N ₂ -H ₂ -CH ₄	18	4.7	0.9	10	1.5	11.9
M35 + 0.2% C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	16	6.3	0.8	11	1.5	9.6
M35 + 1% Co	N ₂ -H ₂ -CH ₄	17.3	3.1	1.0	8.5	1.4	14.9
Acero	atm. de sint.	tamaño de grano (μm)	fracción vol. MX (%)	tamaño de los MX (μm)	fracción vol. M ₆ C	tamaño M ₆ C (μm)	tamaño de grano límite (μm)

5.IV Taula: MC karburoen konposaketa kimikoa (% at. elementu metal.)
 Tabla 5.IV: Composición química de los carburos MC (% at. elementos metal.)

Altzairua /Acero	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W+Mo	Fe+Co	Cr+V
Px30	11.4	70.1	3.4	3.9	0.1	11.0	22	4	74
Px30S	14.9	62.4	4.8	5.5	0.4	12.1	27	6	67
52 /84/	13.8	70.3	5.1	4.2	0.4	6.3	20	5	75
53 /84/	16.3	63.4	6.2	5.3	0.7	8.1	24	6	70
54 /84/	17.3	61.7	7.4	4.3	0.5	8.8	26	5	69
55 /84/	10.0	71.5	7.3	4.4	0.3	6.4	16	5	79
56 /84/	15.1	65.9	7.6	3.1	0.3	8.0	23	3	74
M3/2 /34/	13.8	69.1	3.6	4.9	0.0	8.5	22	5	73
49 /84/	14.4	69.1	6.1	3.7	0.0	6.8	21	4	75
50 /84/	16.0	63.7	6.9	5.6	0.0	7.8	24	6	71
T42 /27/	11.0	66.8	4.1	3.9	0.1	14.0	25	4	71

5.V Taula: M₆C karburoen konposaketa kimikoa (% at. elementu metal.)
 Tabla 5.V: Composición química de los carburos M₆C (% at. elementos metal.)

Altzairua /Acero	Sinterizazio- Atmosfera / Atmósfera de Sinterización	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W+Mo	Fe+Co	Cr+V
Px30	hutsea/vacío	17.1	8.2	4.9	43.6	6.4	19.8	37	50	13
Px30S		19.2	6.4	5.3	45.9	5.7	17.4	37	52	12
52 /84/		22.4	7.8	6.3	44.9	5.1	13.4	36	50	14
53 /84/		22.8	6.2	6.4	44.2	5.5	14.9	38	50	13
54 /84/		22.8	5.3	5.3	44.9	5.9	15.8	39	51	11
55 /84/		21.6	8.6	7.4	41.6	7.7	13.2	35	49	16
56 /84/		25.7	6.2	5.8	42.0	6.7	13.5	39	49	12
M3/2 /34/		20.6	9.3	4.3	48.3	0.7	16.8	37	49	14
49 /84/		22.4	7.5	5.8	50.1	0.0	14.1	37	50	13
50 /84/		22.5	6.7	5.9	50.5	0.0	14.3	37	50	13
51 /84/		22.4	5.5	5.6	51.7	0.0	14.8	37	52	11
T42 /27/		15.0	6.7	5.5	43.6	6.5	22.6	38	50	12
Px30		atmosfera industrial	17.8	3.1	4.4	45.2	5.9	23.7	42	51
Px30S	20.0		3.3	4.6	47.4	5.7	19.0	39	53	8
M3/2 /34/	22.7		3.0	4.0	51.0	0.6	18.7	41	52	7
T42 /27/	15.9		3.1	4.2	44.7	7.0	25.1	41	52	7

5.VI Taula: Erabilitako bibliografiako altzairuen konposaketa kimikoa (% pis.)
 Tabla 5.VI: Composición química de los aceros utilizados de la bibliografía (% peso)

Altzairua / Acero	C	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	Si	Mn	S
52 /84/	0.96	6.0	2.9	4.0	78.28	7.8	6.4	0.5	0.04	-
53 /84/	1.25	6.0	2.9	4.1	77.78	7.9	6.4	0.53	0.08	-
54 /84/	1.44	6.0	2.9	4.1	77.62	7.9	6.4	0.58	0.04	-
55 /84/	1.21	5.9	3.1	4.1	77.25	8.4	6.4	2.11	0.05	-
56 /84/	1.54	5.9	2.9	4.1	77.52	8.0	6.4	2.3	0.03	-
M3/2 /34/	1.03	6.8	2.94	4.02	78.03	0.37	6.0	0.25	0.18	0.02
49 /84/	0.98	6.1	3.0	4.1	85.71	0.02	6.4	0.42	0.07	-
50 /84/	1.23	6.2	3.0	4.1	85.38	0.02	6.4	0.46	0.08	-
51 /84/	1.46	6.2	3.0	4.1	85.19	0.02	6.4	0.49	0.10	-
M3/2 /85/	1.11	5.80	2.91	4.02	86.21	0.00	6.05	0.26	0.12	-
M42 /85/	1.16	9.42	1.29	3.92	76.13	8.18	1.30	0.41	0.29	-
M2 /85/	0.91	5.07	1.86	4.06	87.61	0.44	6.28	0.27	0.20	-
T42 /27/	1.43	3.22	2.94	4.18	69.17	9.44	8.89	0.28	0.21	0.01

5.VII Taula: I motako eutektikoen eta $M_{23}C_6$ karburoen konposaketa kimikoa
 (% at. elem. metal.).

Tabla 5.VII: Composición química de los carburos $M_{23}C_6$ y de los eutécticos tipo I.

Altzairua / Acero	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W+Mo	Fe+Co
Px30	17	14	24	36	4	5	22	40
Px30 + N	18	12	16	42	5	7	25	47
Px30S	17	15	20	35	6	7	24	41
Px30S + N	20	10	16	44	4	7	26	48
M3/2 /85/	24	28	27	17	-	4	28	17
M3/2 + N /85/	28	11	27	28	-	7	35	28
M2 /85/	23	19	20	33	-	5	28	33
M2 + N /85/	22	9	27	36	-	6	28	36
M2 $M_{23}C_6$ /92/	4	8	50	37	-	2	6	37
M2 EMC + M_6C /91/	30	26	13	13	-	18	48	13
M42 /85/	34	16	19	28	1	2	36	29
M42 + N /85/	26	6	17	46	4	2	28	50

5.VIII Taula: Karbono baliokideak.
 Tabla 5.VIII: Carbonos equivalentes.

Material		ΔECE (%)	$\Delta SECE$ (%)	R	
GAS	----	Px30	0.68	0.50	1.51
		T15	0.77	0.69	1.35
		T42	0.70	0.53	1.46
	+ 0.2% C	Px30	0.95	0.77	1.31
		T15	0.92	0.84	1.26
		T42	0.79	0.62	1.40
HUTSEA/ VACÍO	----	Px30	0.09	-0.083	2.19
		T15	0.11	0.026	1.92
		T42	0.31	0.15	1.88
	+ 0.2% C	Px30	0.29	0.11	1.89
		T15	0.29	0.21	1.71
		T42	0.49	0.33	1.66

5.IX Taula: Barker saiakuntzei dagozkien zona plastikoaren tamainak.
 Tabla 5.IX: Tamaños de zona plástica correspondientes a los ensayos Barker.

Material	Sinterizazio- Atmosfera Atmósfera de Sinterización	Tratamendu Termikoa/ Tratamiento Térmico	K_{Ic} (MPa \sqrt{m})	HV ₁₀	r_p (μm)	
T42	hutsea/vacío	1200/480	15.7	832	1.7	
			15	867	1.4	
			15.2	810	1.7	
		1200/515	12.5	862	1.0	
			13.3	868	1.1	
			11.9	890	0.9	
Px30S	hutsea/vacío	1200/550	12.1	900	0.9	
			1200/535	14.1	794	1.5
				15.8	832	1.7
		14.5		808	1.5	
		1200/570	13.7	850	1.2	
			16	784	2	
	17.3		794	2.3		
	gas	1200/550	18.7	791	2.7	
			18	730	2.9	
			18.2	725	3.0	
		1200/585	21.6	720	4.3	
			16.8	783	2.2	
19.2			702	3.6		
1200/620	18.6	790	2.6			
	16.1	784	2.0			
	17.7	778	2.5			

Tabla 5.IX bis Taula.

Material	Sinterizazio- Atmosfera Atmósfera de Sinterización	Tratamendu Termikoa/ Tratamiento Térmico	K_{Ic} ($MPa\sqrt{m}$)	HV ₁₀	r_p (μm)
Px30	hutsea/vacío	1250/485	12 17.0	849 859	0.95 1.9
		1250/500	11.2 15.8	903 872	0.7 1.6
		1250/535	17.2 13.7	809 901	2.2 1.1
		1250/550	16.6 18.4	888 864	1.7 2.2
	gas	1200/500	23.5 22.4	747 754	4.7 4.2
		1200/535	16.2 13.9	956 942	1.4 1.0
		1200/550	13 11.8	956 958	0.9 0.7
		1200/575	9.8 10.5	961 979	0.5 0.5
		1200/600	10.8 12.5	921 906	0.7 0.9
			15.3	891	1.4

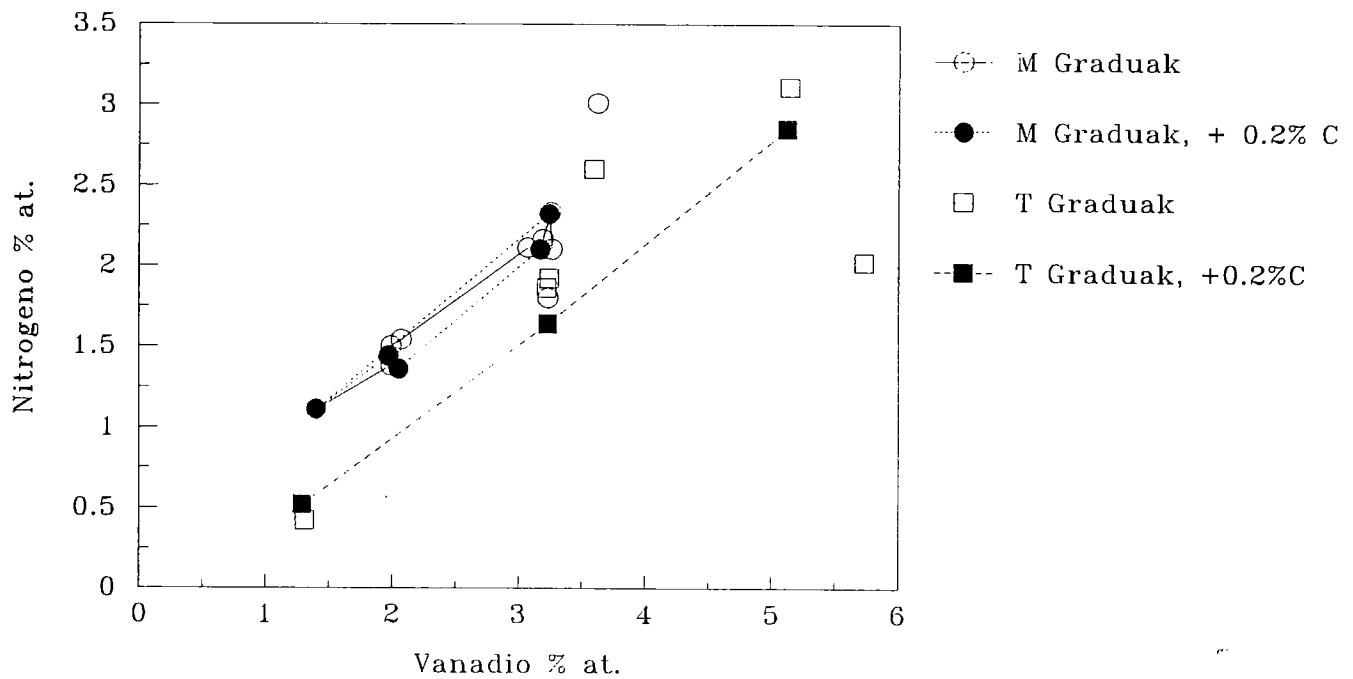
5.X Taula: Lau puntutako makurdura-saiakuntzak.
 Tabla 5.X: Ensayos de flexión en cuatro puntos.

Material	Sint.-Atm./ Atm. de Sint.	Tratamendu Termikoa/ Tratamiento Térmico	σ_f (GPa)	σ_f^* (GPa)	ε_p (%)
Px30S	gas	1200/550	0.889	1.067	0.51
		1200/550	1.047	1.240	0.61
		1200/550	0.946	1.146	0.54
		1200/585	1.163	1.245	0.56
		1200/620	1.331	1.539	0.79
T42	hutsea/vacío	1200/480	1.195	1.208	0.54
	gas	1190/550	1.304	1.470	1.02
			1190/550	0.958	1.064
Px30	gas+HIP	1200/500	1.274	1.336	0.68
		1200/500	1.186	1.243	0.62

IRUDIAK

FIGURAS

Sinter. Optima

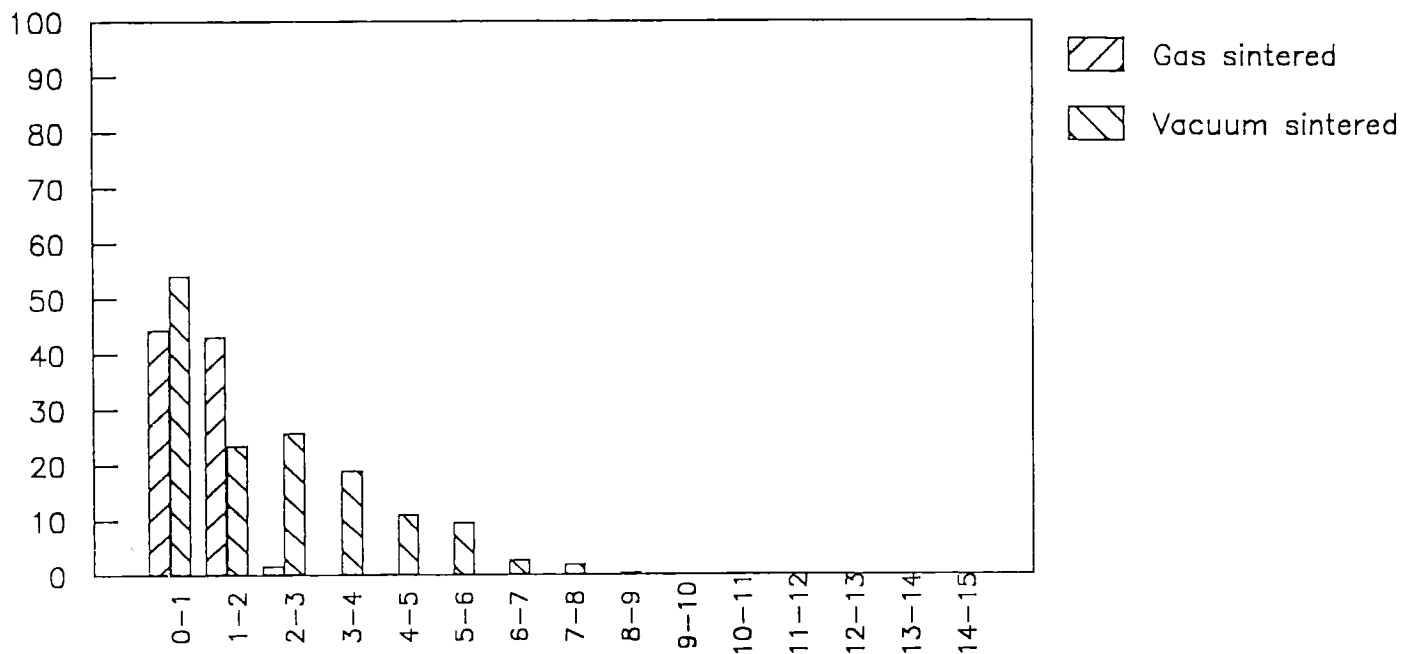


5.1 Ir.: Nitrogeno- eta Vanadio-kopuruen arteko erlazioa (% at.) STO-an sinterizatutako altzairuetan.

Fig. 5.1: Relación entre la concentración de nitrógeno y la de vanadio (% at.) en los aceros sinterizados a la TOS.

MX carbonitrides

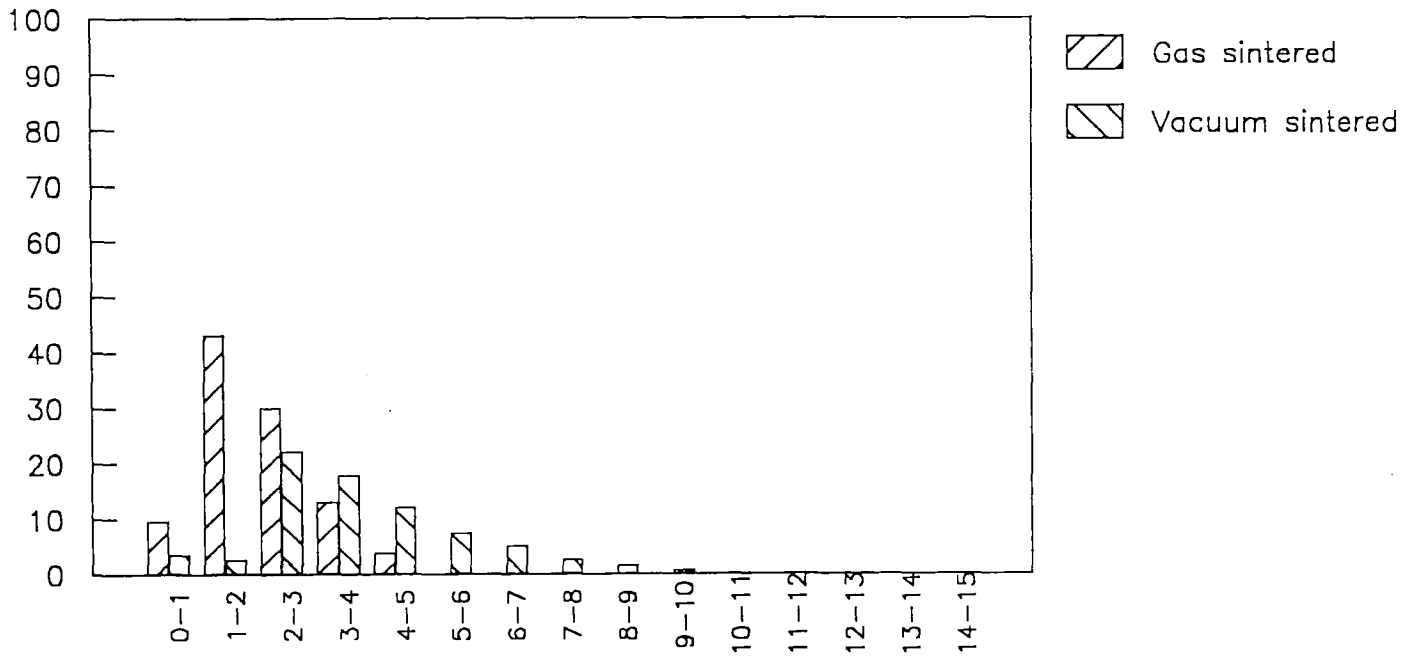
Frecuency (%)



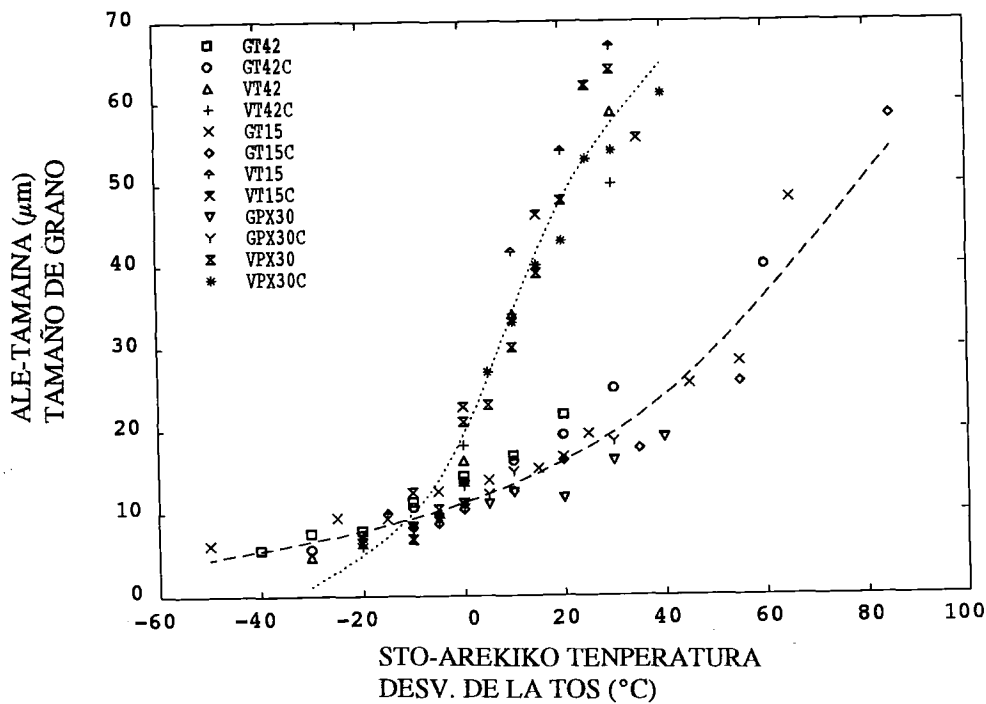
5.2 Ir.: MX eta MC partikulen tamainak. Px30 STO-an.
Fig. 5.2: Tamaño de partículas MX y MC. Px30 a la TOS.

MX carbonitrides

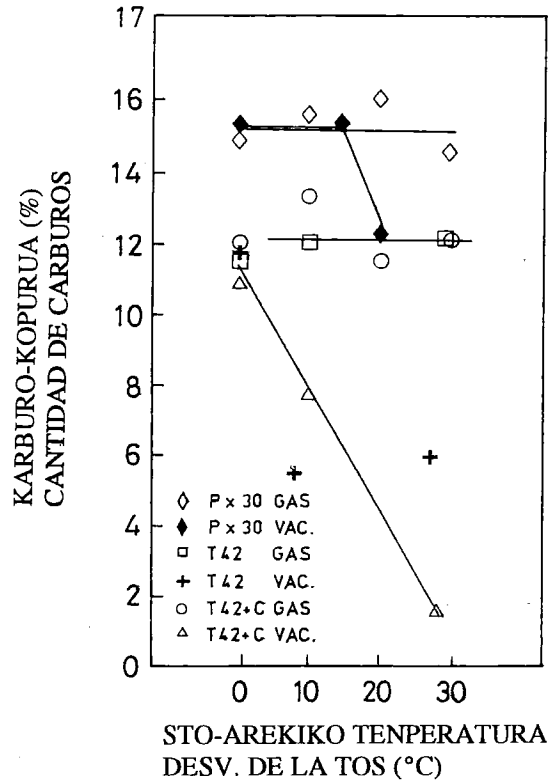
Frequency (%)



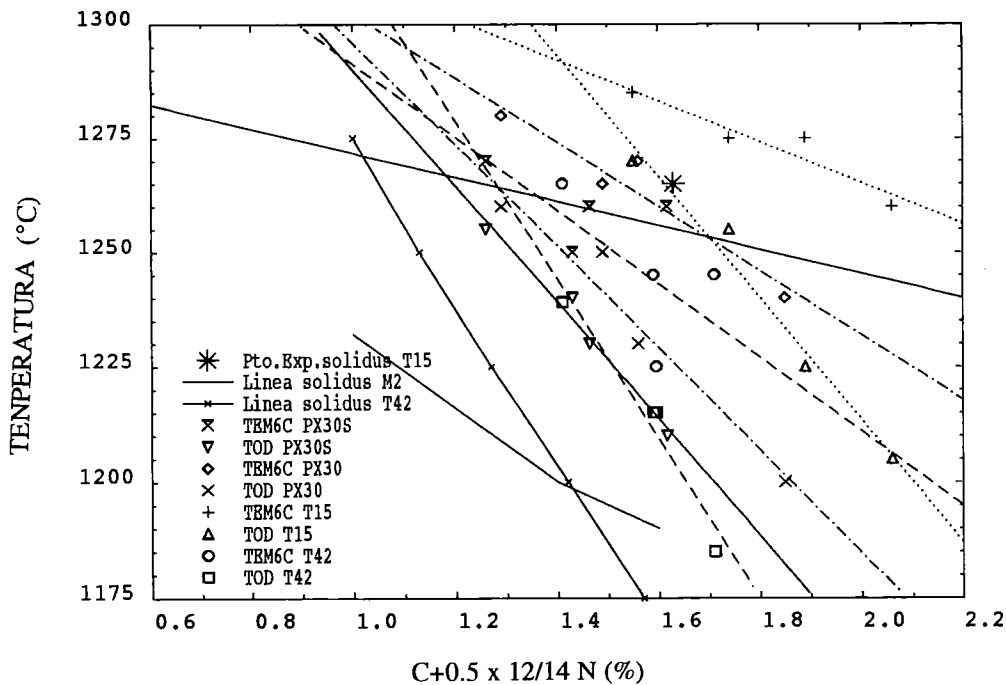
5.3 Ir.: MX eta MC partikulen tamainak. Px30S STO-an.
Fig. 5.3: Tamaño de partículas MX y MC. Px30S a la TOS.



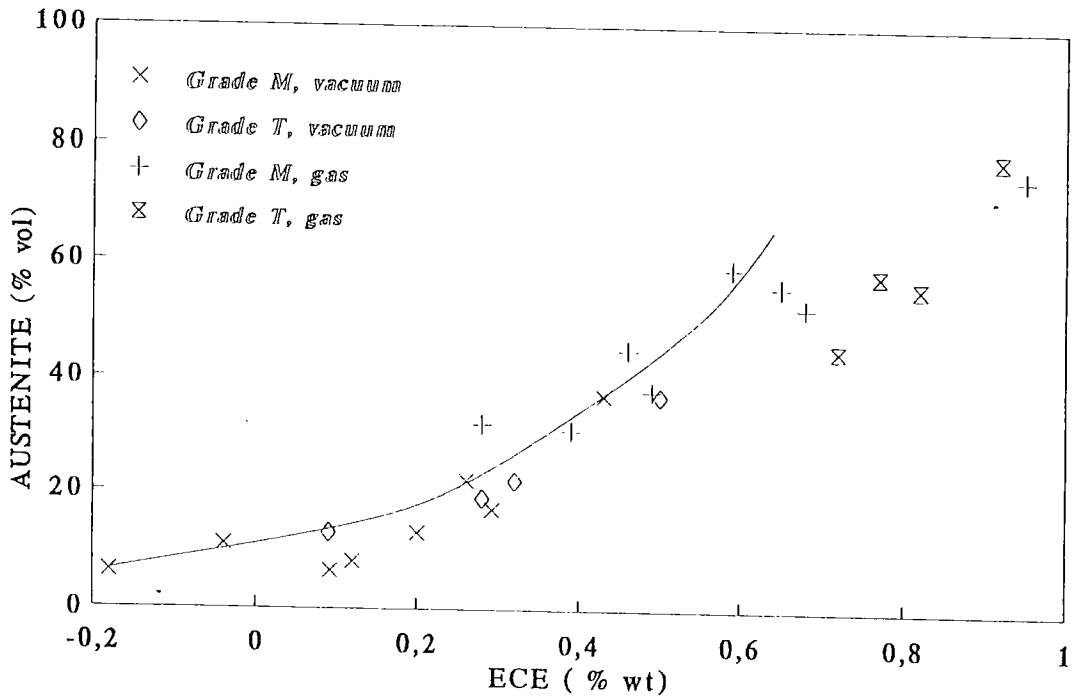
5.4 Ir.: Ale-tamainaren sinterizazio-temperaturarekiko menpeketasuna.
Fig. 5.4: Influencia de la temperatura de sinterización sobre el tamaño de grano.



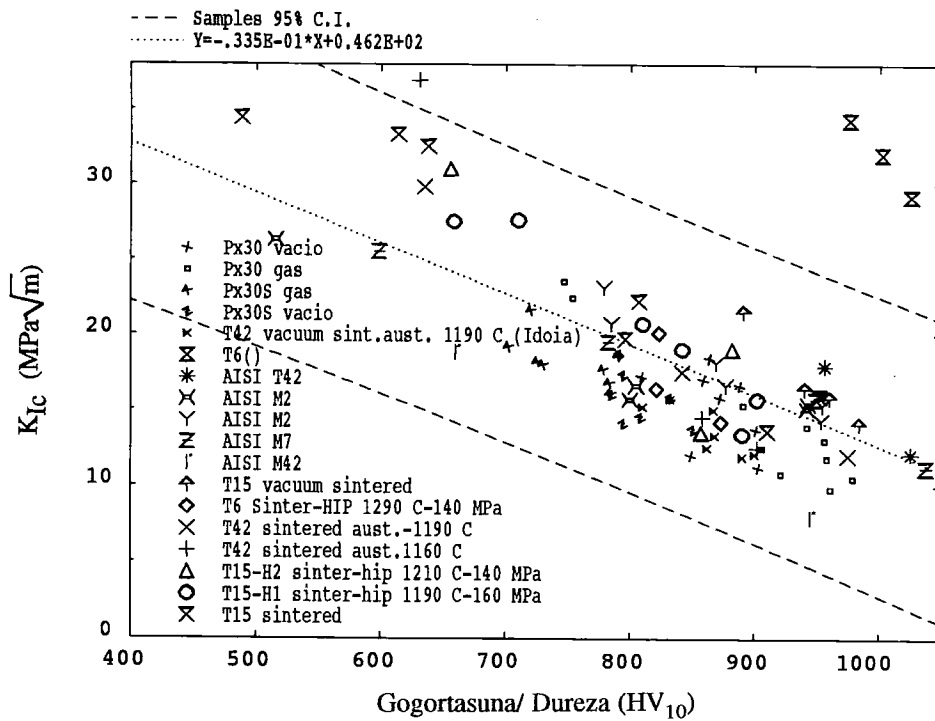
5.5. Ir.: Karburo-kopuruaren sinterizazio-temperaturarekiko menpekotasuna.
 Fig. 5.5: Influencia de la temperatura de sinterizado en la cantidad de carburos.



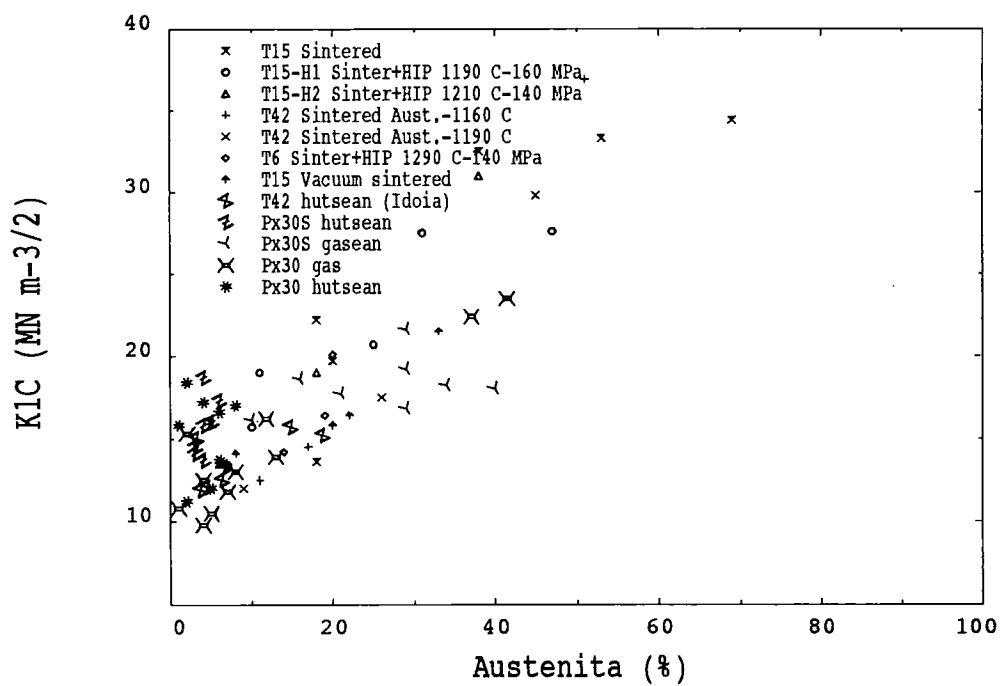
5.6 Ir.: Sinterizazio-temperatura optimo eta M_6C eutektikoen sorrera-temperaturak.
 Fig. 5.6: Temperaturas óptimas de sinterización y de aparición de eutécticos M_6C .



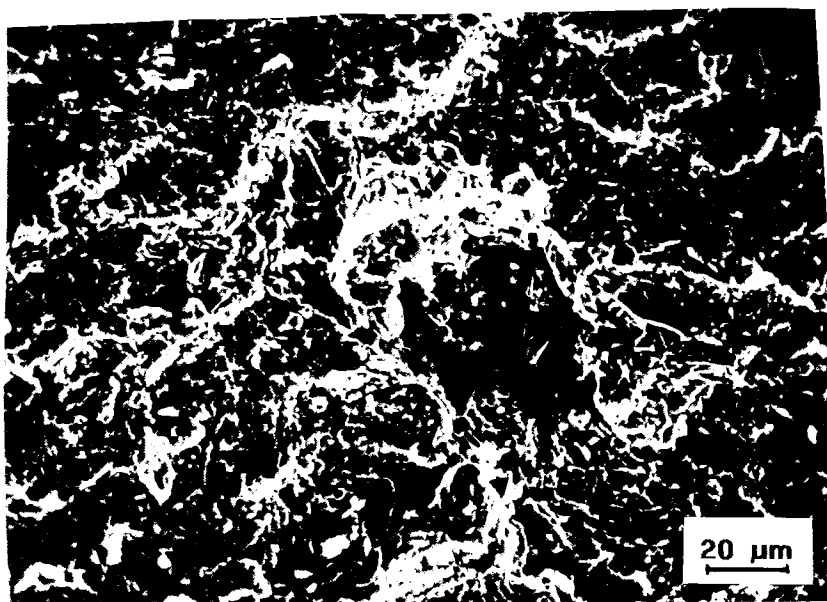
5.7 Ir.: Austenita-kopuruaren Karbono baliokidearekiko menpekotasuna /103/.
 Fig. 5.7: Influencia del carbono equivalente en la cantidad de austenita retenida /103/.



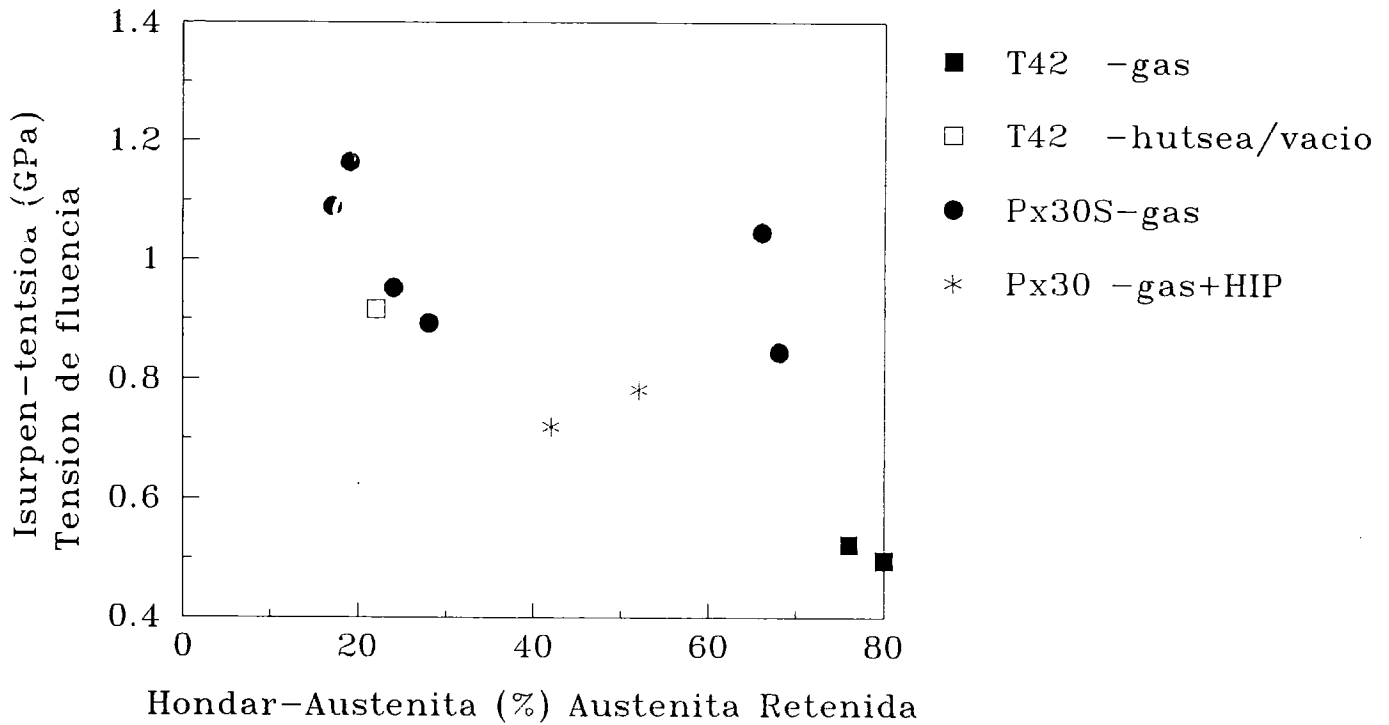
5.8 Ir.: Zailtasunaren gogortasunarekiko menpekotasuna.
 Fig. 5.8: Influencia de la dureza en la tenacidad.



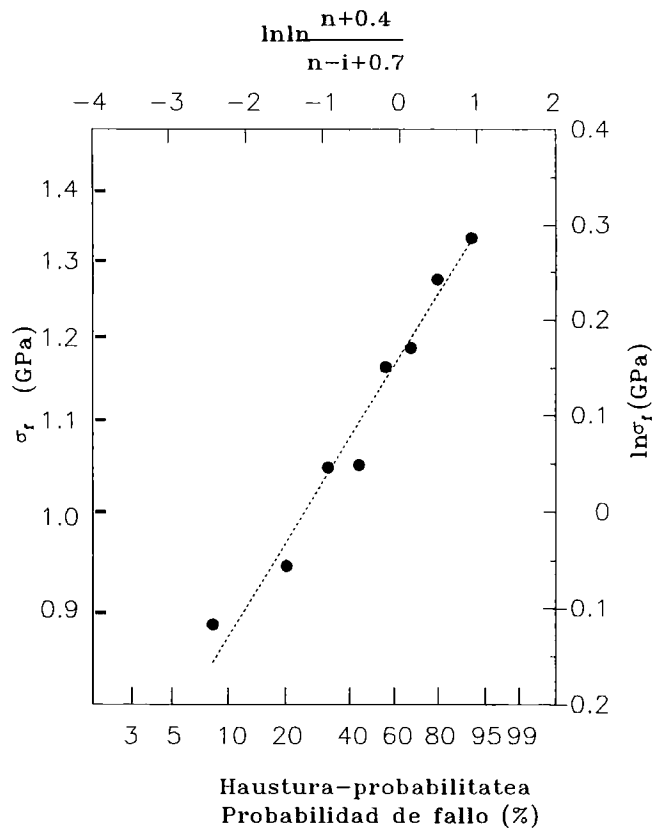
5.9 Ir.: Zailtasunaren austenita-kopuruarekiko menpekotasuna.
 Fig. 5.9: Influencia de la cantidad de austenita retenida en la tenacidad.



5.10 Ir.: Barker probeta baten haustura-gainazala.
 Fig. 5.10: Superficie de fractura de una probeta Barker.



5.11. Ir.: Isurpen-tentsioaren austenita-kopuruarekiko menpekotasuna.
 Fig. 5.11: Influencia de la cantidad de austenita retenida en la tensión de fluencia.



5.12. Ir.: Weibull-analisisa plastizidatea jasan zuten laginei aplikatua.
 Fig. 5.12: Análisis de Weibull aplicado a las muestras que mostraron plasticidad.

6. ATALA: ONDORIOAK.

CAPÍTULO 6: CONCLUSIONES.

6. ONDORIOAK

1. % 90 N₂-% 9 H₂-% 1 CH₄, nahasi industrialeko sinterizazioak Sinterizazio-Temperatura Optimoaren jeitsiera bat eragiten du hutseko sinterizazioarenarekiko M graduko altzairuetan.
2. Gaseko sinterizazioan altzairuaren Nitrogeno-zurgapenak MC Banadiozko karburoak MX karbonitruro bihurtzen ditu, zeintzuk xehegoak eta egonkorragoak diren.
3. MC karburoak karbonitruro bihurtzean askatzen den Karbonoak altzairuaren solidus-tenperaturaren jeitsiera eragiten du, eta ondorioz, honelako supersolidus-sinterizazio prozesu batetan, Sinterizazio-Temperatura Optimoaren jeitsiera.
4. Karbonitruro hauen presentziak ez dio austenitaren ale-tamainari hazten uzten gasean gain-sinterizatzean. Hutsean gain-sinterizatzean, ordea, ale-tamainaren hazkuntza handia gertatzen da.
5. Nitrogeno-edukin handiko gas-nahasiko sinterizazioak propietate mekanikoak txartzen dituzten eutektikorik gabeko dentsifikazio totala lortzeko temperatura-tartea zabaldu egiten du hutseko sinterizazioarekiko.
6. Gasean sinterizaturiko laginek, Nitrogenoak austenita egonkortzen duenez, hutsean sinterizatutakoek baino iraoketa-tenperatura altuagoetan agertzen dute gogortasun sekundario gorena, hau handiagoa delarik.
7. Orain arte agertu diren gas-nahasiko sinterizazioaren abantailek teknologia honen etorkizun interesgarria aurreratu dute altzairu lasterren industrian.
8. Propietate mekanikoak (zailtasuna, isurpen-tentsioa, Young-modulua) hondar-austenita kopuruaren menpekoak dira, nahiz eta hondar-austenita edukin handientzat saturazioa agertzen duten.
9. Hondar-hutsunea hausturarekiko erresistentzian eragina duen parametro nagusia da; hutsunerik ez dagoenean, oso garrantzitsua gertatu da mekanizazio- edo beste motako akats eza.
10. Hausturarako probetetan deformazio plastikoak hondar-austenitaren transformazioa eragiten du.

6. CONCLUSIONES

1. La sinterización en mezcla gaseosa industrial, $90\%N_2-9\%H_2-1\%CH_4$, produce en los aceros grado M un descenso de la Temperatura Óptima de Sinterización con respecto a la de vacío.
2. Durante la sinterización en mezcla gaseosa la incorporación del nitrógeno al acero produce la transformación de los carburos MC de vanadio en carbonitruros MX, más finos y estables.
3. El carbono que se libera al transformar los carburos MC en carbonitruros produce un descenso en la temperatura de solidus del acero y consiguientemente en la Temperatura Óptima de Sinterización, en un proceso como éste de Sinterización Supersolidus.
4. La presencia de estos carbonitruros hace que el tamaño de grano de austenita apenas aumente con la sobresinterización en gas. En cambio, existe un importante aumento del tamaño de grano para sobresinterizaciones en vacío.
5. La sinterización en mezcla gaseosa rica en nitrógeno frente a la de vacío amplía notablemente el rango de temperaturas en las que la sinterización lleva a una densificación total sin la presencia de eutécticos que afectan muy negativamente a las propiedades mecánicas.
6. Las muestras sinterizadas en gas, debido a que el nitrógeno actúa como estabilizador de la austenita, presentan el pico de dureza secundaria a una temperatura de revenido más alta que las de vacío, siendo además la dureza máxima alcanzada más alta.
7. Todas las anteriores ventajas de la sinterización en mezcla gaseosa hacen esta tecnología muy prometedora en la industria de los aceros rápidos.
8. Las propiedades mecánicas (tenacidad, tensión de fluencia, módulo de Young) son función de la cantidad de austenita retenida, aunque parecen presentar una saturación para valores altos de austenita retenida.
9. La porosidad residual es el principal parámetro a influir sobre la resistencia a la fractura en flexión; en ausencia de porosidad, resulta importante la ausencia de fallos de mecanizado o de otro tipo.
10. En las probetas de fractura la deformación plástica produce una transformación de la austenita retenida.

7. ATALA: IRADOKIZUNAK.

CAPÍTULO 7: SUGERENCIAS.

7. IRADOKIZUNAK

1. Ikertu zein Banadio-edukinerarte segitzen duen igotzen altzairuaren Nitrogenozurgapenak eta, ondorioz, deskribatutako abantailek handitzen.
2. Nitrogeno-presio handiagoko atmosferan sinterizatu MC karburoen Karbonoa ordezkatzeko duen Nitrogeno-kopurua zein den jakin asmoz.
3. Karburoen frakzio bolumentrikoa zehaztasun handiagoz neurtu, MC→MX erreakzioan askatutako Karbonoaren eremua zorrotzago egiaztatzeko.
4. Nitrogeno-edukin handiko atmosferatan sinterizatutako altzairu hauen iraoketa-prozesua zehaztasun handiagoz analizatu, TEM-teknikak ere erabiliz.
5. Saiakuntza mekanikoetarako laginen sinterizazio-prozesua hobetu, gainazaleko hondar-hutsuneak gutxiagotu asmoz.
6. Arakatutako hondar-austenita kopuruen bitartea zabaldu, batez ere hutsean sinterizatutako laginena; honela egiaztatuko litzateke ezaugarri honek propietate mekanikoetan duen garrantzia.
7. Ikertu makurdura-probeten gainazalen mekanizazio zorrotzaren eragina zeharkako hausturarekiko erresistentzian.

7. SUGERENCIAS

1. Explorar hasta qué contenidos de vanadio iría aumentando la absorción de nitrógeno por el acero y, por tanto, se incrementarían las ventajas descritas.
2. Sinterizar en una atmósfera con una presión incrementada de nitrógeno para estudiar la cantidad de nitrógeno que sustituye al carbono en los carburos MC.
3. Efectuar una medida más precisa de la fracción volumétrica de los carburos con objeto de comprobar con mayor finura el modelo de carbono liberado en la reacción $MC \rightarrow MX$.
4. Analizar con mucho más detalle, utilizando incluso técnicas de TEM, el proceso de revenido en estos aceros sinterizados en la atmósfera rica en nitrógeno.
5. Mejorar el proceso de sinterizado en probetas de ensayos mecánicos con objeto de mantener al mínimo la porosidad superficial.
6. Ampliar el rango de cantidades de austenita retenida barridas, especialmente en las muestras sinterizadas en vacío, con objeto de comprobar el efecto de dicha característica sobre las distintas propiedades mecánicas.
7. Estudiar el efecto del mecanizado cuidadoso de las caras de las probetas de flexión en la resistencia a la fractura transversal.

BIBLIOGRAFIA.

BIBLIOGRAFÍA

- (1) P. Payson; "The Metallurgy of Tool Steels", Wiley, New York, 1931.
- (2) G.A. Roberts, J.C. Hamaker Jr. and A.R. Johnson; Tool Steels, Third Edition, ASM, Metals Park, 1962.
- (3) T. Murakami and A. Hatta; Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ., Honda Anniversary Vol., 1936: p.882.
- (4) K. Kuo; J. Iron Steel Inst., 181, 1955: p.128.
- (5) G. Hoyle and E. Ineson; J. Iron Steel Inst., 193, 1959: p.254.
- (6) F. Kayser and M. Cohen; Met. Prog. , 61, 1952: p.79.
- (7) C.S. Wright and R.S. Irani; J. Mater. Sci., 19, 1984: p.3389.
- (8) T. Mukherjee; in AISI monografic study N°126. "Materials for metal cutting", 80; Londres, Iron and Steel Institute, 1970.
- (9) C.L. Korbin; Iron Age, Dic. 1967: p.71.
- (10) W.J.C. Price, M.M. Rebbeck, A.S. Wronski and S.A. Amen; Powder Metall., 28 (1), 1985: pp.1-6.
- (11) F.L. Jagger, W.J.C. Price, P.I. Walker and P. Smith; Powder Metall., 20 (3), 1977: pp.151-157.
- (12) A.S. Wronski, L.B. Hussein-Al-Yassari and F.L. Jagger; Powder Metall., 22 (3), 1979: pp. 109-118.
- (13) P.M. Maulik and W.J.C. Price; Powder Metall., 30 (4), 1987: pp.240-248.
- (14) K.M. Kulkarni, A. Ashurst and M. Svilar; Mod. Develop. in Powder Metall., 13, Princeton, N.J., MPIF, 1979: pp.93-120.
- (15) A. Kasak and E.J. Dulis; Powder Metall., 2, 1978: p.114.
- (16) P. Hellman; Met. Powder Rep., 32, 1977: p.79.
- (17) F.L. Jagger, P.I. Walker and W.J.C. Price; Proc. Czechoslovak Powder Metall. Conf., 2, 1978: p.257.
- (18) S. Mocarski and D.W. Hall; Int. J. of Powder Metall., 23 (2), 1987: p.109.

- (19) M.T. Podob, L.K. Woods, P. Beiss and W. Huppmann; " Modern Develop. Powder Metall., Vol.13, Princeton, N.J., MPIF, 1979: p.71.
- (20) R.J. Dain, H. Ford and P.R. Brewin; Deutsche Offenlegungsschrift, 2813018, 1979.
- (21) F.L. Jagger and W.J.C. Price; U.K. Patent Specification, 1466249, 1979.
- (22) N. Kawai and H. Takigawa; Met. Powder Rep., 37, 1982: p.237.
- (23) F.L. Jagger and W.J.C. Price; Powder Metall.,14 (1), 1971: pp.407-428.
- (24) R.G. Shephard, H.D.L. Harrison and I.E. Russell; Powder Metall., 16 (32), 1973: pp.200-219.
- (25) F.G. Wilson and P.W. Jackson; Powder Metall., 16, 1973: p.257.
- (26) I. Kvasnicka; Powder Metall., 26, 1983: p.145.
- (27) R.H. Palma; Doctoral Th., E.S.I.I., U. de Navarra, Donostia-San Sebastián, 1990.
- (28) V.P. Martínez; Doctoral Th., E.S.I.I., U. de Navarra, Donostia-San Sebastián, 1990.
- (29) V.P. Martínez, R.H. Palma and J.J. Urcola; Proc. VIII Cong. Int. de Minería y Metall., vol. 5, pp. 122-36, Oct. 1988, Oviedo.
- (30) V.P. Martínez; Master Th., E.S.I.I., U. de Navarra, Donostia-San Sebastián, 1987.
- (31) R.H. Palma; Master Th., E.S.I.I., U. de Navarra, Donostia-San Sebastián, 1988.
- (32) V.P. Martínez, R.H. Palma and J.J. Urcola; Proc. Intern. Confer. on Hot Isostatic Pressing of Materials, Abril, 1988, Amberes, Bélgica.
- (33) V.P. Martínez, R.H. Palma and J.J. Urcola; Rev. Met. CENIM, 25 (2), 1989: p.79.
- (34) I. San Martín; unpublished work, E.S.I.I., U. de Navarra, Donostia-San Sebastián, 1991.
- (35) R.H. Palma, V.P. Martínez and J.J. Urcola; Rev. Met. CENIM, 25 (5), 1989: p. 315.
- (36) R.H. Palma, V.P. Martínez and J.J. Urcola; Powder Metall., 32 (4), 1989: p. 291.
- (37) S. Jauregi, F. Fernández, R.H. Palma, V.P. Martínez and J.J. Urcola; Metall. Trans. 23A, 1992: pp. 389-400.
- (38) V.P. Martínez, R.H. Palma, J.J. Urcola; J. Mat. Sci., 25, 1990: pp. 3359-67.

- (39) V.P. Martínez, R.H. Palma, J.J. Urcola; Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, España, Marzo, 1990.
- (40) V.P. Martínez, R.H. Palma and J.J. Urcola; Proc. II Congreso Mundial Vasco, Diciembre, 1987, Bilbao.
- (41) V.P. Martínez, R.H. Palma and J.J. Urcola; J.Met.Powder Rep., 44, (11), 1989: p.751.
- (42) R.H. Palma, V.P. Martínez and J.J. Urcola; Proc. VIII Cong. Int. de Minería y Metall., vol. 5, Oct. 1988, Oviedo: pp. 137-49.
- (43) C.S. Wright, M. Lewicka, W.J.C. Price and L. Fontaine; Powder Met., 32 (2), 1989: pp. 109-13.
- (44) G. Hoyle; "High Speed Steels", Butterworths and Co. Ltd., Cambridge, 1988.
- (45) G.A. Roberts and R.A. Cary; "Tools Steels", ASTM, 4 ed., 1980.
- (46) R. Wilson; "Metallurgy and Heat Treatment of Tool Steels", McGraw Hill, N.Y., 1975.
- (47) E.J. Dulis and T.A. Neumeyer; "Materials for Metal Cutting", N° 126, Londres, Iron and Steel Inst., 1970.
- (48) A. Basu, B.K. Ghosh, S. Jana and S.C. Dasgupta; Met. Technol., (NY), Abril, 1980: p. 151.
- (49) W.J.C. Price, M.M. Rebbeck and A.S. Wronski; Powder Metall., 28 (2), 1985: p.79.
- (50) Course on "Aceros Rápidos. Tendencias actuales.", C.E.I.T., Donostia-San Sebastián, 1989.
- (51) G. Hoyle; Metallurgical Reviews, 9 (33), 1964: p.49.
- (52) S. Jauregi; Proyecto fin de carrera, E.S.I.I., U. de Navarra, Donostia-San Sebastián, 1989.
- (53) T.A. Neumeyer and A. Kasak; Metall. Trans. 3A, August 1972: p.2281.
- (54) P. Beiss and M.T. Podob; Powder Metallurgy, 25 (2), 1982: p.69.
- (55) T. Malkiewicz, Z. Bojarski and J. Foryst; J. Iron Steel Inst., 193, 1959: p.25.
- (56) C.S. Wrigth, A.S. Wronski and M.M. Rebbeck; Metals Tech., 11, May 1984: p.181.

- (57) G. Berry and M.J. Kadhim Al-Tornachi; *Metals Tech.*, Jun. 1977: p.289.
- (58) A.M. ElRakayby and B. Mills; *Mat. Sci. and Tech.*, 2, Feb. 1986: p.175.
- (59) A. Griffith; *Phil. Trans. Roy. Soc.*, A221, 1920: p.163.
- (60) ASTM E399-74; "Standard Method of Test for Plain-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials".
- (61) J.F. Knott; "Fundamentals of Fractura Mechanics", London, Butterworths, 1973: pp.94-149.
- (62) L.M. Barker; *Eng. Fract. Mech.*, 9, 1977: p.361.
- (63) G.R. Irwin and J.E. Kies; *Welding Journal*, 33, 1954: p.193.
- (64) A.R. Johnson; *Metall. Trans.*, 8A, 1977: p.891.
- (65) L.R. Olsson and H.F. Fichmeister; *Powder Metall.*, 1, 1978: p. 13.
- (66) K. Ericksson; *Scand J. Metall.*, 4, 1975: p. 182.
- (67) P.W. Shelton and A.S. Wronski; *J. Mater. Sci.*, 17, 1983: p. 533.
- (68) C. Kim, A.R. Johnson and W.F. Hosford; "Processing and properties of High Speed Tool Steels"; Ed. M.G.H. Wells and L.W. Lherbier, The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, Pa. 15086, 1980: p. 32.
- (69) H. Johansson; *Metall. Trans.*, 9A, 1978: p. 95.
- (70) H. Johansson and R. Sandroström; *Mat. Sci and Eng.*, 34, 1978: p. 165.
- (71) A.S. Wronski, M.M. Rebbeck and S.A. Amen; *J. Mater. Sci.*, 23, 1988: p. 2213.
- (72) J.A. Rescalvo and B.L. Averbach; *Metall. Trans.* 10A, 1979: p. 1265.
- (73) J.Aranzabal, I. Gutierrez, J.M. Rodríguez and J.J. Urcola; *Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, España, March 1990.*
- (74) S. Timoshenko; "Strength of Materials", 3 ed., London, Van Nostrand, 1969: pp. 92-175.
- (75) A.H. Grobe and G.A. Roberts; *Trans. ASM*, 40, 1948: p. 435.
- (76) G. Hoyle and E. Ineson; *J. Iron Steel Inst.*, 191, 1959: p. 44.

- (77) H. Takigawa, H. Manto, N. Kawai and K. Homma; Powder Metall., 4 , 1981: p. 196.
- (78) W.T. Haswell, W. Stasko and F.R. Dax; "Processing and Properties of High Speed Tool Steel", Ed. M.G.H. Wells and L.W. Lherbier, The Metall. Soc. of AIME, Warrendale P.A., 1980: p. 147.
- (79) A. Nadai; "Theory of flow and fracture of solids", 2 ed., Vol.1, Ed. McGraw-Hill, N.Y., 1950: p. 363-366.
- (80) C.M. Sellars; "Quantitative Metallography", E.S.I.I., U. de Navarra, San Sebastián, Nov. 1981.
- (81) G. Maeder, Y. Ramon, G. Thorel and J. Barralis; Mémoires Scientifiques Revue Métallurgie, Mai 1975: pp. 397-405.
- (82) C.S. Wright; Powder Metall., 1989, 32: pp. 114-117.
- (83) S. Karagöz, I. Lien, E. Bischoff and H.L. Fischmeister; Metall. Trans. 20A, 1989, pp. 2695-2701.
- (84) H. Wissell; Metall. Trans. 22A, 1991, pp. 1391-1405.
- (85) I. Urrutibeaskoa, R.H. Palma, V.P. Martínez and J.J. Urcola; Powder Metall., 33 (4), 1991: pp 305-312.
- (86) H. Fredriksson, M. Hillert and M. Nica; Scand. J. Metall., 8, 1979: pp. 115-122.
- (87) M.R. Ghomashchi and C.M. Sellars; Met. Sci., 18, 1984: pp. 44-48.
- (88) R.H. Palma, I. Urrutibeaskoa, V.P. Martínez and J.J. Urcola; J. of Mat. Sci., 27, 1992: pp. 2026-2034.
- (89) G. Steven, J.J. Hauser, T.A. Neumeier and J.M. Capenos; Trans. of ASM, 62, 1969: pp. 180-194.
- (90) C. Domínguez; Master Th., E.S.I.I., Donostia-San Sebastián, 1988.
- (91) P. Maulik; Scripta Metall., 22, 1988: pp. 441-444.
- (92) C. Kim, V. Biss and W.F. Hosford; Metall. Trans. 13A, 1982: pp. 185-191.
- (93) F. Usandizaga; Proyecto fin de carrera, E.S.I.I., U. de Navarra, Donostia-San Sebastián, 1991.

- (94) I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, F. Fernández, S. Talacchia, R. Palma, V. Martínez and J.J. Urcola; to be published in Int. J. of Powder Metall., March 1992.
- (95) M. Hirano and Kawai; Metal Powder Rep., 41, 1986, pp. 527-531.
- (96) High Speed Steel Group; unpublished workçç MAT-19, CEIT, Donostia-San Sebastián, 1989.
- (97) K. Eriksson; Scand. J. Metall., 1979, 2: p. 197.
- (98) S.C. Lee and F.J. Worzala; Metall. Trans. 12A, 1981: p. 1477.
- (99) M. Sarikaya, B.G. Steinberg and G. Thonas; Metall. Trans. 13A, 1982: pp. 2227-2237.
- (100) J. Aranzábal; Doctoral Th., E.S.I.I., Donostia-San Sebastián, 1991.
- (101) B.V.N. Rao and G. Thomas; Metall. Trans. 11A, 1980: pp. 441-457.
- (102) B. Low and B.L. Averbach; Metall. Trans. 14A, 1983: p. 1899.
- (103) F.B. Pickering; "Physical Metallurgy and the Design of Steels"; Applied Science Publishers LTD, London, 1978: p. 275.
- (104) P. Beiss and R. Whäling; Proc. Modern Developments in Powder Metall., 18, Princeton, N.J., 1988.
- (105) M. Santos, M.M. Oliveira, M.M. Rebbeck and A.S. Wronski; Powder Metall., 34 (2), 1991: pp. 93-100.

ARGITARAPENAK.

PUBLICACIONES.

ARGITARAPENAK.

Tesi Doktoral honek orain arte sortutako argitarapenak hauexek dira:

1. "Metallographic changes during sintering of grade M high speed steels in industrial atmosphere and vacuum."
I. Urrutibeaskoa, R. Palma, V. Martínez and J.J. Urcola; Powder Metall., 33 , 1990: pp. 305-312.
2. "Metallographic changes during sintering of grade T high speed steels in industrial atmosphere and vacuum."
R. Palma, I. Urrutibeaskoa, V. Martínez and J.J. Urcola; J. of Mat. Sci., 27 , 1991: pp. 2026-2034.
3. "Avoiding grain growth during the supersolidus sintering of high speed steels."
J.I. San Martín, S. Jauregi, I. Urrutibeaskoa, V. Martínez, R. Palma and J.J. Urcola; onartua Recrystallization'92 (iraila, 1992) -ren Proc.- etan argitaratuak izateko.
4. "Sintering behaviour of a grade M water atomized high speed steel powder under vacuum and an atmosphere rich in nitrogen."
I. Urrutibeaskoa and J.J. Urcola; argitaratuta izateko bialduta Powder Metallurgy-ra; urria, 1991.
5. "Continuous sintering at low temperature of high speed steels in an industrial atmosphere rich in nitrogen."
I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, F. Fernández, R. Palma, V. Martínez and J.J. Urcola; argitaratuta izateko bialduta International Journal of Powder Metallurgy-ra; martxoa, 1992.
6. "Resistencia a la fractura en flexión de un acero de herramientas Px30S sinterizado en gas y en vacío."
I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, V. Martínez and J.J. Urcola; Anales de Mecánica de la Fractura, 9, 1992: pp. 139-144.
7. "Tenacidad a la fractura de un acero de herramientas Px30S sinterizado en gas y en vacío."
I. Urrutibeaskoa, V. Martínez and J.J. Urcola; Anales de Mecánica de la Fractura, 9, 1992: pp. 133-138.

PUBLICACIONES.

Publicaciones generadas por la presente Tesis Doctoral:

1. "Metallographic changes during sintering of grade M high speed steels in industrial atmosphere and vacuum."
I. Urrutibeaskoa, R. Palma, V. Martínez and J.J. Urcola; Powder Metall., 33 , 1990: pp. 305-312.
2. "Metallographic changes during sintering of grade T high speed steels in industrial atmosphere and vacuum."
R. Palma, I. Urrutibeaskoa, V. Martínez and J.J. Urcola; J. of Mat. Sci., 27 , 1991: pp. 2026-2034.
3. "Avoiding grain growth during the supersolidus sintering of high speed steels."
J.I. San Martín, S. Jauregi, I. Urrutibeaskoa, V. Martínez, R. Palma and J.J. Urcola; aceptado para su publicación en los Proc. de Recrystallization'92; setiembre 1992.
4. "Sintering behaviour of a grade M water atomized high speed steel powder under vacuum and an atmosphere rich in nitrogen."
I. Urrutibeaskoa and J.J. Urcola; enviado para su publicación a Powder Metallurgy; octubre de 1991.
5. "Continuous sintering at low temperature of high speed steels in an industrial atmosphere rich in nitrogen."
I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, F. Fernández, R. Palma, V. Martínez and J.J. Urcola; enviado para su publicación a International Journal of Powder Metallurgy; marzo de 1992.
6. "Resistencia a la fractura en flexión de un acero de herramientas Px30S sinterizado en gas y en vacío."
I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, V. Martínez and J.J. Urcola; Anales de Mecánica de la Fractura, 9, 1992: pp. 139-144.
7. "Tenacidad a la fractura de un acero de herramientas Px30S sinterizado en gas y en vacío."
I. Urrutibeaskoa, V. Martínez and J.J. Urcola; Anales de Mecánica de la Fractura, 9, 1992: pp. 133-138.

Metallographic changes during sintering of grade M high speed steels in industrial atmosphere and vacuum

I. Urrutibeaskoa, R. Palma, V. Martínez, and J. J. Urcola

The metallographic changes taking place in four M grade steels, M3/2, Px30 (a Powdrex SA water atomised powder equivalent to ASP 30), M2, and M42, during sintering at the optimum temperature and oversintering in vacuum and in a nitrogen based industrial atmosphere have been investigated using SEM and EDS techniques. M_6C and MC primary carbides were observed after vacuum sintering and MX carbonitrides instead of MC carbides were found in the specimens sintered in the industrial atmosphere. Small amounts of a eutectic carbide rich in Cr and Fe were observed at the optimum sintering temperature. On oversintering in vacuum different types of eutectic carbides were observed – MC, needle shape, and M_6C – but MC type eutectic carbides were not observed on oversintering the samples in the industrial atmosphere. PM/0535

© 1990 The Institute of Metals. Manuscript received 9 July 1990; in final form 9 October 1990. Dr Urrutibeaskoa, Dr Palma, and Dr Martínez are in the Escuela Superior de Ingenieros Industriales, Universidad de Navarra, San Sebastián, Spain. Dr Urcola is in the Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipuzcoa, San Sebastián, Spain.

Work carried out in the past 20 years on the sintering of high speed steels (HSS) has allowed the development of appropriate routes for the fabrication of HSS, which are now well established.¹⁻⁷ Although it is well known that direct sintering is through a supersolidus mechanism,⁸⁻¹⁰ details of the different phases and carbides forming in such a process are not entirely clear. Several carbides (M_6C , M_2C , MC, $M_{23}C_6$, and M_3C) found at room temperature after sintering are assumed to form in the sintering process. Two steels, T42^{3,11,12} and M2,¹³ sintered in vacuum have been studied in depth. In the present work, which forms part of an extended programme studying the influence of the sintering atmosphere on the microstructure and the mechanical properties of several directly sintered HSS, the metallographic changes taking place when sintering M grade steels in vacuum and in nitrogen based industrial atmosphere are analysed.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

Annealed water atomised powders, with and without the addition of 0.2% of elemental carbon in the form of graphite, were cold compacted uniaxially at a pressure of 500 MPa. This resulted in green densities of 67–70% theoretical density. The compacts were sintered either in a flowing industrial atmosphere of composition $90N_2-9H_2-1CH_4$ or under a vacuum better than $5 \times$

10^{-3} Pa. The samples were heated to the sintering temperature at a mean rate of $50 K min^{-1}$ and soaked for 45 min. Specimens were then cooled at a rate of $250 K min^{-1}$. The sintered samples were sectioned and prepared according to standard metallographic techniques. Specimens in the as polished (with a $1 \mu m$ diamond) condition were observed in a 501B Philips scanning electron microscope, fitted with an EDAX9100 energy dispersive X-ray system used to analyse the different carbides.

RESULTS

M3/2 steel

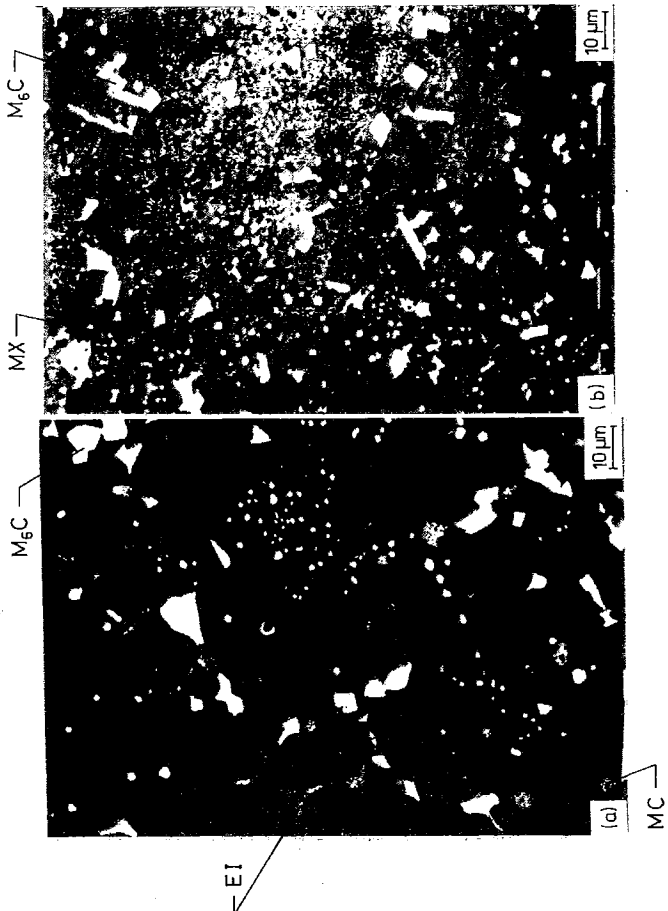
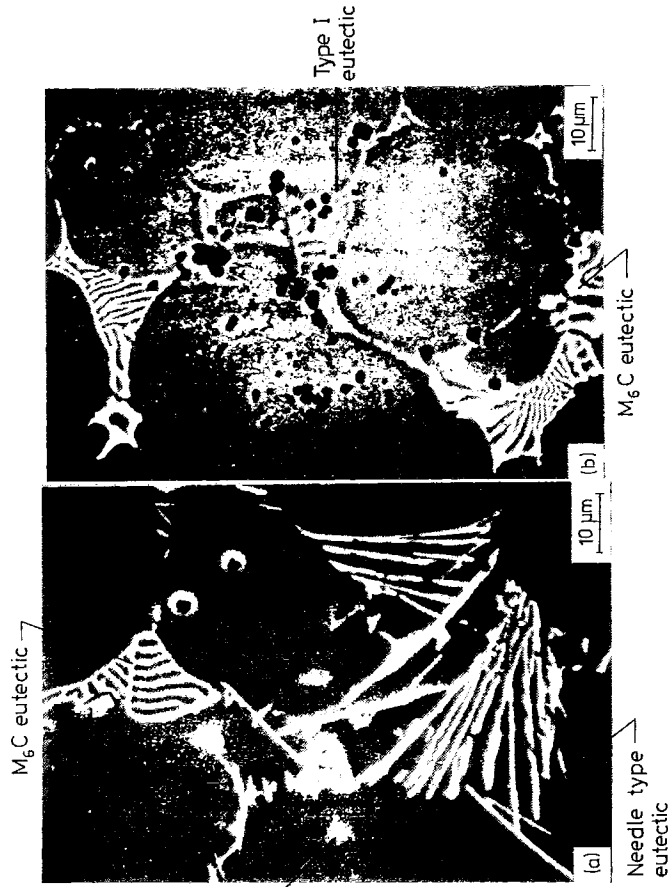
Figure 1 shows typical SEM micrographs at the optimum sintering temperature for M3/2 + 0.2% C steel sintered in the gas atmosphere and in vacuum. (Analyses of the metallic elements present in the various constituents observed are given below all micrographs.) The grey MC carbides, rich in V, observed in the vacuum sintered specimens are substituted by the small black, square MX carbonitrides, richer in V than the MC carbides. In both micrographs the bright, rectangular M_6C carbides, rich in W and Mo, are similar in appearance with almost the same chemical composition. On increasing the sintering temperature eutectic carbides tend to form (Fig. 2). The following eutectic carbides types are observed:

- (i) eutectic carbide, present in small amounts in all the samples at the optimum sintering temperature (type I)
- (ii) eutectic carbide type MC, present only in vacuum sintered specimens, with composition and contrast close to MC primary carbides
- (iii) eutectic carbide type M_6C , similar in composition and contrast to M_6C carbide, with a clear dendritic shape
- (iv) needle shaped carbide, found only in vacuum sintered specimens after gross oversintering.

It is worth emphasising that eutectic carbides type I and type M_6C show the same composition whether the specimens are sintered in vacuum or in an industrial atmosphere and that MC type and needle type eutectic carbides are observed only in vacuum sintered specimens and not in those sintered in the industrial atmosphere. On the other hand type I eutectic carbides are observed in both materials at the optimum sintering temperature, MC type eutectic carbides after only 10 K oversintering in vacuum, M_6C type eutectic carbides after 20 K oversintering in vacuum and 30 K in the industrial atmosphere, and needle type after 25–30 K oversintering in vacuum.

Px30 steel

Figure 3 shows two typical SEM micrographs of a Px30 steel sintered at the optimum sintering temperature in vacuum and in the industrial atmosphere. It is obvious that the M_6C carbides have almost the same appearance and composition independent of the sintering media used, vacuum or industrial atmosphere (except in the minor

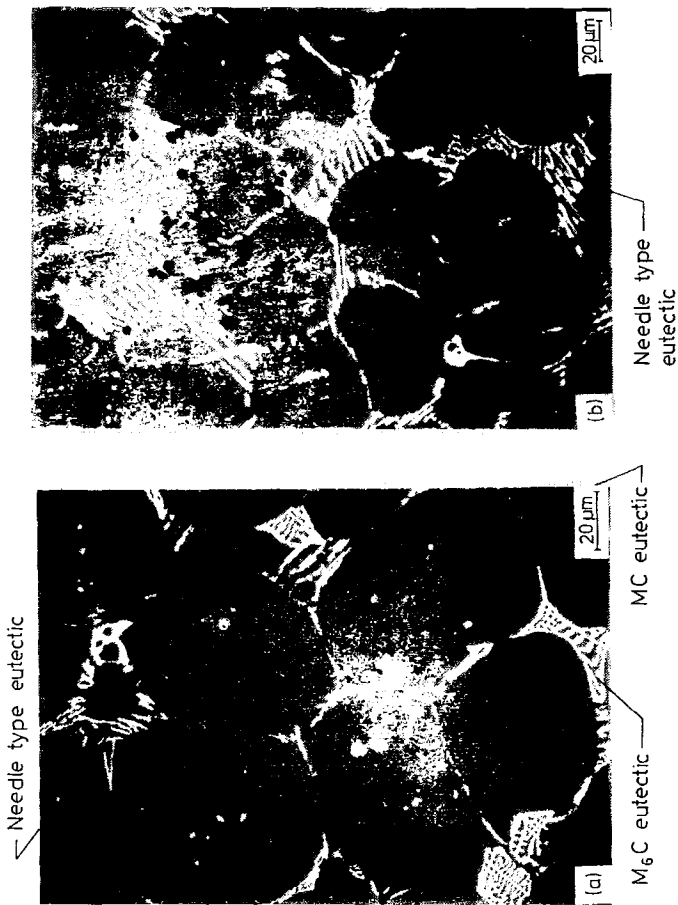


Eutectic carbide	Atmosphere	Eutectic carbide composition, wt-%					
		Mo	V	Cr	Fe	W	
Type I	vacuum	34.1	20.6	20.9	13.8	10.6	
	N ₂ based	36.4	7.7	18.6	20.8	16.4	
MC	vacuum	19.7	48.6	3.3	4.4	23.9	
M ₆ C	vacuum	24.7	4.9	3.6	35.0	31.8	
	N ₂ based	25.4	2.1	4.0	40.9	27.7	
Needle type	vacuum	31.5	16.0	7.3	14.0	31.2	

Phase	Atmosphere	Phase composition, wt-%					
		Mo	V	Cr	Fe	W	
M ₆ C	vacuum	23.9	4.0	2.3	31.5	38.3	
	N ₂ based	23.5	1.7	2.4	32.8	39.6	
MC	vacuum	19.7	48.6	3.3	4.4	23.9	
MX	N ₂ based	4.1	76.7	5.1	11.0	3.0	

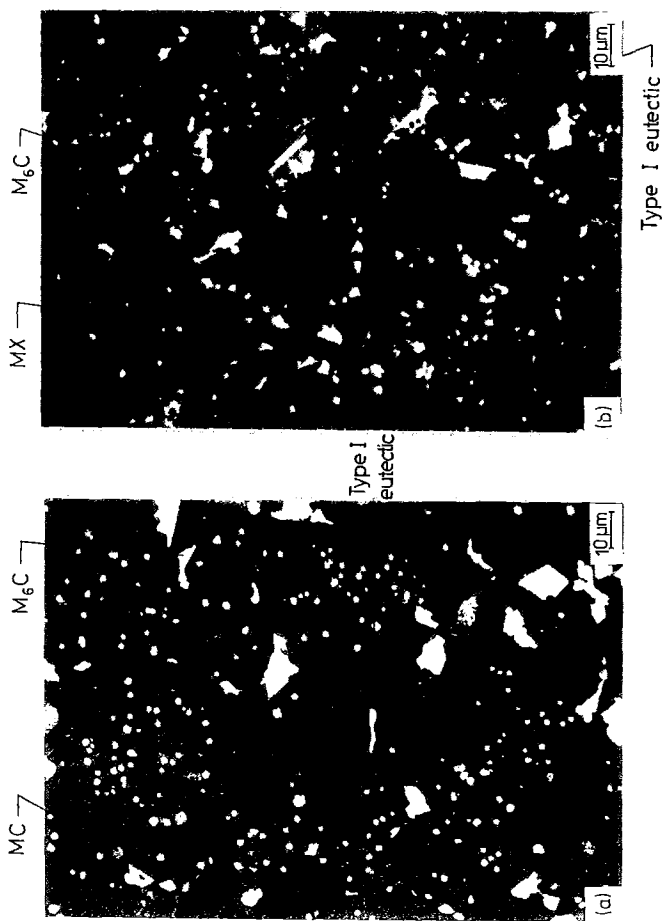
1 Microstructure of M3/2 + 0.2% C (1.31C, 0.26Si, 0.12Mn, 4.02Cr, 6.05W, 5.80Mo, 2.91V) specimens sintered at optimum temperature: a vacuum, 1255°C; EI = type I eutectic carbide; b industrial atmosphere, 1240°C

2 Microstructure of eutectic carbides in oversintered M3/2 + 0.2% C specimens: a vacuum, ΔT = 30 K; b industrial atmosphere, ΔT = 25 K



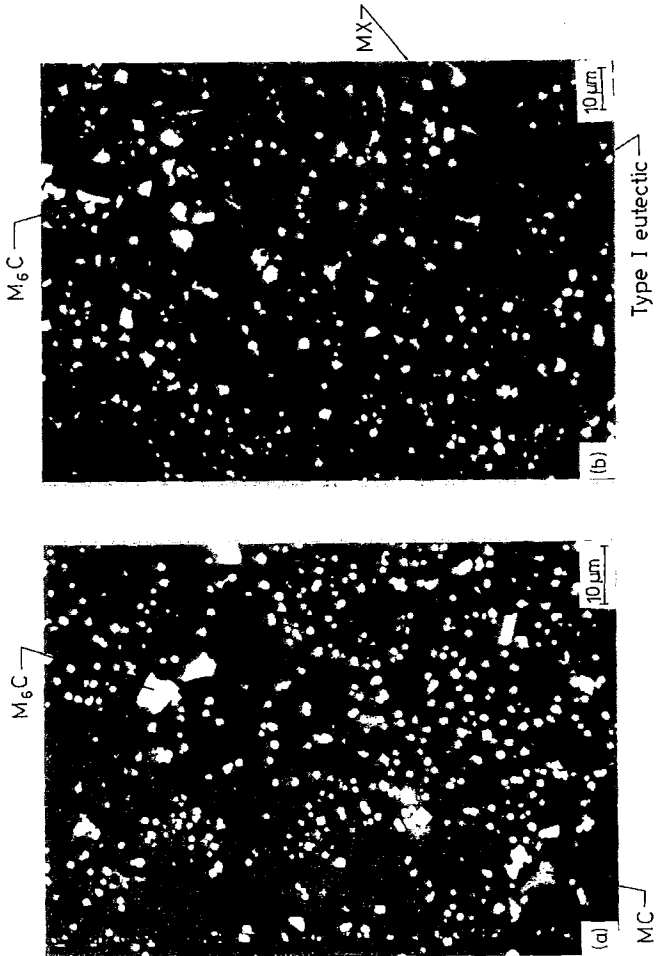
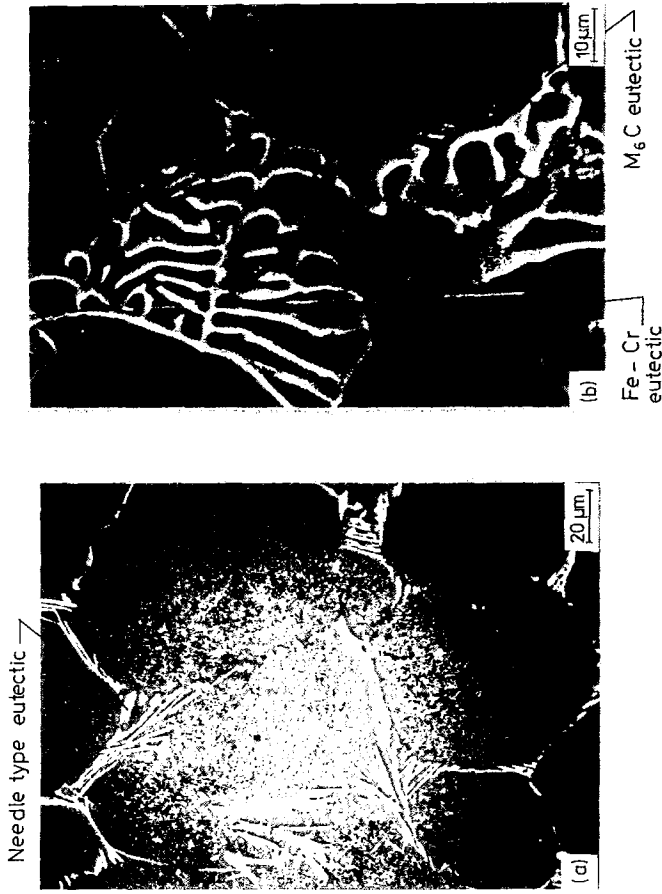
Eutectic carbide	Atmosphere	Eutectic carbide composition, wt-%						
		Mo	V	Cr	Fe	Co	W	
Type I	vacuum	23.1	9.3	14.0	35.1	3.8	14.6	
	N ₂ based	25.4	6.5	11.4	37.0	3.2	16.6	
M ₆ C	vacuum	23.1	3.6	3.7	32.3	3.9	33.5	
	N ₂ based	20.3	1.2	2.9	37.3	3.3	35.0	
MC	vacuum	18.9	39.7	3.6	10.1	1.1	26.6	
	vacuum	28.3	11.9	7.5	18.4	1.7	32.1	
Needle type	N ₂ based	27.7	7.6	8.2	26.2	1.9	28.5	

4 Microstructure of eutectic carbides in oversintered Px30 specimens: a vacuum, ΔT = 15 K; b industrial atmosphere, ΔT = 50 K



Phase	Atmosphere	Phase composition, wt-%					
		Mo	V	Cr	Fe	Co	W
M ₆ C	vacuum	21.6	3.8	3.2	30.0	3.9	37.5
	N ₂ based	21.8	1.9	2.7	30.1	3.8	39.6
MC	vacuum	19.0	46.8	2.9	3.0	0.1	28.2
MX	N ₂ based	8.9	66.2	4.4	8.6	2.3	9.5

3 Microstructure of Px30 (1.29C, 0.20Si, 0.64Mn, 4.08Cr, 6.25W, 4.83Mo, 2.96V, 8.45Co) specimens sintered at optimum temperature: a vacuum, 1255°C; b industrial atmosphere, 1230°C

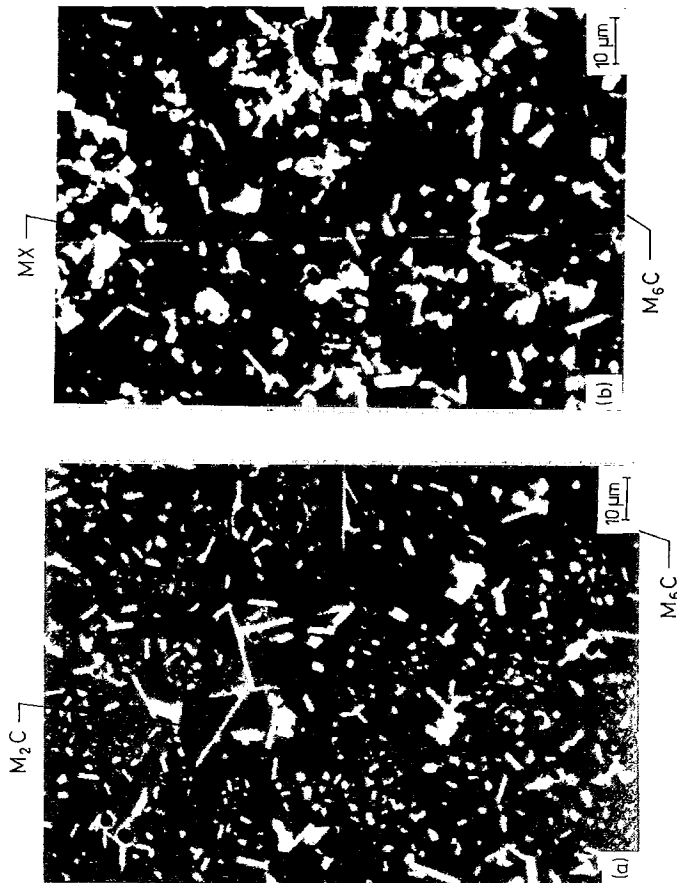
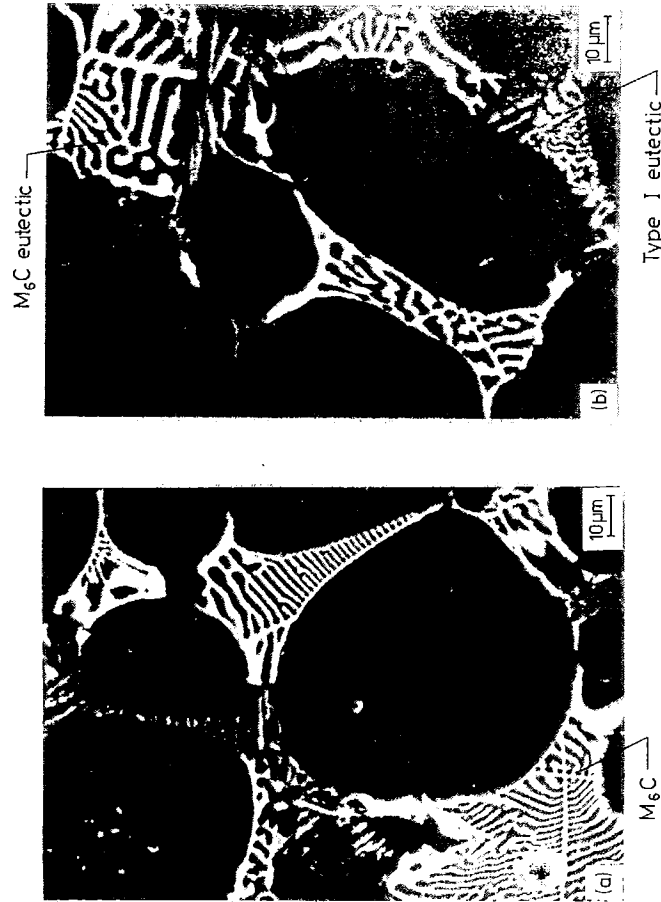


Eutectic carbide	Atmosphere	Eutectic carbide composition, wt-%					
		Mo	V	Cr	Fe	W	
Type I	vacuum	31.5	13.4	14.6	26.5	14.0	
	N ₂ based	30.0	6.0	19.3	28.5	16.4	
MC	vacuum	21.3	41.6	3.6	14.0	19.4	
M ₆ C	vacuum	21.6	5.3	3.7	34.6	35.0	
	N ₂ based	24.1	2.6	3.7	35.2	34.5	
Needle type	vacuum	31.0	14.7	7.7	10.7	36.0	

Phase	Atmosphere	Phase composition, wt-%					
		Mo	V	Cr	Fe	W	
M ₆ C	vacuum	20.9	4.3	2.6	32.4	39.7	
	N ₂ based	21.4	1.6	2.6	31.6	42.9	
MC	vacuum	19.4	48.5	2.8	2.5	26.8	
MX	N ₂ based	2.7	77.3	5.4	11.5	3.1	

6 Microstructure of eutectic carbides in oversintered M2+0.2%C specimens: a vacuum, ΔT=30 K; b industrial atmosphere, ΔT=30 K

5 Microstructure of M2+0.2%C (1.11C, 0.27Si, 0.20Mn, 4.06Cr, 6.28W, 5.07Mo, 1.86V, 0.44Co) specimens sintered at optimum temperature: a vacuum, 1250°C; b industrial atmosphere, 1250°C



Eutectic carbide	Atmosphere	Eutectic carbide composition, wt-%						
		Mo	V	Cr	Fe	Co	W	
Type I	vacuum N ₂ based	46.0 36.3	11.3 4.1	14.2 12.9	21.7 37.7	1.1 3.2	5.7 5.8	
Type II	vacuum	31.9	6.1	15.8	40.4	2.5	3.3	
M ₆ C	vacuum N ₂ based	34.5 37.6	3.5 2.2	3.8 3.3	40.4 35.1	4.9 4.3	12.8 17.5	
Needle type	vacuum N ₂ based	40.8 46.1	9.8 8.9	12.6 13.5	26.5 21.5	2.2 1.1	8.2 8.9	

8 Microstructure of eutectic carbides in oversintered M42 specimens: a vacuum, ΔT = 40 K; b industrial atmosphere, ΔT = 55 K

Phase	Atmosphere	Phase composition, wt-%						
		Mo	V	Cr	Fe	Co	W	
M ₂ C	vacuum	45.0	14.3	6.9	10.1	0.4	23.5	
Fe-Cr	vacuum	13.4	2.3	14.6	65.7	3.4	0.6	
M ₆ C	vacuum N ₂ based	37.0 35.3	3.1 0.8	3.3 1.5	35.6 17.0	3.9 2.5	17.1 42.7	
MC	vacuum*	30.8	33.6	5.9	22.2	1.5	6.0	
MX	N ₂	7.2	75.0	5.5	8.4	1.2	2.7	

* Possible matrix contribution.

7 Microstructure of M42 (1.16C, 0.41Si, 0.29Mn, 3.92Cr, 1.30W, 9.42Mo, 1.29V, 8.18Co) specimens sintered at optimum temperature: a vacuum, 1225°C; b industrial atmosphere, 1225°C

Table 1 M_6C carbide compositions, at.-%

Steel grade	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W + Mo	Fe + Co
Sintered in vacuum								
M3/2	21.7	6.9	3.9	49.3	...	18.2	39.9	49.3
Px30	19.2	6.4	5.3	45.9	5.7	17.4	36.6	51.6
M2	19.0	7.3	4.4	50.5	...	18.8	37.8	54.9
M2, STEM ¹⁵	1.5	4	6	49	...	39	40.5	49
M2 ¹³	19	7	7	48	...	19	38	48
M2 ²³	20	7	6	49	...	18	38	49
M42	29.4	4.7	4.9	48.8	5.1	7.1	36.5	53.7
M7 ¹⁷	19	3	5	70	...	3	22	70
Sintered in 90N ₂ -9H ₂ -1CH ₄								
M3/2	21.7	3.0	4.1	52.1	...	19.1	40.8	52.1
Px30	20.0	3.3	4.6	47.4	5.7	19.0	39.0	53.1
M2	20.2	2.8	4.5	51.4	...	21.2	41.4	51.4
M42	37.0	1.6	2.9	30.9	4.3	23.4	60.4	35.2

element V, which is present in lower quantities in the specimens sintered in the industrial atmosphere). This is not the case with the MC carbides which are transformed, changing from grey to small black carbonitrides with a higher concentration of V in the specimens sintered in the industrial atmosphere.

In this steel, eutectic carbides can also be produced by sintering at temperatures higher than the optimum sintering temperature. Some examples of carbides present in eutectic form in Px30 oversintered both in vacuum and in the industrial atmosphere are shown in Fig. 4. In the case of type I eutectic carbides, which are observed after sintering both in vacuum and in the industrial atmosphere at the optimum sintering temperature, a higher quantity of Fe and a lower concentration of W and V are found in the industrial atmosphere sintered specimens than in those that are vacuum sintered. Type MC eutectic carbide is observed after oversintering by only 10 K in vacuum. On the other hand, in the case of type M_6C eutectic carbides, which are also observed for both types of sintering – for oversintering by 15 K for vacuum and 30 K for the industrial atmosphere – the carbide chemical compositions are in both cases very similar. In this material a needle type eutectic carbide is observed after vacuum and industrial atmosphere oversintering by 15 and 40 K respectively.

M2 steel

Figure 5 shows typical SEM micrographs corresponding to specimens of M2 + 0.2% C sintered at the optimum sintering temperature in vacuum and in the industrial atmosphere. On comparing the microstructures corresponding to vacuum and industrial atmosphere sintering, the most noticeable difference is the transformation of the scarce grey MC carbides observed after sintering in vacuum to the black MX carbonitrides, richer in V than the MC, when sintered in the industrial atmosphere. On the other hand, the M_6C carbides are very similar in morphology, size, and chemical composition for specimens sintered both in the industrial atmosphere and in vacuum.

Sintering above the optimum sintering temperature results in the presence of carbides with a eutectic morphology, such as those shown in Fig. 6. Apart from the usual eutectic carbides, which are very similar to those found in

the steels described above, a eutectic carbide rich in Fe and Cr and smaller and finer than the M_6C is also observed in materials sintered in the industrial atmosphere at just above the optimum sintering temperature (Fig. 6b).

M42 steel

Figure 7 shows typical micrographs of steel M42 sintered in vacuum and in the industrial atmosphere. The singular feature found in this steel is the presence of M_2C carbides (marked in Fig. 7a) with a rectangular elongated morphology in the specimens sintered in vacuum. Figure 7 also shows a carbide rich in Fe and Cr. MC carbide in vacuum sintered specimens does not appear in the form of isolated particles, but as grain boundary film. The small, black MX carbonitrides are observed in the specimens sintered in the industrial atmosphere and the chemical compositions of the M_6C carbides are also found to be abnormally high in W.

Oversintering also produces different kinds of eutectic carbides in this steel, as shown in Fig. 8: type I eutectic carbides, in both vacuum and industrial atmosphere, type II eutectic carbides (found only in vacuum oversintered specimens), M_6C type eutectic carbides, and needle type eutectic carbides (which are also found in materials oversintered in the industrial atmosphere).

DISCUSSION

Given the differences in chemical composition between the four steels analysed, it is convenient for comparison to transform the composition from weight to atomic percentages. With reference to the carbides, some precautions must be taken in the microanalysis of small particles due to the interference of the matrix. A recent study has shown that small particle size results in too high a quantity of Fe and Co in the particle analysis owing to matrix effects and that a minimum particle size of $\sim 4 \mu\text{m}$ is required to obtain a good analysis.¹⁴

M_6C primary carbides

The presence of massive particles ($> 4 \mu\text{m}$) enabled the chemical composition of the M_6C carbides to be analysed

Table 2 MC carbide compositions, at.-%

Steel grade	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W + Mo
M2, spherical MC, 4 μm	15	68	4	3	...	10	25
M2, elongated MC	15	47	5	26	...	8	23
M42, elongated MC	21	43	7	26	2	2	23

Table 3 MC carbide compositions, at.-%

Steel grade	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W + Mo
M3/2	14.3	66.6	4.5	5.5	0	9.1	23
Px30	14.3	66.5	4.1	3.9	0.1	11.1	25
M2	14.5	68.0	3.9	3.2	0	10.4	25
M42	20.7	42.6	7.3	25.7	1.7	2.1	23

Table 4 MX carbonitride compositions, at.-%

Steel grade	V	W + Mo	Fe + Co
M3/2	81	3	11
Px30	75	8	11
M2	81	2	11
M42	80	5	9

with high precision. Table 1 summarises the chemical compositions of the M_6C primary carbides found in the different steels after sintering at the optimum temperature both in vacuum and in the industrial atmosphere. Although there are individual differences due to the different chemical compositions, adding W + Mo and Fe + Co gives practically constant values. However, although the chemical composition of the M_6C carbides is very similar after sintering in the industrial atmosphere and in vacuum, the V concentration is lower in the industrial atmosphere sintered material. This is due to the higher concentration of this element found in the MX carbonitrides, as mentioned above. The table also gives the chemical composition of M_6C carbides analysed by other authors in M2 and M7 vacuum sintered steels, with almost identical values to those found in the present work for vacuum sintering. The mean stoichiometric composition of these carbides is $(Fe,Co)_3(W,Mo)_{2.5}(V,Cr)_{0.5}C$. Exactly the same composition of M_6C carbides has recently been found for T grade steel.¹⁴

MC primary carbides, MX carbonitrides

The size of the primary MC carbides ($> 4 \mu m$) was sufficient to allow analysis without matrix interference in steels with a V composition equal to or higher than 3 wt.-%. Vacuum sintered M2 and M42 steels presented MC carbides in the form of thin films. In these conditions, the effect of matrix interference in the chemical analysis was very clear (Table 2). The chemical composition of the MC carbides for the various vacuum sintered steels is given in Table 3 where it can be seen that although the relative amounts of W and Mo are different, due to the different compositions of the steels, the sum of W + Mo is almost the same. This has also been observed in several T type steels.¹⁴ It can also be seen that the more important metallic element in this carbide is V and that Co is not present. Similar carbide compositions have been reported by Karagöz *et al.*¹⁵

When the steels are sintered in the industrial atmosphere containing N_2 , the incorporation of nitrogen transforms the MC carbides to carbonitrides, as reported by Palma *et al.*⁷ This is due to the higher stability of the nitride than the carbide. Table 4 summarises the chemical compositions (metallic elements) of the carbonitrides present in the different steels analysed in the present work. Again the compositions are very similar for the different steels and if the results are compared with those for the MC carbides, a significant increase in the amount of V in

Table 5 M_2C carbide compositions, at.-%

Steel	Mo	V	Cr	Fe	W	W + Mo
M42*	39	23	11	15	11	50
ASP60† ¹⁸	31	2	49	9	8	39
M2 ²⁰	21	23	14	12	26	46
M2 ¹⁶	36	21	12	7	23	59
M7, primary ¹⁷	30	19	9	39	3	33
M7, primary ¹⁷	39	23	10	25	4	43

* Present work.

† Secondary carbides, atom probe.

Table 6 Eutectic type 1 carbide compositions, at.-%

Steel	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W + Mo	Co + Fe
M3/2*	24	28	27	17	...	4	28	17
M3/2 + N*	28	11	27	28	...	7	35	28
Px30*	25	19	12	27	2	15	40	29
Px30 + N*	23	12	13	37	3	12	35	40
M2*	23	19	20	33	...	5	28	33
M2 + N*	22	9	27	36	...	6	28	36
M2 $M_{23}C_6$ ²³	4	8	50	37	...	2	6	37
M2 EMC + M_6C ¹²	30	26	13	13	...	18	48	13
M42*	34	16	19	28	1	2	36	29
M42 + N*	26	6	17	46	4	2	28	50

* Present work.

the MX carbonitride is observed. Similar results have been obtained with several T type HSS.¹⁴

M_2C carbides

The primary M_2C carbide, with its typical rectangular elongated aspect (Fig. 7), was found only in steel M42 which had a higher Mo content. It can be differentiated from the M_6C carbide by its chemical composition, given in Table 5, which compares the chemical composition of the M_2C found in this work with other compositions reported in the literature.^{16,17,18} This carbide has also been identified by X-ray diffraction and distinguished from M_6C by the presence of a (0001) reflection in vacuum sintered materials, which was not found after sintering in the nitrogen based atmosphere.¹⁹ This could indicate that the presence of nitrogen in the steel either prevents the formation of M_2C carbides, or favours the decomposition of M_2C carbides to M_6C and MC carbides, as has been reported by other authors.^{16,17,18}

Eutectic carbides

The type MC and M_6C eutectic carbides found in the present specimens show chemical compositions close to those observed in the primary carbides of the same types. However, MC carbides were not observed in steels sintered in the industrial atmosphere. This could be because in the nitrogen rich industrial atmosphere the MC carbides are transformed to MX carbonitrides and the possible transformation on cooling of the liquid to MX and austenite, which happens when MC carbide is formed, disappears or is shifted to much higher temperatures. This type of MC eutectic carbide was not observed in M42 steel, due to the low V content of the steel. The presence of M_6C eutectic carbides both under vacuum and in the industrial atmosphere seems to define the limit of adequate sintering. The addition of carbon or the introduction of nitrogen through the atmosphere does not greatly affect the temperature at which the first M_6C appears in each steel. However, because both the addition of carbon and the introduction of nitrogen in steels M3/2 and Px30 decreases the optimum sintering temperature, an increase in the concentration of carbon, and occasionally nitrogen, in the steel in the cases mentioned above could have enlarged the sintering 'gate'.

The composition and morphology of the needle type eutectic carbide found in the M3/2, Px30, and M2 steels after oversintering in vacuum is similar (adding W + Mo) to that found for M_2C primary carbide in M42 steel and for a carbide identified as M_2C in M2.^{16,19,20} Other workers^{16,17,18} have shown that M_2C carbides are unstable and decompose during cooling to M_6C and MC. In the present work the cooling rate was very high and possibly explains why this decomposition did not take place. To confirm this hypothesis, a M2 + 0.2% C sample was cooled slowly in the furnace ($20 K h^{-1}$) after oversintering by

30 K. For this degree of oversintering, needle shaped eutectic carbides were observed after the normal cooling of 250 K min^{-1} . In the metallographic analysis of the specimen after slow cooling these needle shaped eutectic carbides were not present, but coprecipitation of the M_6C and MC carbides indicated the possible transformation on cooling of M_2C to M_6C and MC, as reported by Fredricksson *et al.*¹⁶ A similar situation has recently been observed by Palma *et al.*¹⁴ in T15 HSS. This needle type eutectic carbide was not observed in samples oversintered even by 50 K in the industrial atmosphere, except for Px30 steel. It appears that the presence of nitrogen in the specimens sintered under the industrial atmosphere prevents the formation of this eutectic carbide: Steven *et al.*¹⁷ have observed that increasing the nitrogen content of M7 and M2 steels hinders the formation of M_2C carbides.

The eutectic carbide called type I in the present work, found at the optimum sintering temperature and in some cases 25 K below the optimum,¹⁹ has also been found by other authors in different HSS.^{15,21,22} Table 6 compares the chemical compositions of this type of eutectic carbide with that of others of the same type found in the literature. This carbide, rich in Cr and Fe, could be of the M_{23}C_6 type. Table 6 also includes the chemical analyses of some M_{23}C_6 carbides reported in the literature, the composition being similar to those of the type I carbides found in the present work.

CONCLUSIONS

1. After cooling from the optimum sintering temperature in vacuum, type M_6C and MC primary carbides were present in all the steels analysed; type M_2C carbide was also present in steel M42 when sintered in vacuum.

2. After sintering in the industrial atmosphere the same M_6C primary carbides were present, but the MC carbides were transformed to small MX carbonitrides. M_2C carbides were not found after atmosphere sintering.

3. In all the steels analysed after sintering at the optimum temperature, either in the industrial atmosphere or in vacuum, small amounts of an eutectic rich in Cr and Fe were found.

4. Oversintering under vacuum at progressively higher temperatures produced M_6C , needle shaped, and MC type eutectic carbides. MC carbides were not present when the sintering took place in the industrial atmosphere. Needle

shaped carbides only appeared after oversintering in the industrial atmosphere in Px30 steels.

5. In all steels, sintered in the same medium, the chemical compositions of the different types of carbides are similar if the atomic percentages of W + Mo and Fe + Co are added.

REFERENCES

1. F. L. JAGGER and W. J. C. PRICE: *Powder Metall.*, 1971, **14**, (Suppl. 1), 407–428.
2. A. S. WRONSKI, L. B. HUSSAIN AL-YASIRI, and F. L. JAGGER: *Powder Metall.*, 1979, **22**, (3), 109–118.
3. C. S. WRIGHT and R. S. IRANI: *J. Mater. Sci.*, 1984, **19**, 3389–3398.
4. C. S. WRIGHT, A. S. WRONSKI, and M. M. REBBECK: *Met. Technol.*, 1984, **11**, 181–188.
5. Internal report, University of Bradford, Engineering Materials Group, 1987.
6. Unpublished work, University of Bradford, Engineering Materials Group, 1987.
7. R. H. PALMA, V. MARTÍNEZ, and J. J. URCOLA: *Powder Metall.*, 1989, **32**, (4), 291–299.
8. C. S. WRIGHT: *Powder Metall.*, 1989, **32**, 114–117.
9. R. M. GERMAN: *Int., J. Powder Metall.*, 1990, **26**, 23–34.
10. R. M. GERMAN: *Int., J. Powder Metall.*, 1990, **26**, 35–43.
11. P. MAULIK and W. J. C. PRICE: *Powder Metall.*, 1987, **30**, 240.
12. P. MAULIK: *Scr. Metall.*, 1988, **22**, 441.
13. P. MAULIK: *J. Mater. Sci.*, 1989, **24**, 3463–3468.
14. I. URRUTIBEASKOA, R. PALMA, V. MARTÍNEZ, and J. J. URCOLA: *J. Mater. Sci.*, in press.
15. S. KARAGÖZ, I. LIEM, E. BISCHOFF, and H. L. FISCHMEISTER: *Metall. Trans.*, 1989, **20A**, 2695–2700.
16. H. FREDRIKSSON, M. HILLERT, and M. NICA: *Scand. J. Metall.*, 1979, **8**, 115–122.
17. G. STEVEN, J. J. HAUSER, T. A. NEUMEYER, and J. M. CAPENOS: *Trans. ASM*, 1969, **62**, 180–194.
18. K. STILLER, L. E. SVENSSON, P. R. HOWELL, W. RONG, H. O. ANDREN, and G. L. DUNLOP: *Acta Metall.*, 1984, **32**, (9), 1457–1467.
19. R. PALMA: PhD thesis, ESII, San Sebastián, 1990.
20. M. R. GHOMASHCHI and C. M. SELLARS: *Met. Sci.*, 1984, **18**, 44–48.
21. C. DOMÍNGUEZ: Tesis Master en Metalurgia Mecánica y Física, ESII, San Sebastián, 1988.
22. C. S. WRIGHT and R. S. IRANI: *J. Mater. Sci.*, 1984, **11**, 3389–3398.
23. C. KIM, V. BISS and W. F. HOSFORD: *Metall. Trans.*, 1982, **13A**, 185–191.

Metallographic changes in the sintering of grade T high speed steels in an industrial atmosphere and vacuum

R. H. PALMA, I. URRUTIBEASKOA, V. MARTÍNEZ, J. J. URCOLA

Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián and the Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa, Donostia-San Sebastián, Spain

The metallographic changes taking place in three T grade steels, T42, T15 and T1 in the range of optimum sintering temperature to oversintering in vacuum and in an industrial atmosphere – base nitrogen – have been investigated using SEM and EDS techniques. M_6C and MC primary carbides have been observed for vacuum sintering and MX carbonitrides instead of MC carbides were found in the specimens sintered in the atmosphere. Small amounts of an eutectic carbide rich in Cr and Fe have been observed at the optimum sintering temperature. By oversintering in vacuum different type of eutectic carbides can be observed: MC, needle shape, M_6C , but only M_6C type eutectic carbide have been observed by oversintering the samples in the industrial atmosphere.

1. Introduction

Work carried out in the last twenty years on the sintering of high speed steels has allowed the development of appropriate routes for the fabrication of high speed steels, which are now well established [1–7]. Although it is well known that direct sintering takes place by a supersolidus sintering mechanism [8–10], the details of the different phases and carbides taking place in such process are not totally clarified. Several carbides (M_6C , M_2C , MC, $M_{23}C_6$ and M_3C) found at room temperature after sintering are supposed to take part in the sintering process. Recently two steels T42 [3, 11, 12] and M2 [13] sintered in vacuum have been studied in depth. In this work, which form part of an extended programme of the study of the influence of the atmosphere of sintering on the microstructure and the mechanical properties of several direct sintered high speed steels, the metallographic changes taking place during the sintering T grade steels in vacuum and in an industrial atmosphere, base nitrogen are analysed.

2. Experimental procedure

Annealed water atomized powders, with and without the addition of 0.2% of elemental carbon in the form of graphite, were cold compacted uniaxially at a pressure of 500 MPa. This resulted in green densities of 67–70% theoretical density. The compacts were sintered either in a flowing industrial atmosphere composed of 90% N_2 –9% H_2 –1% CH_4 or under vacuum better than 5×10^{-3} Pa. The samples were heated to the sintering temperature at a mean rate of 50 K min^{-1} and soaked for 45 min. Specimens were then cooled at a rate of 250 K min^{-1} . The sintered samples were sectioned and prepared according to the

standard metallographic techniques. Specimens in the as polished (with a $1 \mu\text{m}$ diamond) condition were observed in a 501B Philips scanning electron microscope fitted with an EDAX 9100 energy dispersive X-ray system, used to analyse the different carbides.

3. Results

3.1. T42 steel

Fig. 1 shows the typical SEM micrographs at the optimum sintering temperature for T42 + 0.2% C steel sintered in the gas atmosphere and in vacuum. The composition in weight percentage of the metallic elements of the different constituents marked in the micrographs are also included. The big round and grey MC carbides, rich in V, observed in the vacuum sintered specimens, are substituted by the small black and square MX carbonitrides, even richer in V than the MC carbides. In both micrographs the bright M_6C carbides, rich in W, present similar rectangular forms with nearly the same chemical composition. It is also observed that the Co is only present and in small amounts in the M_6C carbides. With increasing the sintering temperature there is a tendency to the formation of eutectic carbides, like those present in Fig. 2, in which also the composition in weight % of metallic elements of the different eutectic carbides is included. The following eutectic carbide types are observed:

- (i) eutectic carbide, present at small amounts in all the samples at the optimum sintering temperature (type I);
- (ii) eutectic carbide type MC, present only in vacuum sintered specimens (10°C oversintering), with composition and contrast close to MC primary carbides;

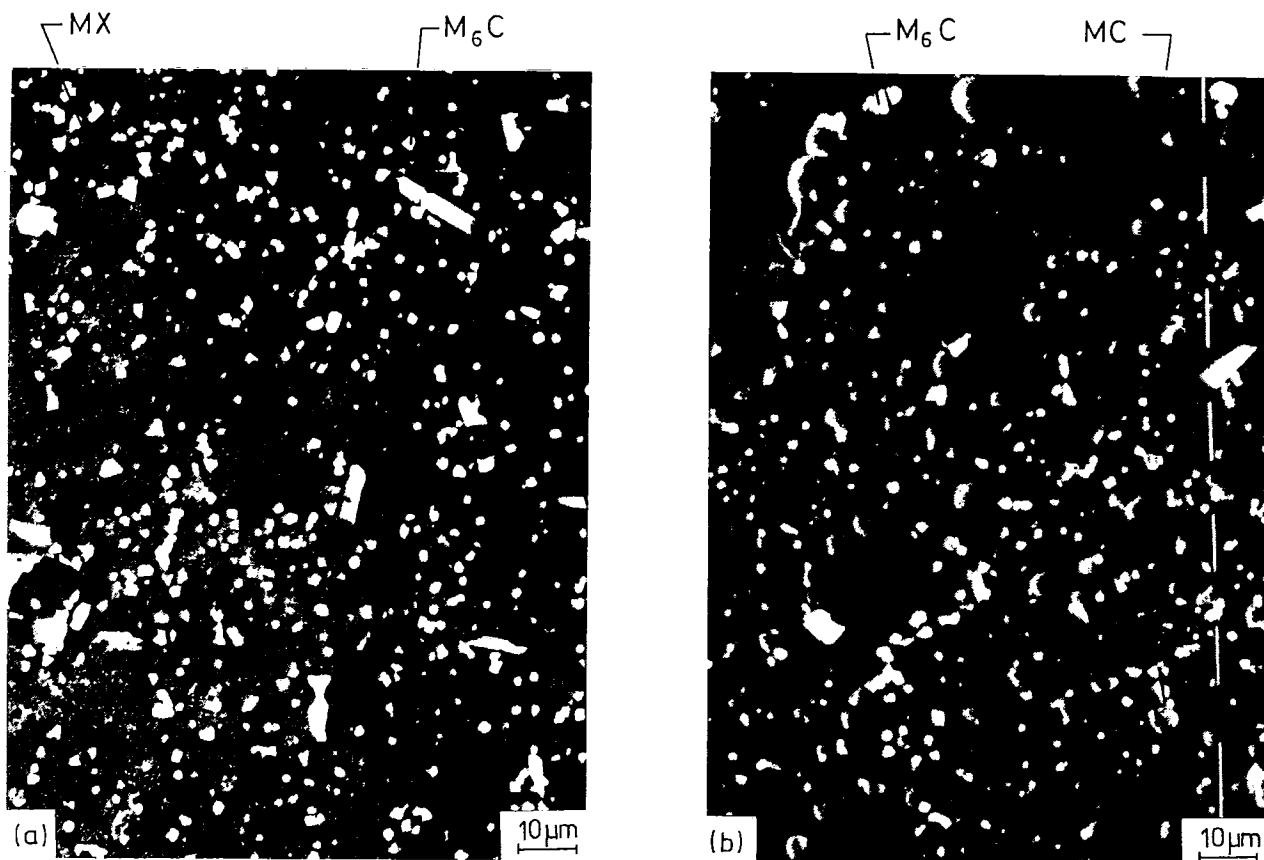


Figure 1 Microstructure of T42 + 0.2%C (1.45 C, 0.28 Si, 0.21 Mn, 0.48 Cr, 0.82 W, 3.22 Mo, 2.94 V, 9.44 Co) specimens sintered at the optimum temperature a) in the industrial atmosphere (1185 °C) and b) in vacuum (1215 °C).

Phase	Atmosphere	Mo	V	Cr weight percent	Fe	Co	W
M ₆ C	vacuum	16 + / - 2	3.8 + / - 0.0	3.2 + / - 0.2	27 + / - 1.4	4.3 + / - 0.1	46 + / - 3
M ₆ C	N ₂ based	16.2 + / - 0.8	1.7 + / - 0.2	2.3 + / - 0.2	26.5 + / - 0.5	4.4 + / - 0.3	49 + / - 1.3
MC	vacuum	14 + / - 6	46 + / - 3	2.9 + / - 0.9	3 + / - 1	0.1 + / - 0.1	34 + / - 4
MX	N ₂ based	5 + / - 2	72 + / - 6	5.7 + / - 0.8	7 + / - 1.9	1.0 + / - 0.5	9 + / - 2.6

- (iii) eutectic carbide type M₆C similar in composition and contrast to M₆C carbide, with a clear dendritic shape; and
- (iv) needle shape carbide, found only in vacuum sintered specimens at high oversinterings.

It is worth emphasizing that eutectic carbides type I and M₆C type present the similar composition when the specimens are sintered in vacuum or in industrial atmosphere and that MC and needle type eutectic carbides have been only observed in vacuum sintered specimens and never in those sintered in the industrial atmosphere. On the other hand in both materials eutectic carbides type I have been observed at the optimum sintering temperature, MC type eutectic carbides after only 10 °C oversintering in vacuum, M₆C type eutectic carbides after 10–30 °C oversintering in vacuum and 50–60 °C in the atmosphere sintering and needle shape type carbides after 40–50 °C oversintering in vacuum.

3.2. T15 steel

Fig. 3 shows two typical SEM micrographs of a T15 steel sintered at the optimum sintering temperature

both in vacuum and in the industrial atmosphere. The chemical composition in metallic elements of the different constituents are also included in Fig. 3. It is clearly apparent that the M₆C carbides have nearly the same aspect and composition independently of the sintering media used, vacuum or industrial atmosphere (except in the minoritary element, V, present in lower amounts in the specimens sintered in the industrial atmosphere). This is not the case with the MC carbides, which are transformed, changing from grey to small black carbonitrides, with a higher concentration in V, in the specimens sintered in the industrial atmosphere.

In this steel also eutectic carbides can be produced by sintering at temperatures higher than the optimum. Some examples of carbides present in eutectic form in oversintered T15 both in vacuum and in the industrial atmosphere are shown in Fig. 4. The chemical composition of the different eutectic carbides observed are also included in Fig. 4. In the case of type I eutectic carbides, which are observed after sintering in both vacuum and atmosphere at the optimum sintering temperature, a higher amount of Fe and lower concentration of W and V, in the atmosphere sintered speci-

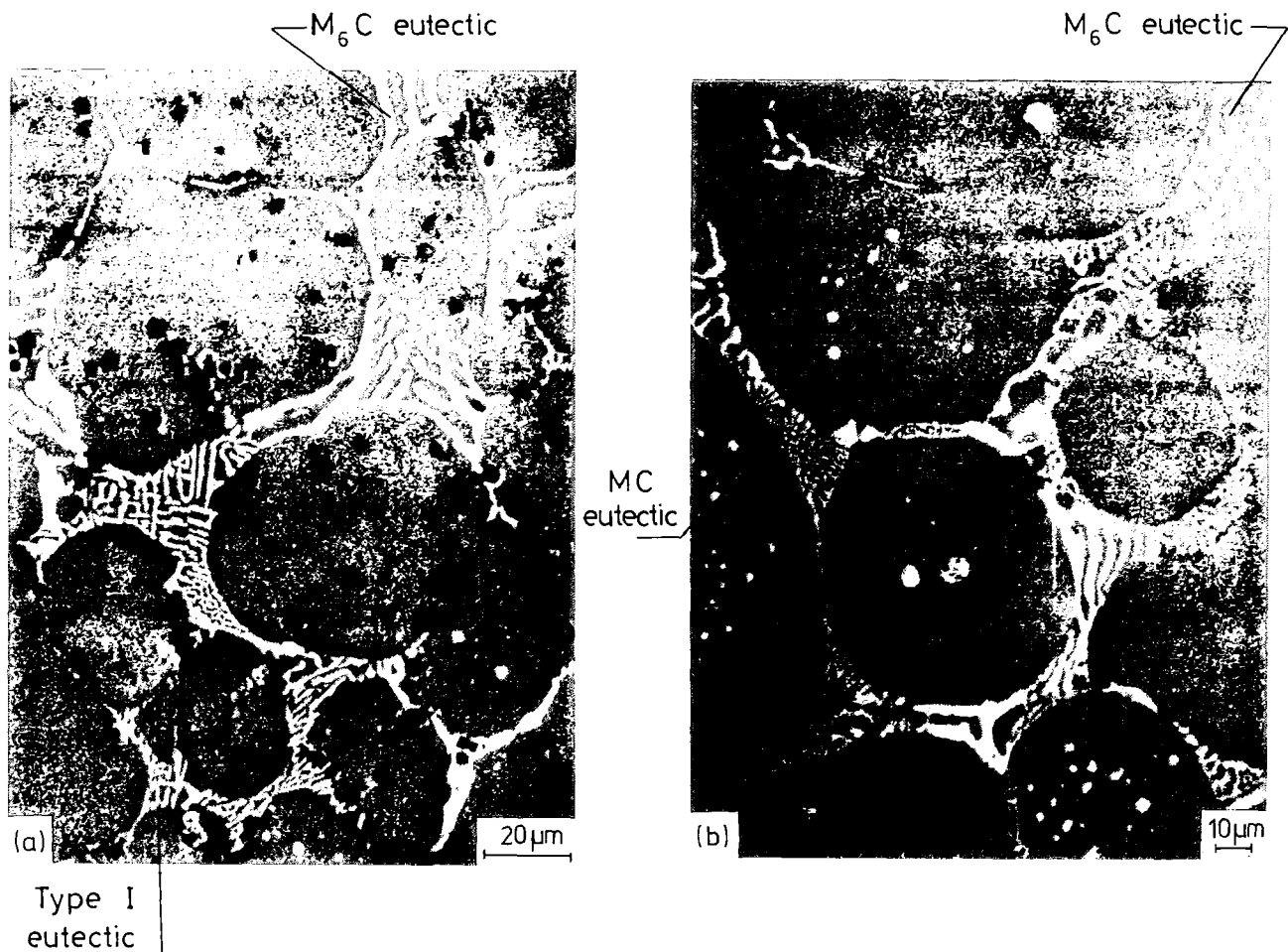


Figure 2 Microstructure of eutectic carbides in oversintered T42 + 0.2% C specimens. a) in the industrial atmosphere ($\Delta T = 40^\circ\text{C}$) and b) in vacuum ($\Delta T = 30^\circ\text{C}$).

Eutectic carbide	Mo	V	Cr	Fe weight percent	Co	W
	Atmosphere: vacuum					
Type I	23.6 +/- 0.7	9.1 +/- 0.4	17 +/- 2.4	26 +/- 2.6	2.1 +/- 0.4	24 +/- 2.6
MC	14 +/- 3.0	35 +/- 2.6	5.5 +/- 0.8	17 +/- 3.4	1.8 +/- 0.5	28 +/- 2.3
M ₆ C	17 +/- 2	2.8 +/- 0.2	3.8 +/- 0.6	33 +/- 1.4	4.5 +/- 0.3	39 +/- 1
Needle	21.3 +/- 0.5	8.8 +/- 0.4	7.6 +/- 0.4	23 +/- 1.3	2.1 +/- 0.2	37 +/- 1.4
	Atmosphere N ₂ -based, methane 1%					
Type I	25.2 +/- 0.8	7.0 +/- 0.4	19 +/- 2.4	22 +/- 2.6	1.0 +/- 0.4	25 +/- 2.6
M ₆ C	21 +/- 2.0	1.2 +/- 1.2	3 +/- 1.1	28 +/- 2.1	3.0 +/- 1.2	44 +/- 2.9

mens compared to the vacuum ones are observed. On the other hand, in the case of eutectic carbides type M₆C, which are also observed for both kind of sintering, but for oversinterings of 15–20°C in vacuum and 50–55°C in the atmosphere, the chemical compositions of the carbides are in both cases very similar. Also in this material a needle shape type eutectic carbide is observed only after vacuum oversinterings of 20–25°C, an eutectic carbide type MC for oversinterings of 30–35°C only in vacuum, and finally a new eutectic carbide, present only after vacuum sintering, called in the present work type II, rich in iron has been observed.

3.3. T1 steel

Fig. 5 shows two typical SEM micrographs corresponding to specimens sintered at the optimum sinter-

ing temperature both in vacuum and in the industrial atmosphere. The chemical composition in metallic elements corresponding to the different constituents present in the micrographs are also included in Fig. 5. One of the singular features of this material, when compared with rest of materials described above, is that no MC carbides were found in the material sintered in vacuum, and MX carbonitrides rich in V where present when the material was sintered in the atmosphere. On the other hand, the M₆C carbides are very similar in morphology, size and chemical composition for specimens sintered both in the atmosphere and in vacuum.

Sintering above the optimum sintering temperature results in the presence of carbides with eutectic morphology, like those shown in Fig. 6, where the chemical composition in metallic elements of the different eutectic carbides found are also summarized. Apart

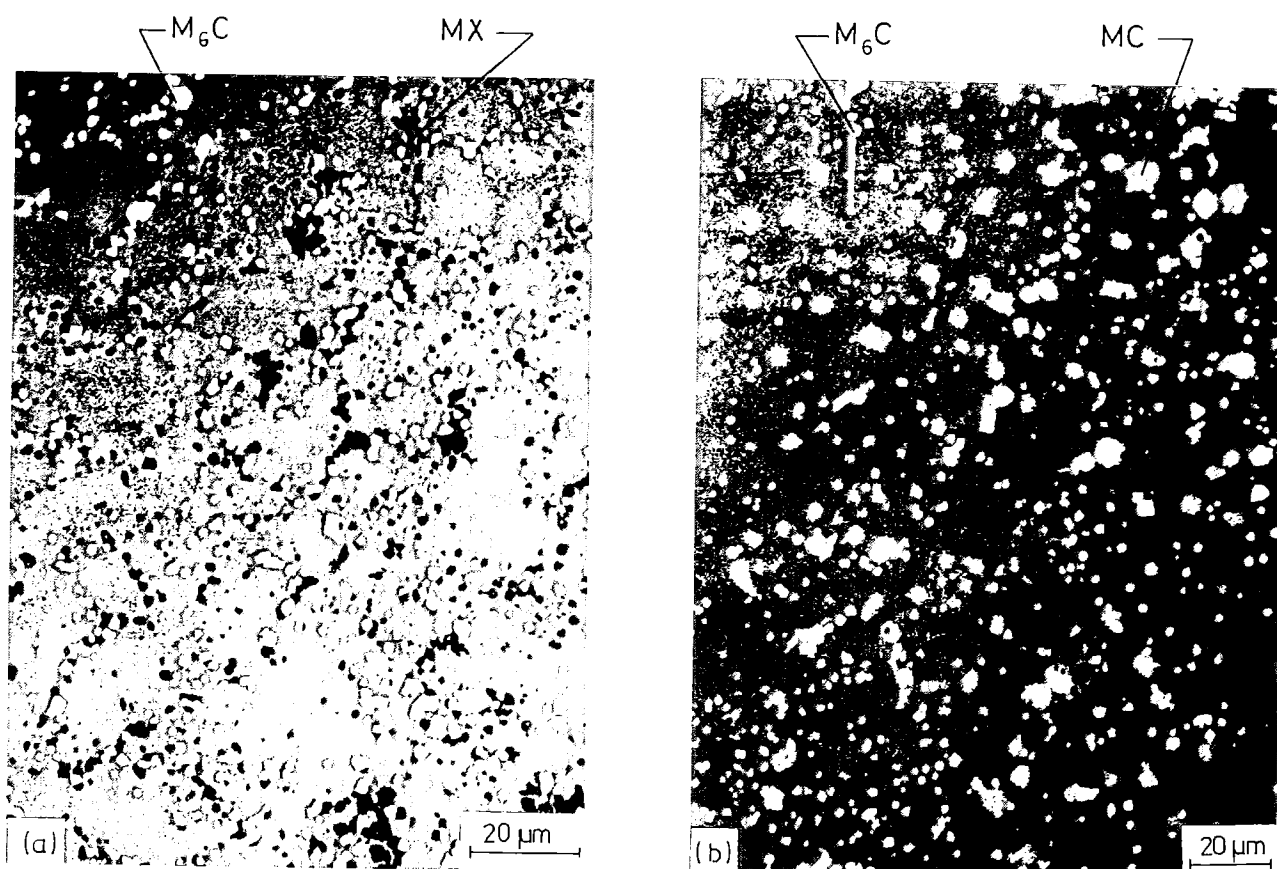


Figure 3 Microstructure of T15 (1.64 C, 0.25 Si, 0.24 Mn, 4.37 Cr, 12.4 W, 0.56 Mo, 4.7 V, 4.99 Co) specimens sintered at the optimum temperature a) in the industrial atmosphere (1225°C) and b) in vacuum (1270°C).

Phase	Atmosphere	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
weight percent							
M ₆ C	vacuum	6.8	3.4	3.0	26.8	1.4	58.7
M ₆ C	N ₂ based	5.8	1.9	2.2	26.4	1.3	62.5
MC	vacuum	5.7	44.7	3.5	2.8	0.0	43.1
MX	N ₂ based	1.3	72	4.4	6.2	0.1	6.2

from the M₆C eutectic carbides, which are very similar in specimens oversintered between 15–40°C both in vacuum and the atmosphere an eutectic carbide rich in Fe and Cr is also observed in materials sintered by both methods for small oversinterings.

4. Discussion

Given the differences in chemical composition of the different steels analysed, it will be convenient for comparisons to transform the composition from weight % to atomic %. Referring first to the carbides, it is worth to emphasize that some precautions must be taken in the microanalysis of small particles, because in this case, the X-ray range can be bigger than the particle and some interference from the matrix can take place, giving a wrong particle analysis. In Table I it is clearly shown the influence of the particle size in chemical analysis obtained by EDX. It is clearly apparent that the bigger the particle size the lower the amount of Fe and Co coming from the matrix interference in the particle analysis.

4.1. M₆C primary carbides

In the case of M₆C carbides, the chemical composition could be analysed with good precision due to the fact that always some massive particle (> 4 μm) was present. Table II summarizes the chemical composition in atomic % of the M₆C primary carbides found in the different steels after sintering at the optimum temperature both in vacuum and in the industrial atmosphere. Although there are punctual differences due to the different chemical steels compositions, adding W + Mo and Fe + Co, results in practically constant values. Although the chemical composition of M₆C carbides are very similar for sintering in the atmosphere and vacuum, there is however a significant difference in the V concentration, being lower in the atmosphere sintered material. This is consequence of the higher concentration in this element found in the MX carbonitrides, as pointed out before. Also in Table I are the chemical composition of M₆C carbides analysed by other authors in T42 and T1 vacuum sintered steels, which result nearly identically to the values found in present work for vacuum

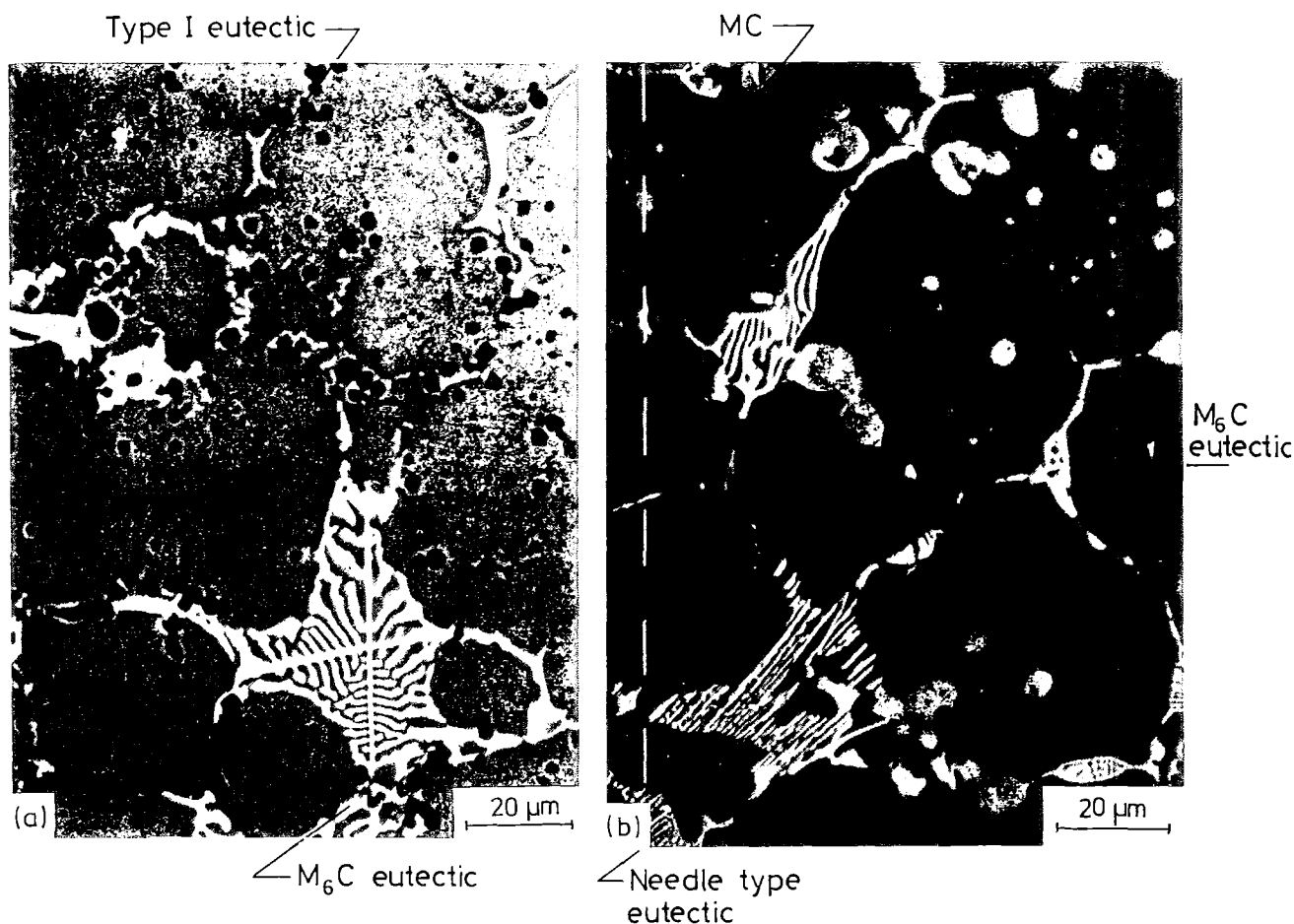


Figure 4 Microstructure of eutectic carbides in oversintered T15 specimens. a) in the industrial atmosphere ($\Delta T = 65^\circ\text{C}$) and b) in vacuum ($\Delta T = 20^\circ\text{C}$).

Eutectic carbide	Atmosphere	Mo	V	Cr weight percent	Fe	Co	W
Type I	vacuum	9.6	11.2	15.0	14.6	0.0	50.0
	N ₂ based	9.4	5.9	18.4	36.1	1.0	29.3
MC	vacuum	3.8	41.6	3.2	7.6	0.1	43.6
M ₆ C	vacuum	7.9	3.3	4.6	28.5	0.7	55.0
	N ₂ based	7.0	2.1	3.5	29.8	1.2	56.4
Needle type	vacuum	9.8	13.1	10.6	12.1	0.0	54.4

sintering. The mean stoichiometric composition of these carbides then results:



4.2. MC primary carbides, MX carbonitrides

Only in steels with a V composition equal or higher than 3 wt% the primary MC carbides were big enough ($> 4 \mu\text{m}$) to be analysed without the matrix interference; on the other hand, vacuum sintered T1 steel did not present MC carbides. The chemical composition of MC carbides for T42 and T15 vacuum sintered are shown in Table III, where it is observed that although the relative amounts of W and Mo are different, due to the different composition of the steels, however adding W + Mo results in a close value in both steels. This has been also observed in several M type

steels [14]. It is also observed that the more important metallic element in this carbide is V and that the Co is not present in the carbide. Similar carbide compositions have been recently reported by Karagöz *et al.* [15].

When the steels are sintered in the industrial atmosphere, containing N₂, the incorporation of nitrogen

TABLE I M₆C carbides composition and size

Size/reference	Mo	V	Cr	Fe (atomic %)	Co	W
This work, gas, 1 μm	6	1	5	72	11	6
This work, gas, 2 μm	13	2	5	55	8	17
This work, vacuum, 4 μm	16	3	4	45	7	25
T42 [3]	13	5	6	46	5	23
T1 STEM [15]	21	5	5	51	-	19

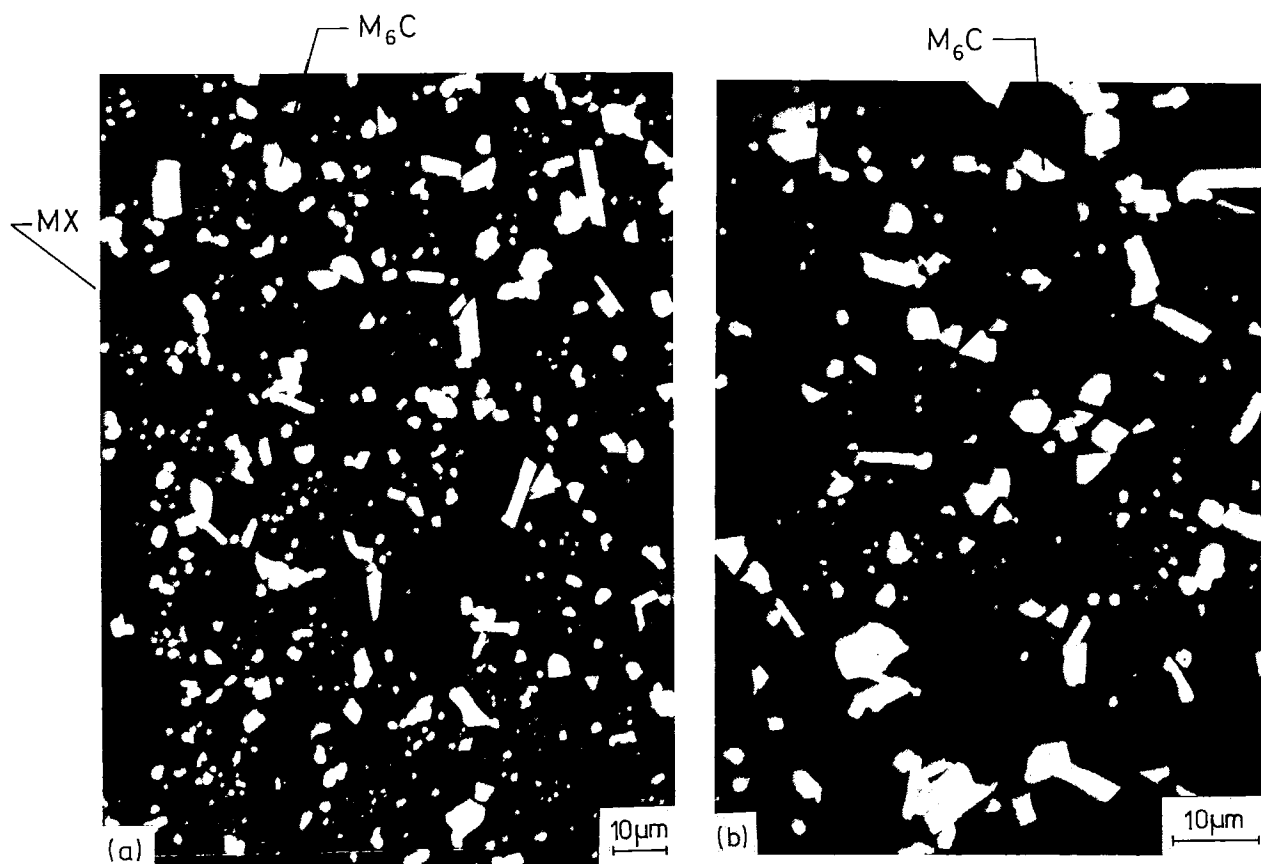


Figure 5 Microstructure of T1 (0.96 C, 0.16 Si, 0.39 Mn, 4.37 Cr, 17.59 W, 0.26 Mo, 1.09 V) specimens sintered at the optimum temperature a) in the industrial atmosphere (1330 °C) and b) in vacuum (1325 °C).

Phase	Atmosphere	Mo	V weight percent	Cr	Fe	W
M ₆ C	vacuum	1.5	1.9	2.5	27.1	67
M ₆ C	N ₂ based	2.4	1.6	2.3	25.5	68
MX	N ₂ based	3.8	70.5	5.8	1.6	18.2

transform the MC carbides in carbonitrides, as reported by Palma *et al.* [7]. This is due to a higher stability of the nitride against the carbide. Table IV summarizes the chemical composition in metallic elements of the carbonitrides present at the different steels analyzed in the present work. Once again the composition is very similar for the different steels and if the results are compared with those of the MC carbide it is observed as an important increase in the amount of V in the MX carbonitrides. Very similar

results have been obtained with several M type high speed steels [14].

4.3. Eutectic carbides

The eutectic carbides type MC and M₆C found in these materials present chemical compositions close to those observed in the primary carbides of the same type, but it is worth emphasizing that MC carbides have not been observed in steels sintered in the indus-

TABLE II M₆C carbides composition

Steel grade	Mo	V	Cr	Fe	Co (atomic %)	W	W + Mo	Fe + Co
<i>Atmosphere: vacuum</i>								
T1	1.7	3.8	5.5	51.1	—	38.3	40	51
T15	6.9	6.5	5.6	47.2	2.3	31.4	38	49
T42	15.0	6.7	5.5	43.6	6.5	22.6	38	50
T6	3.8	5.1	6.4	39.1	8.0	37.6	41	47
<i>Atmosphere: gas 1% methane</i>								
T1	2.7	3.4	4.8	49.2	0.0	39.9	43	49
T15	6.2	3.8	4.4	48.5	2.3	34.9	41	51
T42	15.9	3.1	4.2	44.7	7.0	25.1	41	52
T6	3.0	4.0	5.4	40.6	9.0	38.0	41	50

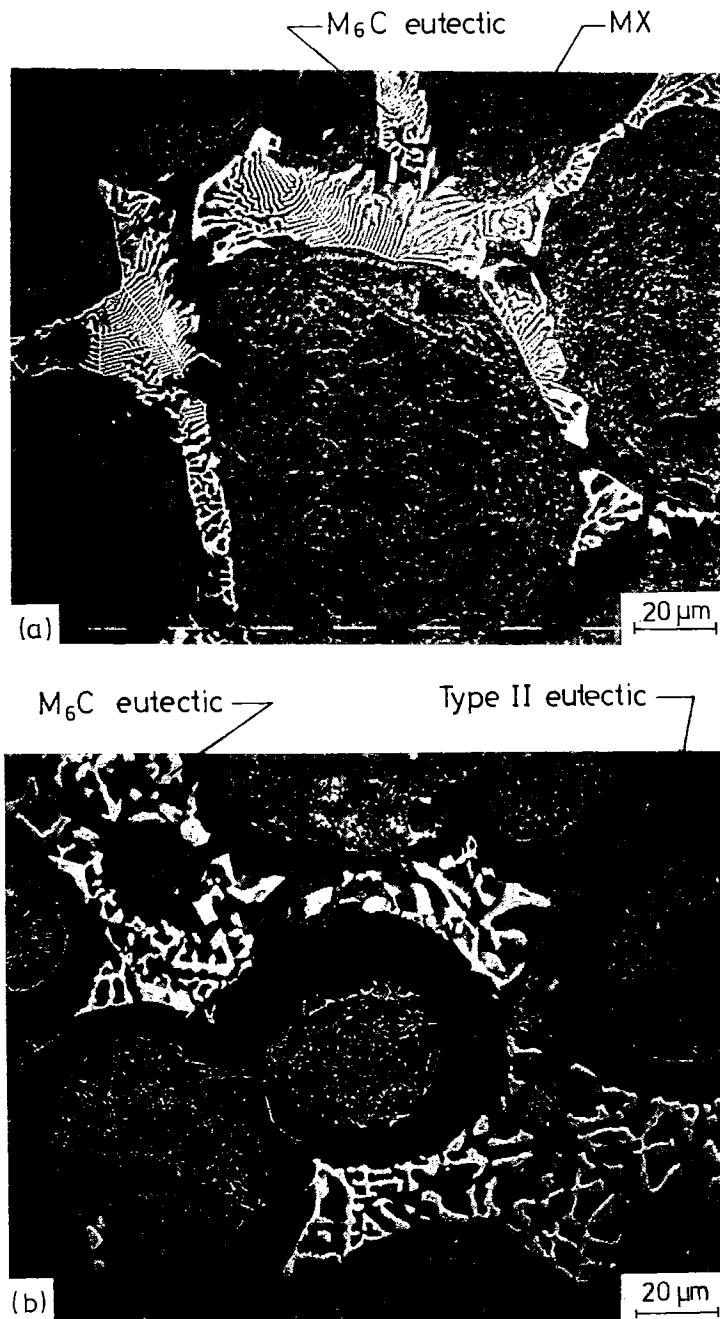


Figure 6 Microstructure of eutectic carbides in oversintered T1 specimens. a) in the industrial atmosphere ($\Delta T = 20^\circ\text{C}$) and b) in vacuum ($\Delta T = 15^\circ\text{C}$).

Eutectic carbide	Atmosphere	Mo	V weight percent	Cr	Fe	W
Type II	vacuum	4.0	10.7	25.2	38.0	22.0
M_6C	vacuum	2.6	2.5	3.3	26.2	65.3
M_6C	N_2 based	12.0	3.4	4.3	28.9	51.4

TABLE III MC carbides composition

Steel grade	Mo	V	Cr	Fe	Co	W	W + Mo
			(atomic %)				
T15	4.6	68.0	5.3	3.9	0.0	18.2	23
T42	11.0	66.8	4.1	3.9	0.1	14.0	25

TABLE IV MX carbonitride composition

Steel grade	atomic %		
	V	W + Mo	Fe + Co
T1	83	8	2
T6	88	2	5
T15	83	6	7
T42	79	6	8

TABLE V Chemical analysis of $M_{23}C_6$

Steel	Particle	Mo	V	Cr	Fe (atomic %)	Co	W	W + Mo	Fe + Co
T15 (this work)	EI	9	19	25	23	0	24	31	23
T15 + N (this work)	EI	7	8	25	47	1	12	19	48
T15 + N $M_{23}C_6$ [21]		2	7	32	52	2	5	7	54
T15 + N C.G. [21]		2	11	27	55	0	5	7	55
T15 + N EI [21]		4	6	25	58	0	6	10	58
T42 (this work)	EI	18	13	24	34	3	9	27	37
T42 + N (this work)	EI	20	10	28	30	1	10	30	31
T42 $M_{23}C_6$ [22]		1	4	54	39	0	2	3	39
T42 C. eut [23]		14	8	18	49	5	6	20	54

trial atmosphere. This seems to be due to the fact that in the industrial atmosphere rich in nitrogen the MC carbides are transformed to MX carbonitrides and the possible transformation on cooling of the liquid to MX and austenite, which happens when MC carbide is formed, disappears or is shifted to much higher temperatures. This type of MC eutectic carbide was neither observed in T1, due to low V content of the steel. The presence of M_6C eutectic carbides both under vacuum and industrial atmosphere seems to define the limit of adequate sintering. The addition of carbon or the introduction of nitrogen through the atmosphere does not affect strongly the temperature at which the first M_6C appears in each steel. But because the addition of carbon – in all cases – and the introduction of nitrogen – in some cases – decrease the optimum sintering temperature, the increase of concentration of both elements in the steel enlarge the sintering “gate”.

The composition and morphology of the needle type eutectic carbide found in the T15 and T42 after important oversinterings in vacuum, is similar (adding W + Mo) to that found for steel M2 [16, 17] and M42 [18] and identified as M_2C . Several works [17, 19, 20] have shown that M_2C carbides are unstable and decompose during the cooling to M_6C and MC. In this work the cooling rate was very high and that could explain why this decomposition did not take place. To confirm this hypothesis, a T15 + 0.2%C sample was cooled slowly in the furnace (20 K h^{-1}) after an oversintering of 25 K. For this oversintering needle shape eutectic carbides were observed after the normal cooling of 250 K min^{-1} . In the metallographic analysis of the specimen after the slow cooling, this kind of needle shape eutectic carbides could not be found, but the coprecipitation of M_6C and MC carbides, indicating the possible transformation on cooling of M_2C to M_6C and MC as indicated by Fredricksson *et al.* [17]. A similar situation has been recently observed by Urrutibeaskoa *et al.* [14] in a M2 high speed steel. This needle type eutectic carbide was not observed in samples oversintered even by 50 K in the industrial atmosphere. It seems that the presence of nitrogen in the specimens sintered under the industrial atmosphere avoids the formation of this eutectic carbide, as has been observed by Steven [19] that by increasing the nitrogen content in M7 and M2 steels the formation of M_2C carbides is difficult.

The eutectic carbide called type I in the present work, found at the optimum sintering temperature and in some case 25 K below the optimum [18], has been also found by other authors in different high speed steels [15, 21, 22]. In Table V are compared the chemical composition of this type of eutectic carbide with other of the same kind found in the literature. This carbide type being rich in Cr and Fe could be of $M_{23}C_6$ type. In Table V are also included the chemical analysis of some $M_{23}C_6$ also reported in the literature, being the composition of this carbide similar to the type I found in the present work.

5. Conclusions

1. After cooling from the optimum sintering temperature in vacuum, primary carbides type M_6C were present in all the steels analysed and MC, although present in T42 and T15, was not found in T1 steel.
2. After sintering in the industrial atmosphere the same M_6C primary carbides are present, but the MC transform to a carbonitride MX of small size.
3. In all steels analysed, after sintering at the optimum temperature, either in the atmosphere or in vacuum, small amounts of an eutectic rich in Cr and Fe has been found.
4. Oversintering under vacuum at progressive higher temperatures produces eutectic carbides type: M_6C , needle shape and MC. These last two carbides are not present when the sintering takes place in the industrial atmosphere.
5. In all steels, sintered at the same medium, the chemical composition of the different type of carbides are the same if W + Mo and Fe + Co are added in atomic %.

References

1. F. L. JAGGER and W. J. C. PRICE, *Powder Metall.* **14** (Suppl. 1) (1971) 407–28.
2. A. S. WRONSKI, L. B. HUSSAIN AL-YASIRI and F. L. JAGGER, *ibid.* **22** (1979) 109–18.
3. C. S. WRIGHT and R. S. IRANI, *J. Mater. Sci.* **19** (1984) 3389–98.
4. C. S. WRIGHT, A. S. WRONSKI and M. M. REBBECK, *Met. Technol.* **11** (1984) 181–8.
5. Internal report, University of Bradford, Engineering Materials Group (1987).
6. Unpublished work, University of Bradford, Engineering Materials Group (1987).

7. R. H. PALMA, V. MARTÍNEZ and J. J. URCOLA, *Powder Metall.* **32** (1989) 291–9.
8. C. S. WRIGHT, *ibid.* **32** (1989) 114–7.
9. R. M. GERMAN, *Int. J. Powder Metall.* **26** (1990) 23–34.
10. R. M. GERMAN, *ibid.* **26** (1990) 35–43.
11. P. MAULIK and W. J. C. PRICE, *ibid.* **30** (1987) 240.
12. P. MAULIK, *Scr. Metall.* **22** (1988) 441.
13. P. MAULIK, *J. Mater. Sci.* **24** (1989) 3463–68.
14. I. URRUTIBEASKOA, R. PALMA, V. MARTÍNEZ and J. J. URCOLA, submitted for publication.
15. S. KARAGÖZ, I. LIEM, E. BISCHOFF and H. L. FISCHMEISTER, *Metall. Trans.* **20A** (1989) 2695–700.
16. M. R. GHOMASHCHI and C. M. SELLARS, *Metals Sc.* **18** (1984) 44–8.
17. H. FREDRIKSSON, M. HILLERT and M. NICA, *Scand. J. Metallurgy* **8** (1979) 115–22.
18. R. PALMA, Ph.D. Thesis, E.S.I.I., San Sebastián (1990).
19. G. STEVEN, J. J. HAUSER, T. A. NEUMEYER and J. M. CAPENOS, *Trans. ASM* **62** (1969) 180–94.
20. K. STILLER, L. E. SVENSSON, P. R. HOWELL, W. RONG, H-O. ANDREN and G. L. DUNLOP, *Acta Metall.* **32** (1984) 1457–67.
21. C. DOMÍNGUEZ, Tesis Master en Metalurgia Mecánica y Física. ESII, San Sebastián (1988).
22. C. S. WRIGHT and R. S. IRANI, *J. Mater. Sci.* **11** (1984) 3389–98.
23. C. KIM, V. BISS and W. F. HOSFORD, *Metall. Trans.* **13A** (1982) 185–91.

*Received 3 July 1990
and accepted 31 January 1991*

AVOIDING GRAIN GROWTH DURING THE SUPERSOLIDUS SINTERING OF HIGH SPEED STEELS

J.I. SAN MARTIN, S.JAUREGI, I.URRUTIBEASKOA, V.MARTÍNEZ, R.PALMA AND J.J.URCOLA

CENTRO DE ESTUDIOS E INVESTIGACIONES TÉCNICAS DE GUIPÚZCOA (CEIT)
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIEROS INDUSTRIALES DE SAN SEBASTIÁN
SAN SEBASTIÁN, (GUIPÚZCOA), BASQUE COUNTRY, SPAIN.

KEY WORDS: High Speed Steel, Grain Size, Supersolidus Sintering,

ABSTRACT

Grain growth during supersolidus sintering of high speed tool steels in vacuum and in an atmosphere composed of $N_2-H_2-CH_4$ has been investigated. An increase of temperature above the optimum for sintering (minimum temperature at which the theoretical density is reached) in vacuum causes a significant increase in the grain size, due to the dissolution of carbides and the increased amount of the liquid phase. On the other hand, oversintering in the $N_2-H_2-CH_4$ atmosphere, although increasing the amount of liquid phase, results in only a small increase in the grain size. This different behaviour can be explained in terms of the formation, by reaction with the atmosphere, of very fine vanadium carbonitrides ($< 1\mu m$), which are very stable and do not dissolve even at high temperatures. This effect, responsible for better mechanical properties of high speed steels oversintered in the $N_2-H_2-CH_4$ atmosphere, in comparison with vacuum, can be explained in terms of the Zener drag exerted by the fine and stable carbonitrides.

INTRODUCTION

It is widely known that oversintering, in vacuum, of high speed steels causes an accelerated austenite grain growth (1), also resulting in the formation of eutectic carbides during cooling (2), with the subsequent impairment of the mechanical properties (3). In recent years investigations carried out at CEIT have shown that this grain growth during oversintering can be avoided when an atmosphere composed of $N_2-H_2-CH_4$ is used (4). In the present work a detailed analysis of the microstructural changes taking place during sintering in this atmosphere, and their effect on grain growth during the oversintering, have been carried out.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

Vacuum annealed, water atomized T42, T15 and Px30 powders were bought from Powdrex Limited, Tonbridge, U.K. The compositions of the powders provided by the manufacturer are given in Table I. Additions of 0.2 weight % of elemental carbon in the form of graphite, 15 μm mean size, were made in some cases.

TABLE I.- Chemical Analyses of As-Received Steel Powders . Weight Percent.

	C	Si	Cr	O (ppm)	Co	V	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	W
PX30	1.33	0.31	4.28	488	8.7	3.32	0.08	0.23	5.14	0.29	0.024	0.015	6.63
T42	1.43	0.28	4.18	478	9.44	2.94	0.10	0.21	3.22	0.12	0.024	0.013	8.89
T15	1.64	0.25	4.37	757	4.99	4.70	0.11	0.24	0.56	0.13	0.023	0.019	12.40

Compacts of 16 mm diameter were cold compacted uniaxially at a pressure of 500 MPa, the walls being lubricated. These compacts were sintered either in a flowing atmosphere composed of 90 volume %N₂-9%H₂-1%CH₄ or in vacuum, better than 5 Pa during the sintering. Density after sintering was normally evaluated through the Archimedes method (5), although for some samples this was calculated using the weight and the geometrical dimensions after grinding the sintered specimen to a cylinder.

Transverse sections were mechanically polished. After etching with 5% Nital these were observed under an optical microscope in order to measure the austenite grain size, using the mean linear intercept length technique. A minimum of 600 grains was measured. The amount of retained austenite was also determined by X-ray diffraction techniques (6). Quantitative metallography techniques were used to measure the volume fraction and the distribution of primary carbides and/or carbonitrides.

RESULTS AND DISCUSSION

The variation of austenite grain size with the deviation of temperature from the optimum for sintering is shown in figure 1 for the three steels with and without the addition of free carbon. It is apparent that for vacuum sintering grain growth results rapidly at temperatures higher than the optimum (positive deviation), but the grain size increases only very slowly above the optimum sintering temperature for gas sintered steels. Grain growth is very similar for the three steels when sintered under the same conditions.

Figure 2(a) shows the microstructure of a specimen vacuum sintered at the optimum temperature. The presence of the products of decomposition of austenite is clearly seen mainly surrounding the primary carbides and inside the original grains of austenite. Some retained austenite is also present. The primary carbides are mainly MC and M₆C. The carbides in the grain boundaries are fundamentally massive type MC (> 4 μm). For atmosphere sintering (figure 2(b)), the incorporation of nitrogen into the steel produces some important modifications to the microstructure. Firstly a significant increase in retained austenite is observed and secondly the MC type carbides change to MX carbonitrides of smaller size, as shown in figure 3.

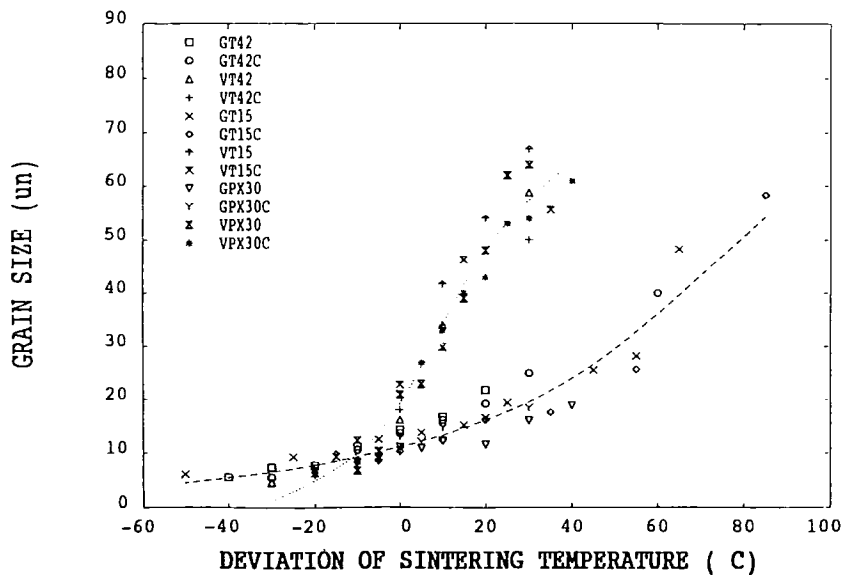


FIGURE 1.- Variation of the grain size with the deviation from the optimum temperature for different sintering atmospheres.

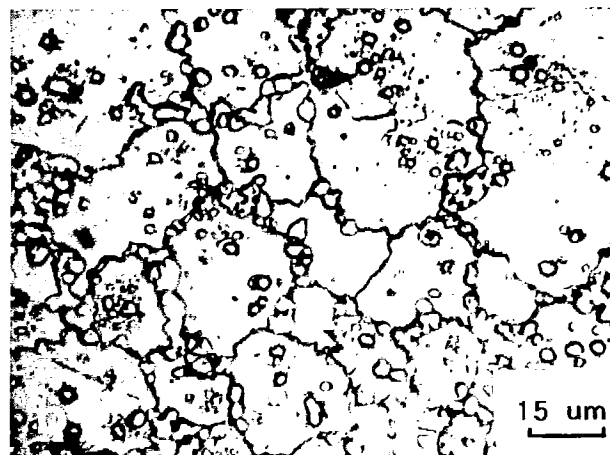
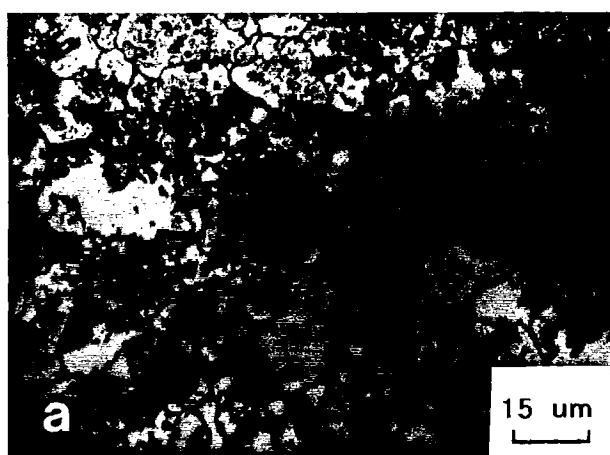


FIGURE 2.- Microstructures fo HSS T15 at optimun densification conditions: (a) vacuum sintering and (b) gas atmosphere sintering

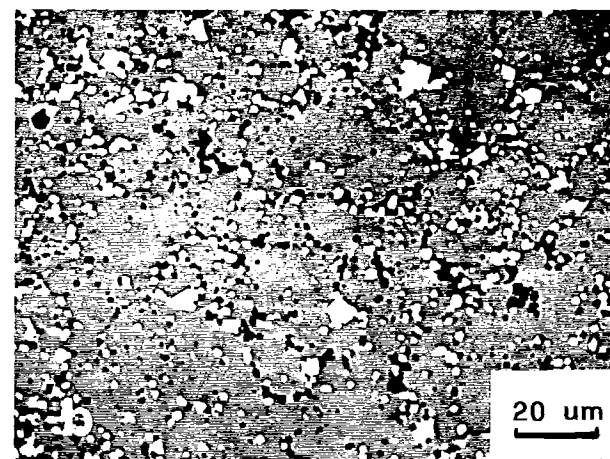
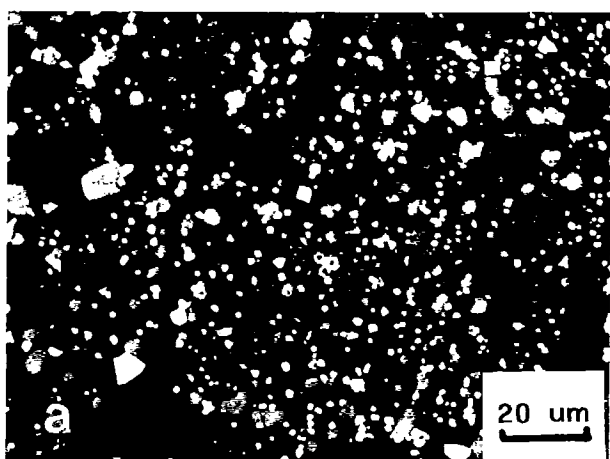


FIGURE 3.- SEM micrographs of the effect of atmosphere on the nature of primary particles at the optimum sintering temperature on T15 steel: (a) vacuum sintering and (b) gas atmosphere sintering

Chemical analyses of dispersed particles have shown that the use of the gas mixture during sintering, instead of vacuum (both in samples with and without carbon addition) produces differences in chemical composition of MX type particles, while the chemical composition of M_6C type particles remains similar in all cases.

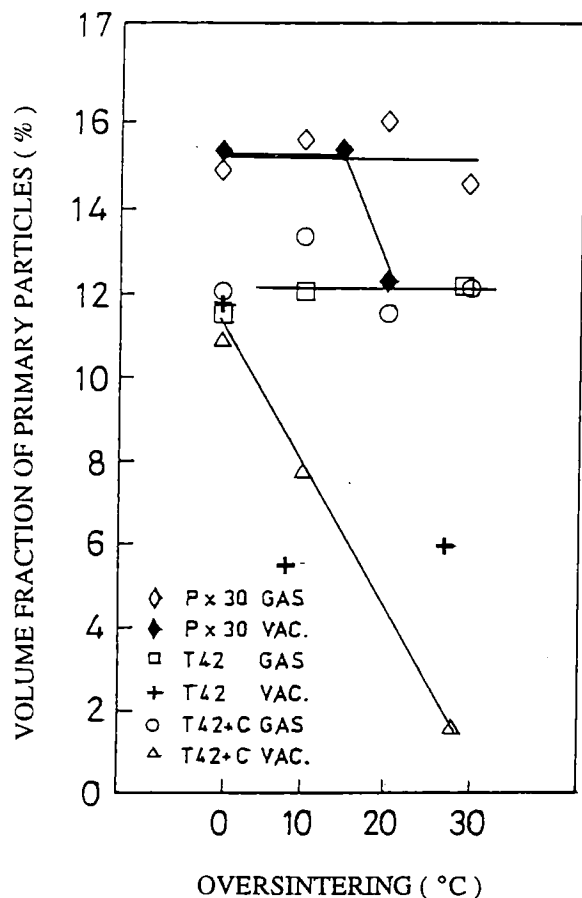


FIGURE 4.- Evolution of the volume fraction of primary particles with sintering temperature

Figure 4 shows the evolution of the volume fraction of primary particles with sintering temperature. It is apparent that although the volume fraction for gas sintered samples remains approximately constant, for vacuum sintered samples the total amount of primary carbides decreases with oversintering, due to dissolution and a subsequent formation of eutectic carbides during cooling. The volume fraction of each particle type in gas sintered samples, with and without carbon addition, was approximately constant in the evaluated temperature range, from the optimum up to 30 °C above it: the mean values were 3.7% for MX and 8.5% for M₆C for T42 steel. Particle distribution analysis has shown that MX carbonitrides were very resistant to coarsening resulting in a mean particle size of 1 μm at the optimum temperature and 1.3 μm at 30 °C above it; no particles larger than 3.5 μm were found.

Figure 5 shows particle size distribution histograms for specimens sintered at the optimum sintering temperature. The MX particle distribution of gas sintered samples is narrower and more concentrated at finer sizes than that corresponding to vacuum sintering. On the other hand, M₆C particle distribution is similar for both sintering techniques.

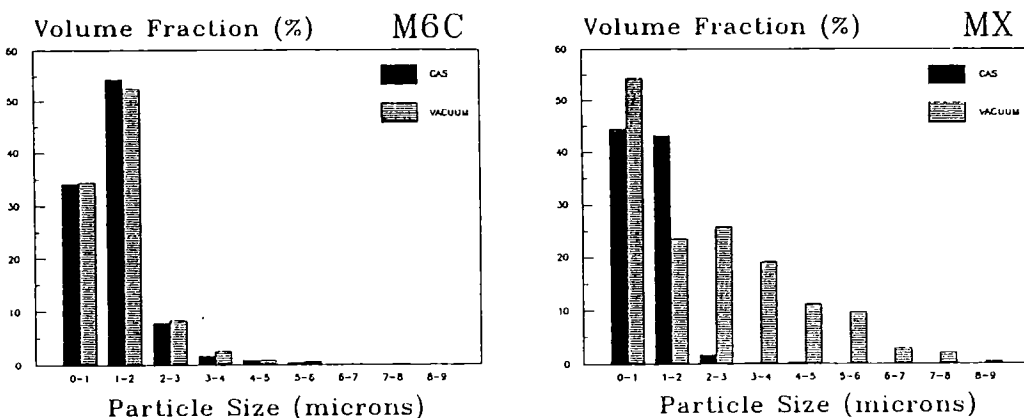


FIGURE 5.- Particle size histograms for specimens sintered at the optimum sintering temperature

Table II summarizes the quantitative values of microstructural features such as: austenite grain size, volume fraction of retained austenite and % volume fraction and size for MX particles and M₆C carbides at the optimum sintering temperature.

The presence of these MX carbonitrides, which do not dissolve at high temperature (see figure 3), can explain why grain growth is only marginal for oversintering in the gas atmosphere. Using the expression proposed by Zener for the relation between the limiting grain size (D) and the size (d) and volume fraction (f) of second phase dispersion:

$$D = 4d/3f$$

and taking the data of Table II referring to volume fraction and mean size of carbonitrides and working out a weighted mean value:

$$d = (d_{MX}.f_{MX} + d_{M_6C}.f_{M_6C})/(f_{MX} + f_{M_6C})$$

the limiting grain sizes shown in Table II were calculated. If the confidence limits of the experimental results of volume fraction and particle size are taken into account, confidence limits around $\pm 20\%$ are obtained. It is worth emphasizing that the grain size values calculated from the Zener equation for the different steels at the optimum sintering temperature both in the gas atmosphere and the vacuum agree very well with the grain sizes observed experimentally.

TABLE II.- Quantitative values of the microstructural features of sintered samples.

Steel	Atmosphere	Grain Size (μm)	MX Volume fraction (%)	MX Size (μm)	M ₆ C Volume fraction (%)	M ₆ C Size (μm)	Limiting grain size (μm)
T42	Vacuum	16.8	5.4	1.6	6.3	1.39	17.0
T42	N ₂ -H ₂ -CH ₄	14.3	3.8	0.96	7.7	1.35	14.0
T42+0,2%C	Vacuum	17.6	6.5	1.6	4.4	1.39	18.5
T42+0,2%C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	13.4	3.8	0.96	8.3	1.35	13.5
T15	Vacuum	13.2	6.6	2.8	6.2	1.9	24.6
T15	N ₂ -H ₂ -CH ₄	13.3	7.4	1.4	10.9	1.6	11.1
T15+0,2%C	Vacuum	26.9	8.5	3.1	6.0	2.0	24.3
T15+0,2%C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	10.4	8.5	1.4	13.2	1.8	10.1
PX30S	Vacuum	40	2.3	3.4	7.9	1.65	26.7
PX30S	N ₂ -H ₂ -CH ₄	15.4	2.6	1.05	6.0	1.7	22.7
PX30S+0,2%C	Vacuum	38	5.4	1.7	6.0	1.66	19.6
PX30S+0,2%C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	12.9	4.8	0.83	11.0	1.48	10.8
PX30	Vacuum	21	7.1	3.1	8.5	1.34	18.5
PX30	N ₂ -H ₂ -CH ₄	11.3	5.0	1.1	10.0	1.33	11.2
PX30+0,2%C	Vacuum	19.5	6.7	3.6	6.74	1.47	25.2
PX30+0,2%C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	10.5	5.3	0.84	10.3	1.12	8.8
M 3/2+1%Co	Vacuum	37.2	-	-	11.0	2.3	27.8
M 3/2+1%Co	N ₂ -H ₂ -CH ₄	17.6	5.0	1.1	8.1	1.6	14.3
M 3/2+2%Co	N ₂ -H ₂ -CH ₄	19.2	4.5	1.0	5.2	1.8	19.6
M 35+0,2%C	Vacuum	18	-	-	10.0	1.3	17.3
M 35+1%Co	Vacuum	45	-	-	7.2	1.9	35.2
M 35	N ₂ -H ₂ -CH ₄	18	4.7	0.9	10.0	1.5	11.9
M 35+0,2%C	N ₂ -H ₂ -CH ₄	15	6.3	0.8	11.0	1.5	9.6
M 35+1%Co	N ₂ -H ₂ -CH ₄	17.3	3.1	1.0	8.5	1.4	14.9

Referring now to oversintering, it is observed in figure 4 that even for 30°C oversintering in the gas atmosphere, for steels T42 and Px30, the total amount of primary particles remains constant. Taking into account also that the size of MX particles is nearly the same and that only a small increase in size for M₆C is produced, a similar or slightly larger grain size is predicted, which is in agreement with experimental observation for gas sintering. For T42, an oversintering of 60°C produces a significant dissolution and growth of M₆C carbides, but the MX carbonitrides remain and 3.8% of 1µm MX carbonitrides predicts a limiting grain size of 35µm, in close agreement with the 40µm found experimentally. For oversintering in vacuum, for T42, as shown in figure 4, 10°C oversintering decreases the amount of primary carbides to around 6-8% which with a mean value of 1.5µm for the mean particle size, predicts values of limiting grain size of 26-33 µm, in close agreement with the 34 µm found experimentally. For 30°C oversintering in vacuum for the same steel, volume fraction 2-6% of primary (non eutectic) carbides are found, predicting values of 33-100 µm, the observed values being 50-60 µm. For oversintered Px30, the Zener equation predicts smaller values than those observed experimentally. This could be due to the fact that, although less M₆C carbides are dissolved for the same amount of oversintering, as shown in figure 4, the carbides observed are more clustered, which explains why they are less effective in preventing grain growth.

CONCLUSIONS

1. Oversintering of several high speed steels in a gas atmosphere composed of N₂-H₂-CH₄ results in only small increases in grain sizes in contrast with the significant increases observed for vacuum sintering.

2. This difference in behaviour can be explained in terms of the Zener drag exerted by fine and stable carbonitrides present after gas sintering, which do not dissolve even at high temperatures.

3. Significant levels of oversintering are therefore allowable, without impairing the mechanical properties of the sintered components produced in the gas atmosphere, this effect having important industrial relevance.

REFERENCES

1. I. Urrutibeaskoa, R. Palma, V. Martínez, J. J. Urcola. Powder Metall, 1990, vol. 33, 4, 305-312.
2. H. Fredriksson, M. Hillert, M. Nica. Scand. J. Metall, 1979, 8, 115-122.
3. V. Martínez. Ph. D. Thesis, ESII, San Sebastián, Basque Country, Spain, 1990.
4. R. Palma. Ph. D. Thesis, ESII, San Sebastián, Basque Country, Spain, 1990.
5. Swedish Standards Institution. Powder Metallurgy MNC Handbook 6E, 1978.
6. R. L. Miller. Trans. ASM. 1964, pp 892.



The Institute of Metals

1 Carlton House Terrace
London SW1Y 5DB
Telephone: 071-839 4071 Telex: 8814813
Facsimile: 071-839 2078
Patron: HM The Queen
Secretary: Dr J A Catterall

Publishing & Editorial

8 October 1991

Ref : MC/YRS/PM 566

Dr J J Urcola
CEIT
Centrto Tutelado del Gobierno Vasco
Po Manuel de Lardizabal, 15
Apartado 1.555-20009
San Sebastian
ESPAÑA

Dear Dr Urcola,

**SINTERING BEHAVIOUR OF A GRADE M WATER ATOMIZED HIGH SPEED
STEEL POWDERS UNDER VACUUM AND AN ATMOSPHERE RICH IN NITROGEN**

I acknowledge with thanks receipt of the above paper which you have submitted to us for publication in Powder Metallurgy. We shall be in touch again as soon as we have received referees' reports.

Best regards.

Yours sincerely,

Mary Chim
MANAGING EDITOR

**SINTERING BEHAVIOUR OF A GRADE M WATER ATOMIZED HIGH
SPEED STEEL POWDERS UNDER VACUUM AND
AN ATMOSPHERE RICH IN NITROGEN**

I. Urrutibeaskoa and J.J. Urcola

**Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa -CEIT-
Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián**

Pº Manuel de Lardizabal, 15 - 20009 SAN SEBASTIAN (Pais Vasco) SPAIN

*The sintering behaviour of a grade M (Px30) * water atomized high speed steel powders under vacuum and a $N_2-H_2-CH_4$ atmosphere is analysed. Sintering under gas mixture allows high densities (99-100% T.D.) to be obtained at temperatures 30K to 45K lower than for vacuum sintering the same steel.*

Chemical analysis of gas sintered specimens has shown that a high amount of nitrogen is absorbed during atmosphere sintering (0.45-0.75%).

Although MC and M_6C primary particles are observed during vacuum sintering, in gas sintering the MC carbides change to MX carbonitrides. These particles are very fine (1 μm) and very resistant to coarsening during oversintering. The presence of these carbonitrides difficult the grain growth at and above the optimum sintering temperature.

Sintering in the gas atmosphere allows important oversintering to be reached (40K) without the formation of eutectic films or an excessive grain growth.

(*) Steel with composition similar to ASP 30

INTRODUCTION

Work carried out in the last two decades on the sintering of high speed steel powders has allowed obtaining high density components with near net shapes. One of these routes is direct sintering, consisting of cold compaction of annealed water atomized powders and subsequent vacuum sintering to full density. This technique has been successfully applied to T1(1), M2(1), T6(2), T42(3,4), T15(5) and M42(6).

In many cases to compensate for the loss of carbon due to its reaction with the oxygen present at the surface of the powders, some elemental carbon is added to the prealloyed powders before sintering(7-9). Such addition results also in an acceleration of the sintering kinetics, explained by some authors by the effect of carbon reducing the steel solidus temperature (10). More recently Wright (11) has proposed that the sintering mechanism in this type of steels is "supersolidus".

Previous work in CEIT has proposed an alternative route to the vacuum sintering, reaching theoretical densities by sintering in a flowing atmosphere of $N_2-H_2-CH_4$. Work has been performed on M2(12), T15(13), T42(14), T6(15) and M42(16).

In two recent papers, one on T42(17) and the other on T15 and M2(18), a consistent decrease in the optimum atmosphere sintering temperature compared with vacuum for T grades has been reported, but the optimum atmosphere sintering temperature was slightly higher than that found during vacuum sintering for M2(18). During atmosphere sintering a finer microstructure is normally also produced due to the substitution of massive MC carbides by MX fine and coarsening resistant carbonitrides. It is also reported that for the T grades oversintering by up to 40K in the gas atmosphere does not significantly modify the microstructure and continuous films of eutectic are not observed, but a continuous film of eutectic is observed even for the optimum atmosphere sintering temperature for M2.

Fracture toughness tests performed on these T grade steels gas sintered(16,19-21), quenched and tempered have shown K_{Ic} values similar to vacuum sintered high speed steels.

In the present work the vacuum sintering behaviours of two Px30 steels, one of them rich in sulphur(Px30S free-machining grade), are compared with sintering in the gas mixture $N_2-H_2-CH_4$ to see if sintering in an atmosphere rich in nitrogen has also effect on M grade high speed steels, other than M2. The effect of an addition of 0.2% elemental carbon to these two steels is also studied. After sintering, the carbon, oxygen and nitrogen content are analyzed together with the microstructure characterized by the austenite content, initial grain size and the composition, size and volume fraction of the primary carbides. Sintering in the gas atmosphere will allow cost saving due to the low temperature sintering, and improvement in microstructure, mechanical properties and performance in service and offers the prospect of significant competitive advantage to manufacturers of tool and wear parts.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

Vacuum annealed, water atomized Px30 and Px30S powders were bought from Powdrex Limited, Tonbridge, U.K. The composition and sieve analysis of the powders provided by the manufacturer are given in Tables I and II respectively. Additions of 0.2 weight % of elemental carbon in the form of graphite, 15 μm mean size, were made and appropriate amounts of dry powders and graphite mixed for a period of 4 hours.

Compacts of 16 mm diameter, weighing 4 g were cold compacted uniaxially at a pressure of 500 MPa, the walls being lubricated. This resulted in a green density of 5.4×10^3 and 5.6×10^3 kgm^{-3} for the Px30 and Px30S steels respectively. These values are equivalent to 65.9% TD for Px30 and 68.3% TD for Px30S. The compacts were sintered either in a flowing atmosphere composed of 90% volume $N_2-9\%H_2-1\%CH_4$ or in vacuum. In this second case the vacuum was

better than 5 Pa during the sintering. In all cases the samples were heated to the sintering temperature at a mean rate of 50K/min and soaked for 60 min. Specimens were then cooled at a rate of 250K/min corresponding approximately to air cooling. Density after sintering was normally evaluated through the Archimedes method (22) although for some samples this was calculated using the weight and the geometrical dimensions after grinding the sintered specimen to a cylinder. Specimens of 20 g were used for carbon analysis using a Strohlein C.S. Universal apparatus. Nitrogen and oxygen were analyzed in a Leco, DC-136 model.

Transverse sections were mechanically polished. After etching with 5% Nital these were observed with an optical microscope so as to measure the austenite grain size, using the mean linear intercept length technique. A minimum of 600 grains were measured. Specimens in the as-polished (with 1 μm diamond) and some in the etched(with a solution composed by 45cc of Nital, 45 cc of Picral and 5cc of HCl) conditions were observed in a 501B Philips Scanning Electron Microscope fitted with an EDAX 9100 energy dispersive X-ray system, in order to analyze the composition of the different phases. Micrographs were taken at high magnification in order to obtain the carbide distribution and volume fraction. In each case a minimum of 600 particles of each type of carbide (MC and M_6C) and carbonitride were analysed. These were easily distinguished by atomic number contrast, the M_6C , which is fundamentally formed of W and/or Mo, being more brilliant than the MC with a significant V content and this last brighter than the MX even richer in V. The amount of retained austenite was also determined by X-ray diffraction techniques (23).

RESULTS

Figs. 1 and 2 summarize the densification results for Px30 and Px30S steels respectively with and without the addition of 0.2% C during the sintering under the 90% N_2 , 9% H_2 and 1% CH_4 and vacuum. Table III summarizes the C, N and O analysis, the densities and the temperatures at which the optimum densification is reached (ie, the minimum temperature at which a density higher than 99% T.D. is

achieved).

The addition of 0.2% elemental carbon (producing an increase in the carbon content of the compacts in both steels) activates the sintering process and the optimum densification is reached at lower temperatures, 10K and 15K for vacuum sintering in Px30 and Px30S steels respectively and 30K and 20K for Px30 and Px30S steels respectively during sintering in the gas atmosphere.

An important increase in the amount of N in the gas sintered samples is observed with values ranging from 0.71-0.76% for Px30 steel to 0.44-0.45% for Px30S steel. These values are around two orders of magnitude higher than in the vacuum sintered samples, 0.012 for Px30 steel and 0.007-0.008 for Px30S steel. This increase in the concentration of N has in both steels an important effect by decreasing the optimum sintering temperatures: 50K and 30K for Px30 steel with and without 0.2% carbon addition respectively and 30K and 25K for Px30S steel with and without carbon addition respectively.

Small decreases in the carbon content are generally observed after sintering, being vacuum sintering more efficient than gas sintering in decreasing the original concentration of oxygen.

Figs.3 a and b show the microstructures of specimens sintered at the optimum temperature for Px30 and Px30+0.2%C respectively, vacuum sintered. The presence of products of the decomposition of austenite are clearly apparent mainly surrounding the primary carbides and inside the original grains of austenite. Some amount of retained austenite is also present. The primary carbides are mainly MC and M_6C . The carbides present in the grain boundaries are fundamentally type massive MC ($> 4 \mu\text{m}$). For atmosphere sintering (Figs. 3 c and d), the incorporation of nitrogen to the steel, as shown in Table III, produces some important modification in the microstructure. In first place a significant increase in retained austenite is observed and in second place the type MC carbides change to MX carbonitrides of smaller size, as shown in Figs.3 c and d. It is also clearly apparent the refining of the austenitic grain sizes in the specimens sintered in the

gas atmosphere (see Table IV for quantitative values). A small amount of eutectic is observed for all the specimens sintered at the optimum temperature.

The microstructures for Px30S and Px30S + 0.2%C vacuum and gas atmosphere sintered are very similar to the equivalent for Px30, the only difference between the two materials being the presence of big manganese sulfide inclusions (10 μm) for Px30S, as shown in Fig.4. The manganese sulfide chemical composition, obtained by EDS, resulted in 35%S, 2%V, 10%Cr, 50%Mn and 3%Fe.

Table IV summarizes the values of the microstructural features such as: austenite grain size and the volume fraction of MX particles and M_6C carbides at the optimum sintering temperature. For both materials the big round and grey MC carbides, rich in V, observed at the vacuum sintered specimens, are substituted by the small black and square MX carbonitrides, even richer in V than the MC. In all the four micrographs the bright M_6C carbides, rich in W or/and Mo, present similar geometric forms. In Fig. 4 the manganese sulfide particles are also clearly apparent. Table V summarizes the mean chemical composition of primary particles type MX and M_6C .

The variation of austenite grain size with the deviation of temperature from the optimum sintering temperature is observed in Figs. 5 a and b for both steels with and without the addition of free carbon. It is clearly apparent that for vacuum sintering the grain growth results very fast at temperatures higher than the optimum (positive deviation), but the grain size increases only very slowly above the optimum sintering temperature for gas sintered steels. Grain growth is very similar for both steels when sintered under the same conditions.

Chemical analysis of dispersed particles has shown that only the use of the gas mixture during sintering instead of vacuum, in both steels and in samples with and without carbon addition, produces differences in chemical composition of MX type particles. Table V also shows that MX particles found in Px30 steel are richer in V than those found in Px30S steel, being the M_6C type particles of similar

composition in all cases. Particle distribution analysis has shown that MX carbonitrides are very resistant to coarsening, resulting in a mean particle size of about 1 μm at the optimum sintering temperature. Figs. 6 and 7 show particle size distribution histograms for Px30 and Px30S respectively, sintered at the gas atmosphere and vacuum at the optimum sintering temperature. Figs. 6a and 7a show clearly that the MX particle distribution of gas sintered samples is narrower and more concentrated at the low values than that corresponding to vacuum sintering. On the other hand in Figs. 6b and 7b is clearly apparent that the M_6C particle distribution is similar for both gas and vacuum sintering.

The sintering atmosphere has an important influence on the amount of oversintering necessary for the appearance of a continuous eutectic phase at the austenitic grain boundaries. In Table VI are summarized the minimum sintering temperatures at which some amount of any (type I, M_6C , MC or needle type) eutectic carbide was observed for the different composition and sintering atmospheres. It is worth emphasizing that the type I carbide was detected in Px30 and Px30S specimens sintered in the gas atmosphere at 5-10K below the optimum sintering temperature, but MC type eutectic carbides are not present in eutectic form in gas atmosphere sintering. On the other hand M_6C eutectic carbide is present in vacuum sintered specimens for smaller oversinterings than for gas sintering.

In Table VII are included the chemical composition of four eutectic carbides types found in the present work:

- Type I: appearing in very small amounts below or near the optimum sintering temperatures; rich in Fe, Cr and Mo or W.
- M_6C : similar in contrast and composition to primary M_6C carbide. It appears in general in oversintered specimens.
- MC : similar in contrast and composition to the primary carbide MC . It appears only for oversintering in vacuum.

- Needle type: observed only at highly oversintered specimens both for vacuum and gas sintering.

Figs. 8 a and b show typical SEM micrographs of several eutectic carbides present in vacuum oversintered Px30 steel and in gas atmosphere oversintered Px30S steel. The different eutectic carbides are marked in the micrograph.

DISCUSSION

Densification Kinetics

The nitrogen analysis results for specimens sintered using the gas mixture show clearly that this element diffused into the steel. In this case also the uniformity of microstructures between the specimen periphery and the center would indicate, as proposed in previous papers for T42(17) and T15 and M2(18) steels, that nitriding is taking place during the heating up of the specimens or/and at the beginning of sintering. It is worth emphasizing that the amount of nitrogen absorbed by steel Px30 (0.71-0.76%) is clearly higher than that absorbed by steel Px30S (0.44-0.45%); if in addition to this values those recently reported: (17) for steel T42 (0.41-0.48%), (18) for steel M2 (0.34-0.38%) and for steel T15 (0.72-0.78) are taken into account, it is clear that the amount of absorbed nitrogen is higher the higher the vanadium concentration in the steel (3.32 %V for Px30, 2.92%V for Px30S, 4.7% V for T15, 1.86%V for M2 and 2.91% V for T42). This effect, which is related with the formation of vanadium carbonitrides, has also been found in other high speed steels(24) and is the base of a recent patent (25).

At first approximation the carbon in MC would be substituted by nitrogen, giving carbonitrides. The carbon rejected due to the substitution by

nitrogen in MX, would have opportunity to form more M_6C (that is for instance the case in steel Px30 and Px30S + 0.2%C, see Table IV) or to be free in the austenite; in this second case the amount of retained austenite after cooling would increase (that is for instance the case in both steels).

In Fig. 9, the optimum sintering temperatures as a function of the carbon content (in weight %) and nitrogen -relative to the carbon in an atomic relationship 12/14(%N)- after sintering are represented and compared with other optimum sintering temperature data and the solidus line for M2 high speed steel. It is observed that the decrease of the optimum sintering temperature with the increase in carbon content ranges from -50 K/%C to -88 K/%C for vacuum sintering and -125 K/%C to -143 K/%C for gas sintering, indicating a synergetic effect of the nitrogen rich atmosphere with the carbon addition. This effect has also been observed in other high speed steels (17,18). In Fig 9 the actual experimental results can be fitted to lines of slope -67 and -78K/%C for Px30 and Px30S respectively. The solidus line for M2 is also represented in the figure and it is clearly apparent that the slope of the solidus line is similar to the slope for the optimum sintering temperature. It is worth emphasizing that the optimum sintering temperatures are above the solidus line, which could indicate that the densification in the present material takes place also by a supersolidus mechanism, as admitted by other authors (11,17) for the densification of high speed steels. In the present case perhaps the shift between the M2 solidus line and the optimum sintering temperature is too big, but this could be due to the presence of Co in these M grade steels, which has an effect of increasing the optimum sintering temperature when added to steel M3/2, as has been observed recently (26). The nitrogen effect decreasing the optimum sintering temperature, seems to be very similar to that of the carbon on an atomic basis -it is worth emphasizing that direct nitrogen addition to carbon assumes a total substitution of carbon by nitrogen-. This could indicate that the nitrogen has the same effect than the carbon decreasing the solidus temperature, or that the combination of the nitrogen with the vanadium of the MC carbides lets carbon available to decrease the solidus temperature. The experimentally found effect of nitrogen decreasing the optimum sintering temperature is between -40K/%N (40-43 for Px30) and -70 K/%N (56-70 for Px30S), being similar to the values observed for T15 steel of -60-70K/%N

(18). These values would give a value of $-47-82 \text{ K}/\%C$, taking into account the atomic relationship of carbon to nitrogen (12/14) and are very close to the solidus line slope. It is worth emphasizing that for this M grade high speed steel a direct substitution, in atomic terms, of carbon by nitrogen gives slopes of the optimum sintering temperature close to the slope of the solidus line. This contrasts with the results of T42 (17) and T15 (18) steels, in which the slope of the solidus line is obtained when 1%at N is equivalent to 0.5%at C, as shown in a recent paper (18).

It is worth emphasizing that also in this materials in the case of atmosphere sintering, where an important increase in nitrogen is observed a model based on supersolidus sintering, assuming an equivalence between nitrogen and carbon in atomic percentage, would explain the experimental results. On the other hand, it is clear apparent that sintering in a gas atmosphere rich in nitrogen decreases the optimum sintering temperature also in this M grade high speed steel in the same way that for the T grade steels (17,18), being these results in contrast with those found for a M2 steel (18).

On the other hand, the influence of carbon and nitrogen on the minimum temperature for the appearance of the continuous film of eutectic carbide (in all cases M_6C carbide) at the grain boundaries, is shown also in Fig. 9. It is clearly apparent that the slope of the line for the appearance of the eutectic carbide presents a slope smaller than the corresponding to the optimum sintering temperature. This figure explains clearly why increasing the amount of carbon or/and nitrogen, this last by sintering in the gas atmosphere broadens the sintering range or the sintering gate.

Precipitates: Effect on Austenite Grain Growth.

As pointed out before, sintering in nitrogen rich atmosphere produces the transformation of MC carbides present in vacuum sintering to MX carbonitrides. This transformation has been confirmed using WDS micronalysis, as described elsewhere (17) and also using X-Ray diffraction techniques (24), but also, as shown

in Table V the carbonitrides are richer in Vanadium than than the corresponding carbides. This has also been observed in other high speed steels sintered in nitrogen atmospheres (17,18). It is worth emphasising that the MX carbonitrides in gas sintered specimens present a mean particle size smaller than 1 μm , while MC carbides after vacuum sintering have mean sizes between 3 and 4 μm , except for Px30S +0.2%C with a mean size of around 2 μm . The presence of these fine carbonitrides, rich in vanadium, has been reported by other authors both after direct sintering in a nitrogen rich atmosphere (17,18) and after nitrogenation and hipping (27). The presence of these carbonitrides, which are not dissolved at high temperatures, can explain the features observed in Figs 5a and 5b. In these figures is shown the austenite grain size evolution as a function of the deviation from optimum sintering temperature. For both steels, with a substantial amount of MX carbonitrides for atmosphere sintering (see Table IV), oversintering has only a minor effect in grain growth, while in vacuum sintering oversintering produces fast austenite grain size growth. No appreciable effect has been found for carbon addition. Using the expression of Zener (28) for the relation between the limiting grain size (d) and the size (r) and volume fraction (f) of second phase dispersion:

$$d = 4r/3f$$

and using the data of Table IV referring to volume fraction and size of dispersed particles the values, summarized in Table VIII for the limiting grain size at the optimum sintering temperature are obtained. As shown in the table, in which also the experimental values are given, the values proposed by the Zener equation are around a half the values experimentally observed for Px30 steel; the same proportion is also observed for Px30S steel gas sintered, but the experimental values are around three times bigger than those proposed by the Zener expression for vacuum sintering. The important increment in the grain size taking place in vacuum sintering (Fig. 5) is essentially due to a decrease in the volume fraction of M_6C carbides with oversintering. These effect has also been reported for a T42 steel (17). The finer particles and the maintenance of the volume fraction of the carbonitrides with oversintering in the atmosphere sintered specimens explain the small increase in grain size with oversintering (see Fig. 5).

Chemical composition of primary carbides and carbonitrides.

The chemical composition of MC and M_6C type carbides found in the present work following vacuum sintering are very close to those found by other authors for similar materials (17,18,29-31). M_6C carbide composition can be adjusted to a chemical composition $(Fe,Co)_3(W,Mo)_{2.5}(V,Cr)_{0.5}C$ independently of the steel chemical composition or the sintering atmosphere. On the other hand, in MC carbides, present only for vacuum sintering, the amounts of W plus Mo in atomic percent is constant and about 22-25%, being also nearly constant, around 67% the atomic percent of V. Carbides with similar composition have been found by other authors (17,18,29-31). During atmosphere sintering, as pointed before, the MC carbides are transformed in MX carbonitrides, which contain a much higher concentration of Vanadium, around 78% at, and decreasing the concentration of W+Mo to values around 7% at. When an important amount of MC is transformed to MX, for instance in Px30 steel, the rejection of W and/or Mo allows the precipitation of additional M_6C carbides, as shown clearly in Table IV. These results agrees with those found in a T42 (17) and in a T15 (18) steel sintered in a gas atmosphere rich in nitrogen, reported recently.

Eutectic carbides.

The eutectic carbides type M_6C and MC found in these materials present chemical compositions close to those observed in the primary carbides of the same type, but it is worth to emphasize that MC carbides have not been observed in steels sintered in the industrial atmosphere. This seems to be due to the fact that in the industrial atmosphere rich in nitrogen the MC carbides are transformed to MX carbonitrides with a much lower solubility and they seem to be present in form of primary particles even at high sintering temperatures and therefore if they are not dissolved cannot precipitate in eutectic form. On the other hand the presence of M_6C eutectic carbide both under vacuum and industrial atmosphere seems to define the upper limit of temperature for a sintering with an appropriated microstructure.

The composition and morphology of the needle type eutectic carbides present in both steels after oversinterings has been analysed with detail in two recent papers (39, 40) and was identified as M_2C . It is worth to emphasize that this needle type eutectic carbide is present also in Px30S specimens sintered in the industrial atmosphere rich in nitrogen in these steels, and it is not present in Px30 and was not previously found in other steels (39,40).

Finally the eutectic carbide called type I in the present work seems to be, as described elsewhere (39,40) $M_{23}C_6$ type.

CONCLUSIONS

1. Addition of free carbon causes a reduction in the optimum sintering temperature in both steels for vacuum and gas atmosphere sintering.
2. Sintering in the gas atmosphere produces a nitrogenation of both steels, being the nitrogen content higher in Px30 than in Px30S.
3. Sintering in the gas atmosphere rich in nitrogen produces also a decreasing of the optimum sintering temperature in both steels, showing a clear effect also in M grade steels.
4. The increase in nitrogen content of both steels during gas atmosphere sintering has no effect in the chemical composition of M_6C carbides, but transforms the MC carbides found in vacuum sintering to MX carbonitrides.
5. Densification at lower temperatures during industrial atmosphere sintering seems to be related with the transformation of VC carbides to VX carbonitrides leaving carbon free. This free carbon reduces the solidus temperature and in consequence the optimum sintering temperature.
6. When sintering in the atmosphere, important oversinterings do not significantly modify the microstructure, and do not produce a continuous film of eutectic phase. This will allow a large sintering range to be employed when sintering in atmosphere, and additional advantage to be added to the possibility of continuous sintering that would allow atmosphere sintering.

REFERENCES

1. F.L. JAGGER and W.J.C. PRICE: Powder Metall., 1971, **14**, (Suppl. 1), 407-428.
2. A.S. WRONSKI, L.B. HUSSAIN AL-YASIRI and F.L. JAGGER: Powder Metall., 1979, **22**, (3), 109-118.
3. C.S. WRIGHT and R.S. IRANI: J. Mater. Sci., 1984, **19**, 3389-3398
4. C.S. WRIGHT, A.S. WRONSKI and M.M. REBBECK: Met. Technol., 1984, **11**, 181-188.
5. University of Bradford, Engineering Materials Group, Internal Report, 1987.
6. University of Bradford, Engineering Materials Group, 1987, unpublished work.
7. K.M. KULKARNI, A. ASHURST and M. SVILAR: "Modern developments in Powder Metallurgy", 1981, Princeton, NJ, MPIF, Vol. 13, 93-120,
8. R.G. SHEPHARD, H.D.L. HARRISON and I.E. RUSSELL: Powder Metall. 1973, **16**, (32), 200-219.
9. W.J.C. PRICE, M.M. REBBECK, A.S. WRONSKI and S.A. AMEN: Powder Metall., 1985, **28**, 1-6.
10. R. WÄHLING, P. BEISS and W.J. HUPPMANN: Powder Metall., 1986, **29**, (1), 53-56.
11. C.S. WRIGHT: Powder Metall., 1989, **32**, (2), 114-117.
12. R.H. PALMA, V. MARTINEZ and J.J. URCOLA: Proc. II Congreso Mundial

Vasco, 1987, Bilbao, España.

13. V. MARTINEZ: Master Thesis, ESII, Universidad de Navarra, España, 1987.
14. R.H. PALMA: Master thesis, ESII, Universidad de Navarra, España, 1988.
15. V. MARTINEZ, R.H. PALMA and J.J. URCOLA: Proc. International Conference on HIP of Materials, April 1988, Antwerp, Bélgica.
16. V. MARTINEZ, R.H. PALMA and J.J. URCOLA: Rev. Metal., 1989, **25**, (2) 79-87.
17. R.H. PALMA, V. MARTINEZ and J.J. URCOLA: Powder Metall., 1989, **32**, (4), 291-299.
18. J.JAUREGI, F.FERNANDEZ, R.H. PALMA, V. MARTINEZ and J.J. URCOLA: To be published in Met. Trans. A, 1991.
19. V. MARTINEZ, R.H. PALMA and J.J. URCOLA: Proc. II Congreso Mundial Vasco, Diciembre 1987, Bilbao, España.
20. V. MARTINEZ, R.H. PALMA and J.J. URCOLA: Proc. VIII Congreso Internacional de Minería y Metalurgia, 1988, Vol. 5, 122-136, Oviedo, España .
21. V. MARTINEZ, R.H. PALMA and J.J. URCOLA: J. Mater. Sci., 1990, **25**, 3359-3367.
22. Swedich Standards Institution: "Powder Metallurgy MNC Handbook 6E", 1978.
23. R.L. MILLER: Trans. ASM, 1964, **57**, 892-905
24. R.H. PALMA: Ph. D. Thesis, ESII San Sebastian, Basque Country, Spain, 1990.
25. R.H. PALMA, V. MARTINEZ and J.J. URCOLA, : Patente de Invención,

Aplicación Nº 9001849, 1990.

26. I. SAN MARTIN: CEIT (SAN SEBASTIAN), 1991, unpublished work.
27. M. HIRANO and N. KAWAI: Met. Powder Rep., July 1986, 527-531.
28. C.S. SMITH: Trans. AIME, 1948, **175**, 15-26
29. P. MAULIK and W.J.C. PRICE: Powder Metall., 1987, **30**, (3), 165-174.
30. P. MAULIK and W.J.C. PRICE: Powder Metall., 1987, **30**, (4), 240-248.
31. P. MAULIK: Scripta Metall., 1988, **22**, 441-444.
32. R.H. PALMA, I. URRUTIBEASKOA, V. MARTINEZ and J.J. URCOLA: To be published in J. Mater. Sci., 1991.
33. I. URRUTIBEASKOA, R.H. PALMA, V. MARTINEZ and J.J. URCOLA: Powder Metall., 1991, **33**, (4), 305-312

TABLE I
Chemical analysis of as-received steel powders, wt-%

	C	Si	Cr	O	Co	V	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	W
Px30	1.33	0.31	4.28	488ppm	8.70	3.32	0.08	0.23	5.14	0.29	0.024	0.015	6.63
Px30S	1.29	0.20	4.03	667ppm	8.45	2.96	0.09	0.64	4.83	0.21	0.022	0.22	6.25

TABLE II
Sieve analysis of as-received steel powders powders

Particle size (μm)	+150	+110	+75	+63	+45
Px30 cumulative fraction (%)	0.65	14.85	25.1		22.9
Px30S cumulative fraction (%)	0.09	9.46	28.4		66.0

TABLE III
Carbon, Nitrogen and Oxygen contents and density at optimum sintering temperature

Condition	C	N	O	Density Temperature	
				ρ/cc	(°C)
Px30 Powder	1.37	0.015	0.075		
Px30S Powder	1.29	NE	0.0667		
Px30 +0.2%C Powder	1.57	NE	NE		
Px30S+0.2%C Powder	1.50	0.0065	0.18		
GAS sintered					
Px30	1.24	0.76	0.025	8.11	1230
Px30S	1.27	0.453	0.161	8.01	1230
Px30+0.2%C	1.55	0.71	0.038	8.00	1205
Px30S+0.2%C	1.43	0.436	0.0708	7.95	1210
VACUUM sintered					
Px30	1.29	0.012	0.012	8.04	1260
Px30S	1.26	0.0074	0.0088	7.94	1255
Px30+0.2%C	1.49	0.012	0.014	7.92	1250
Px30S+0.2%C	1.43	0.0081	0.0176	7.97	1240

TABLE IV
Austenite grain size and primary particles
content and size in as-sintered steels

Atmosphere	C-addition	Grain size μm	MX vol-%	M ₆ C vol-%	MX size (μm)	M ₆ C size (μm)
<u>Px30S</u>						
vacuum	no	40 \pm 2	2.3 \pm 0.4	7.9 \pm 0.9	3.4 \pm 0.1	1.65 \pm 0.04
	yes	38 \pm 2	5.4 \pm 0.7	6.0 \pm 0.3	1.7 \pm 0.1	1.66 \pm 0.08
N ₂ H ₂ CH ₄	no	15.4 \pm 0.9	2.6 \pm 0.4	6.0 \pm 1.0	1.05 \pm 0.09	1.7 \pm 0.2
	yes	12.9 \pm 0.7	4.8 \pm 0.8	11 \pm 1	0.83 \pm 0.04	1.48 \pm 0.07
<u>Px30</u>						
vacuum	no	21 \pm 1	7.1 \pm 0.6	8.5 \pm 0.5	3.1 \pm 0.2	1.38 \pm 0.05
	yes	11.0 \pm 0.5	6.7 \pm 0.7	9.4 \pm 0.6	3.6 \pm 0.3	1.47 \pm 0.07
N ₂ H ₂ CH ₄	no	11.2 \pm 0.5	5 \pm 1	10 \pm 1	1.11 \pm 0.06	1.33 \pm 0.07
	yes	10.5 \pm 0.6	5.3 \pm 0.7	10.3 \pm 0.9	0.84 \pm 0.04	1.12 \pm 0.05

TABLE V
Average composition of primary particles
(only metallic elements, wt-%)

Particle	Atmosphere	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
<u>Px30S</u>							
MC	vacuum	19.3	42.9	3.4	4.1	0.3	30.0
MX	N ₂ H ₂ CH ₄	6.2	53.3	3.2	6.4	4.6	26.2
M ₆ C	vacuum	21.6	3.8	3.2	30.0	3.9	37.5
M ₆ C	N ₂ H ₂ CH ₄	21.8	1.9	2.7	30.1	3.8	39.6
<u>Px30</u>							
MC	vacuum	15.4	50.4	2.5	3.1	0.1	28.6
MX	N ₂ H ₂ CH ₄	7.4	68.3	4.6	7.6	1.9	10.1
M ₆ C	vacuum	18.7	4.8	2.9	27.8	4.3	41.5
M ₆ C	N ₂ H ₂ CH ₄	18.3	1.7	2.5	27.1	3.7	46.8

TABLE VII
 Chemical composition of Carbides with eutectic morphology
 (only metallic elements, wt-%)

Carbide	Steel	Atmosphere	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
Type I	Px30S	vacuum	23.5	10.6	14.6	28.0	4.8	18.5
		N ₂ H ₂ CH ₄	26.4	7.0	11.9	34.7	3.2	16.8
	Px30	vacuum	23.6	10.4	18.5	29.3	3.5	14.7
		N ₂ H ₂ CH ₄	24.5	8.3	11.7	32.9	4.4	18.3
MC	Px30S	vacuum	17.0	38.9	3.3	6.8	1.3	32.7
	Px30	vacuum	13.8	48.1	3.6	3.9	0.5	30.1
M ₆ C	Px30S	vacuum	23.1	3.6	3.7	7.2	3.0	33.5
		N ₂ H ₂ CH ₄	20.3	1.2	2.9	37.3	3.3	35.0
	Px30	vacuum	23.9	4.3	4.3	30.2	4.2	33.0
		N ₂ H ₂ CH ₄				-		
Needle type	Px30S	vacuum	20.2	9.3	4.7	7.2	3.0	55.5
		N ₂ H ₂ CH ₄	36.7	11.0	9.4	11.0	2.0	29.9
	Px30	vacuum	25.4	13.6	7.4	10.9	1.4	41.4
		N ₂ H ₂ CH ₄				-		

TABLE VIII
Limiting grain size obtained from Zener equation

Steel	Atmosphere	C-addition	$r(\mu\text{m})$	$f(\%)$	calculated $d(\mu\text{m})$	measured grain size (μm)
Px30S	vacuum	no	2.16	15.6	9.2	21
		yes	2.36	16.1	9.8	21
	$\text{N}_2\text{H}_2\text{CH}_4$	no	1.26	15.2	5.5	11.5
		yes	1.03	15.6	4.4	11
Px30	vacuum	no	2.04	10.2	13.3	33
		yes	1.68	11.4	9.8	39
	$\text{N}_2\text{H}_2\text{CH}_4$	no	1.50	8.6	11.6	16
		yes	1.28	15.8	5.4	13

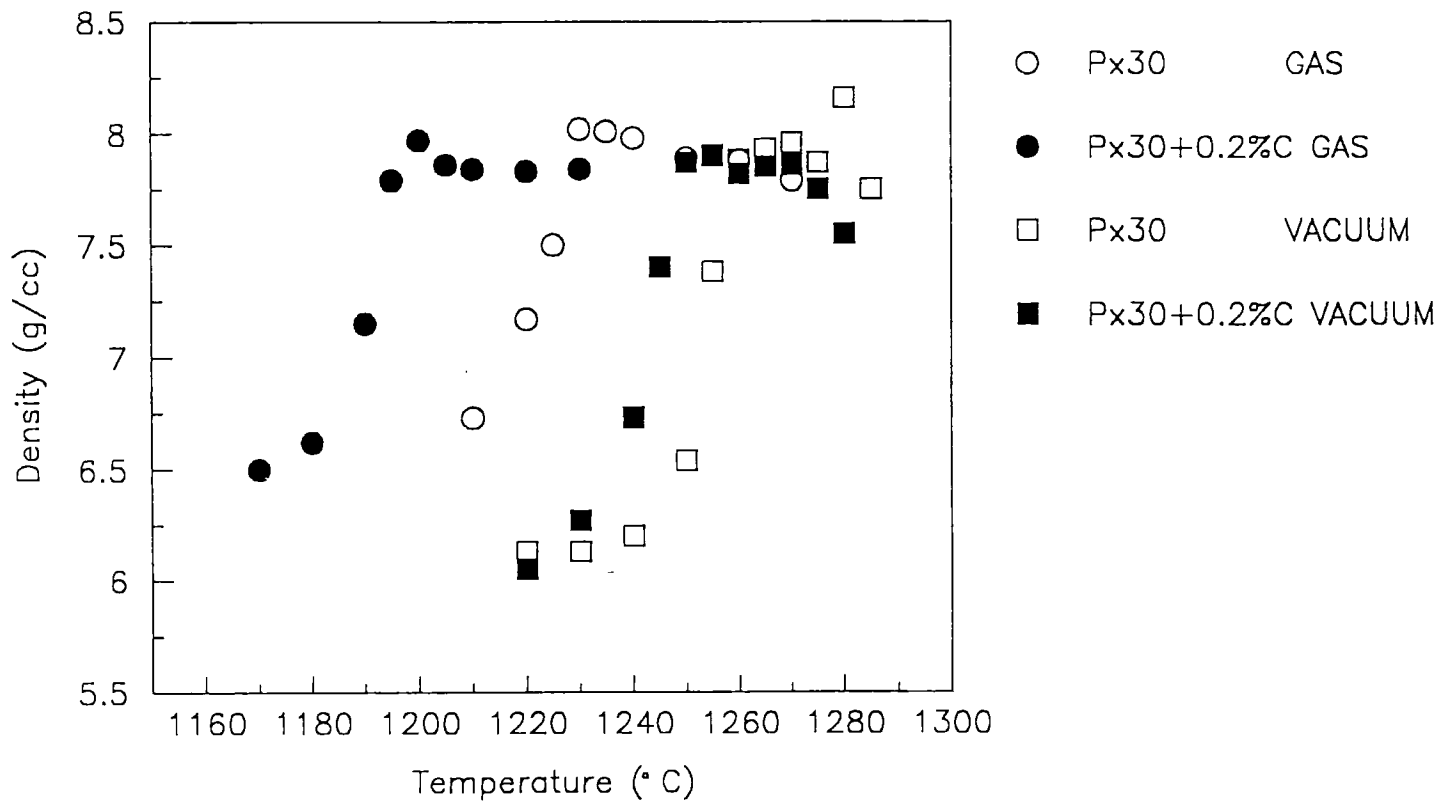


Fig. 1: Px30. Densification curves.

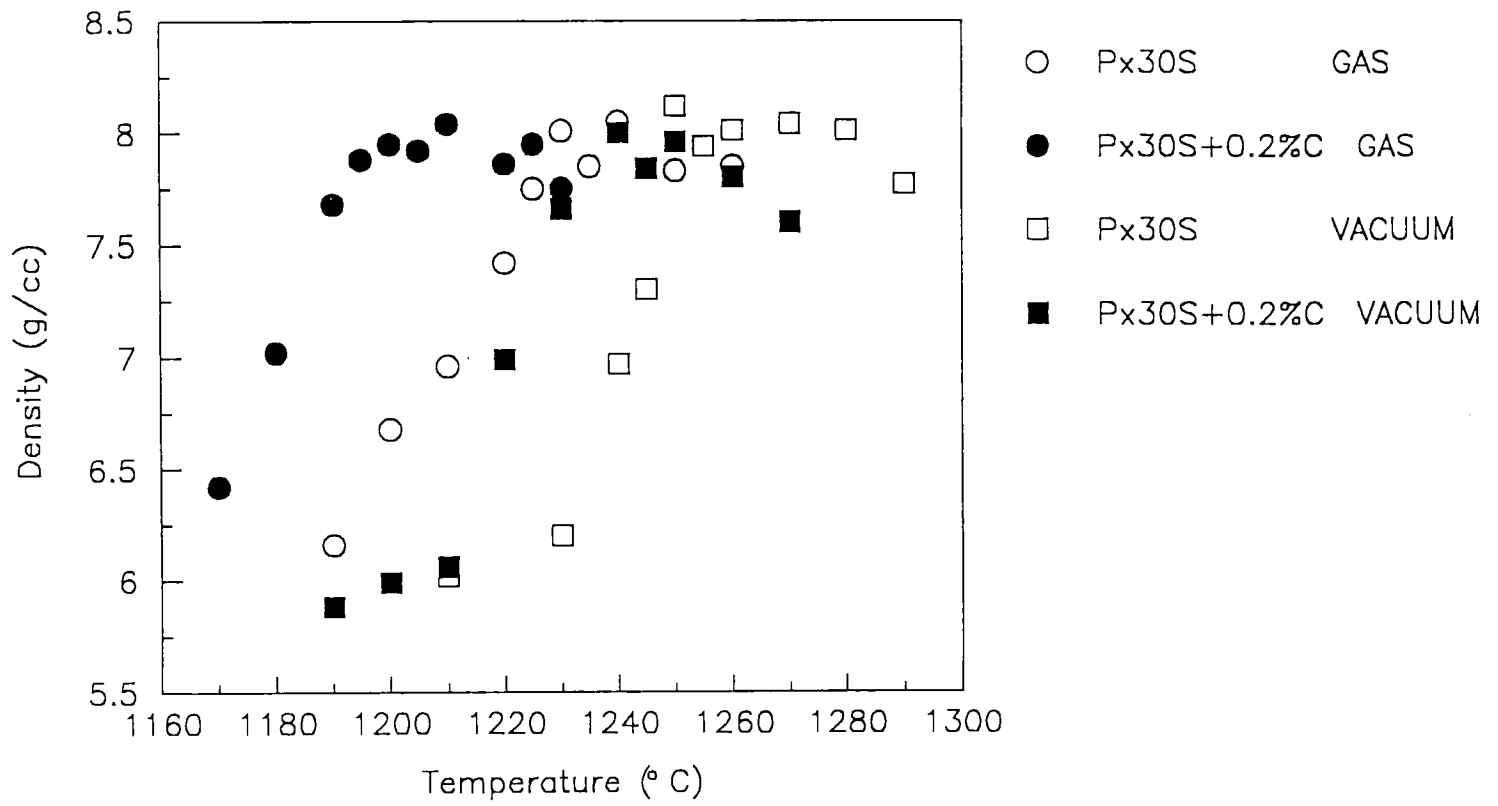


Fig. 2: Px30S. Densification curves.

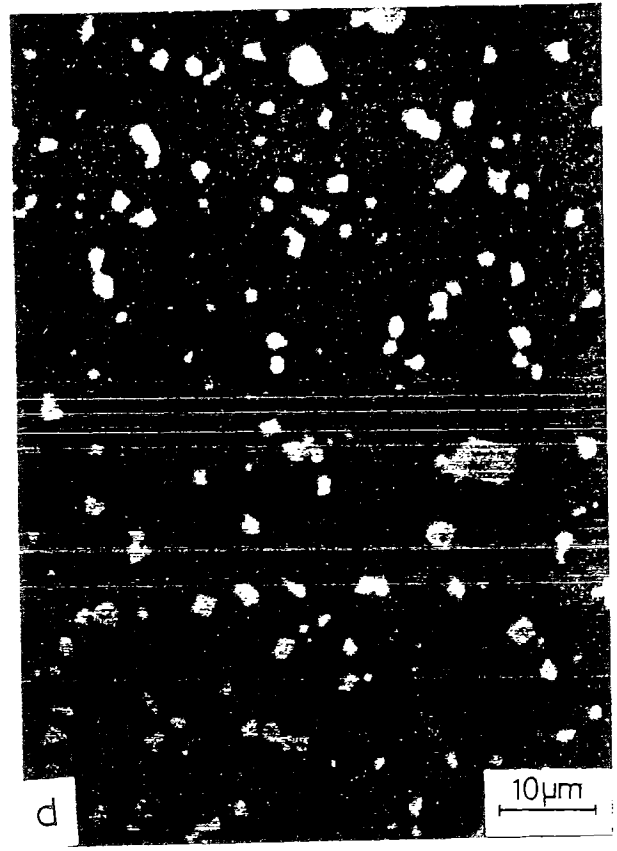
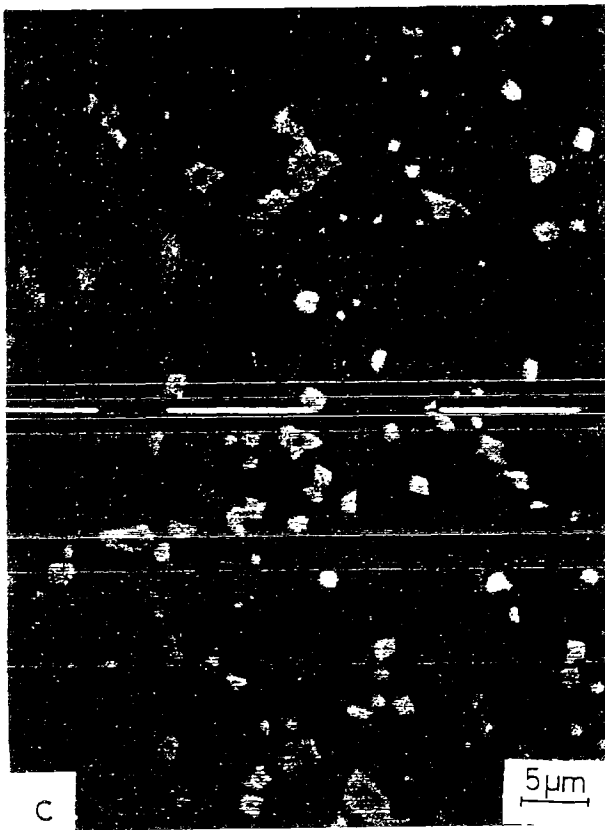
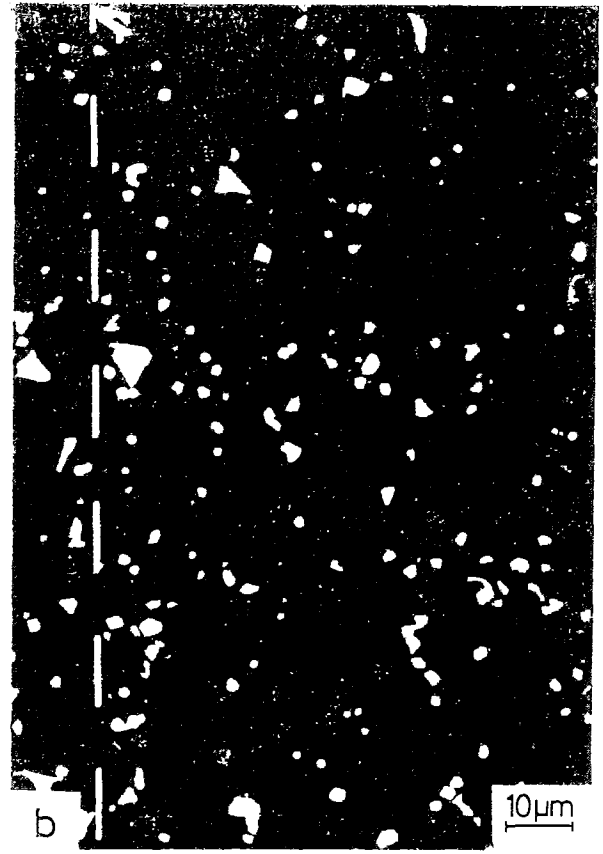
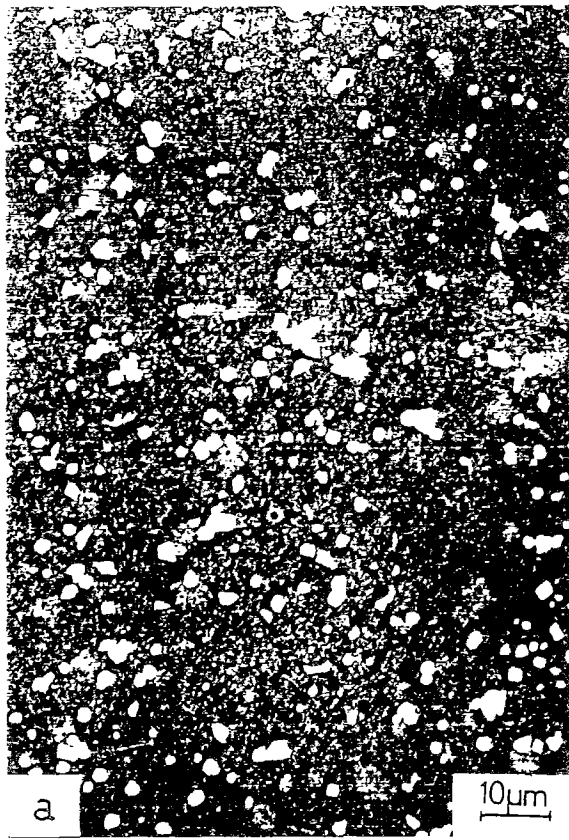


Fig. 3: Microstructure at the optimum sintering temperature:
a) Px30 vacuum sintered.
b) Px30+0.2%C vacuum sintered.
c) Px30 gas sintered.
d) Px30+0.2%C gas sintered.

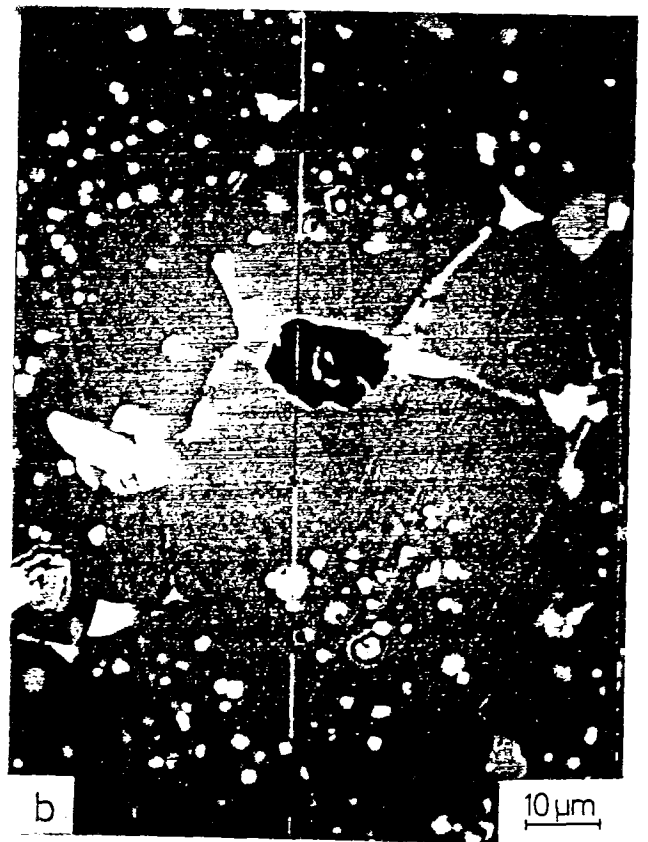
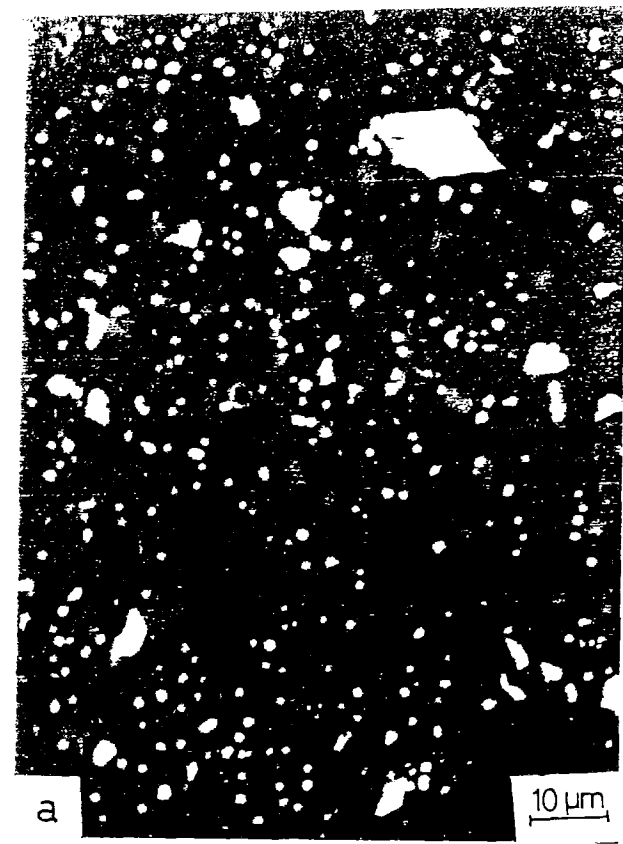


Fig. 4: Microstructure at the optimum sintering temperature:
a) Px30S vacuum sintered.
b) Px30S+0.2%C vacuum sintered.
c) Px30S gas sintered.
d) Px30S+0.2%C-gas sintered.

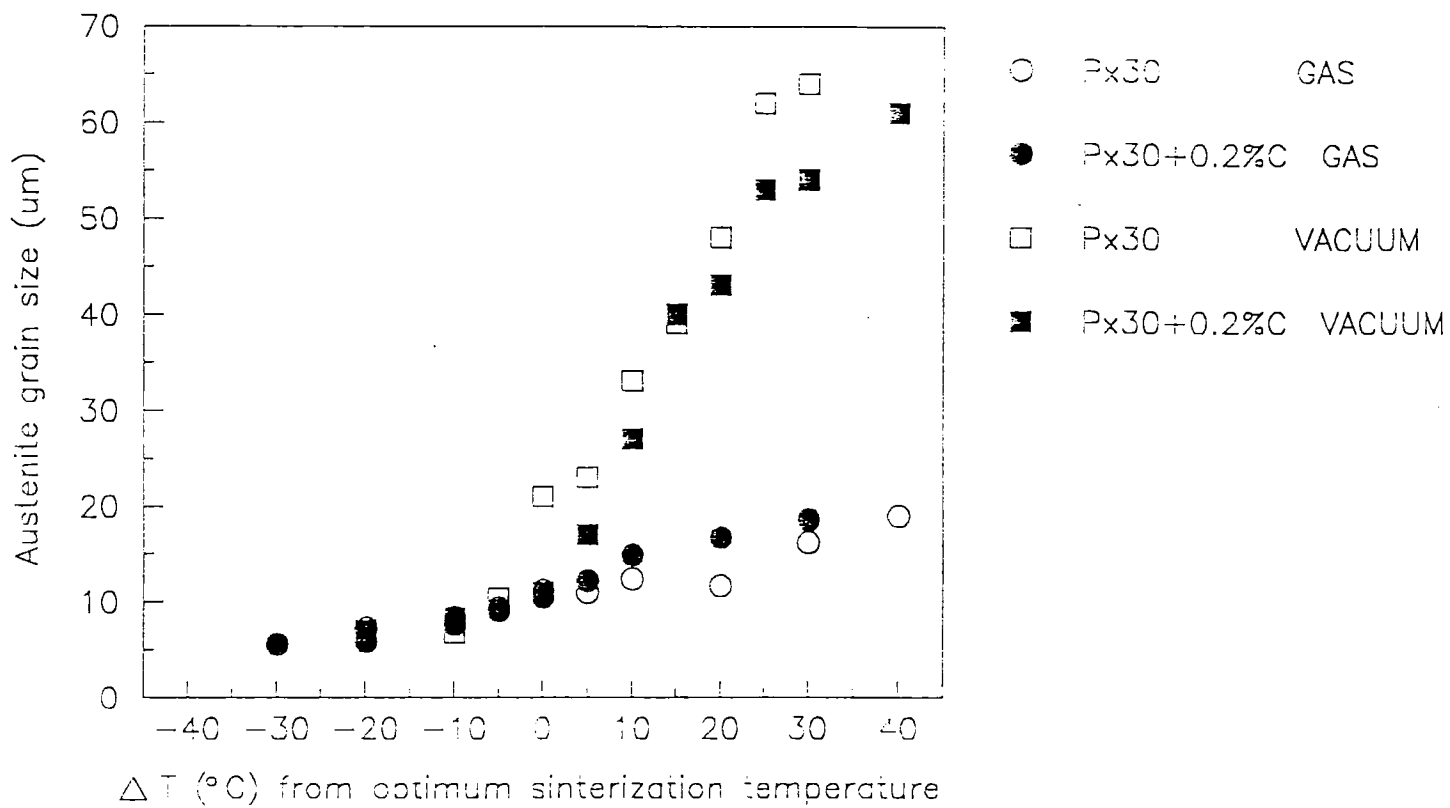


Fig. 5 a) Px30. Grain size in the as-sintered specimens.

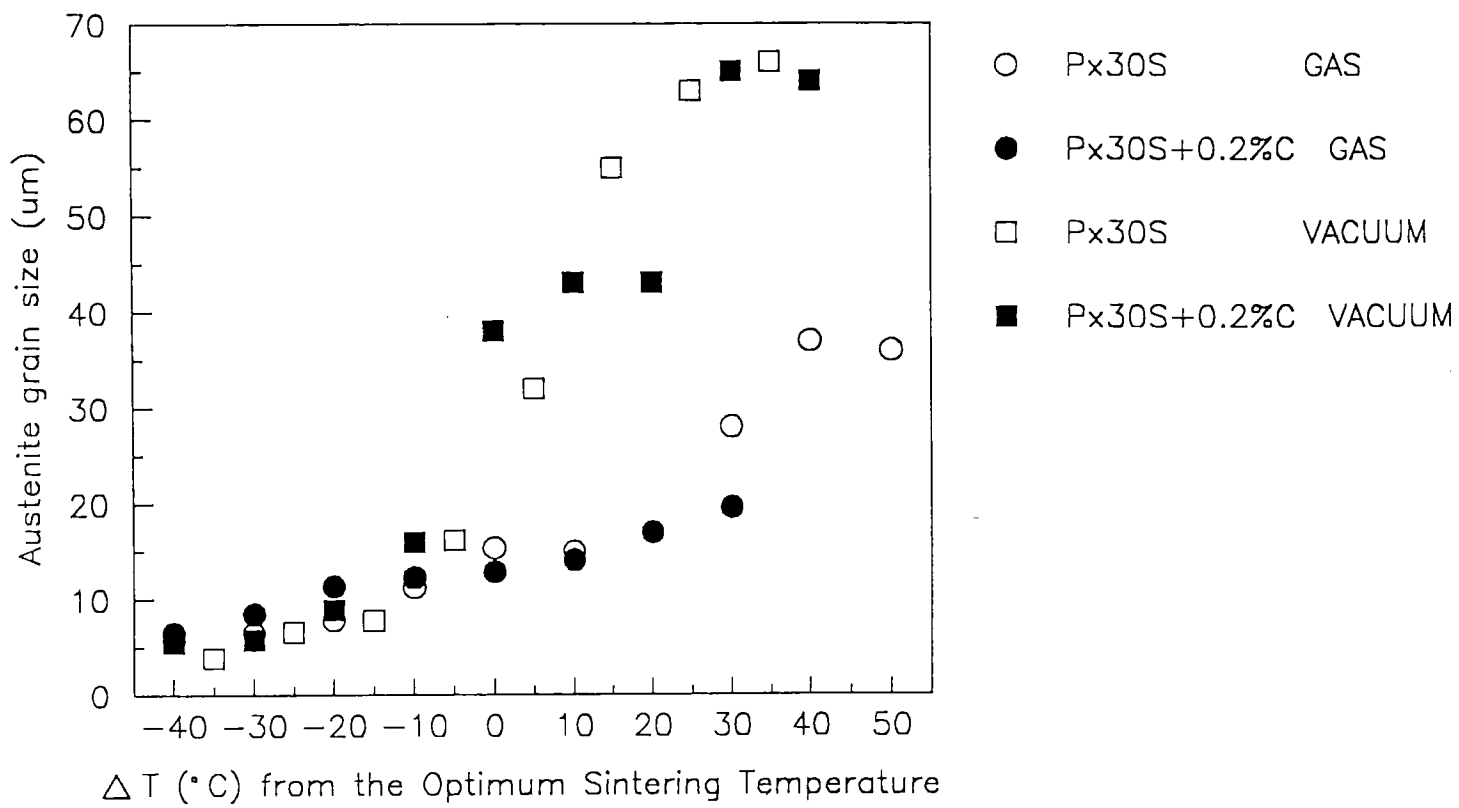


Fig. 5 b) P×30S. Grain size in the as-sintered specimens.

MX carbonitrides

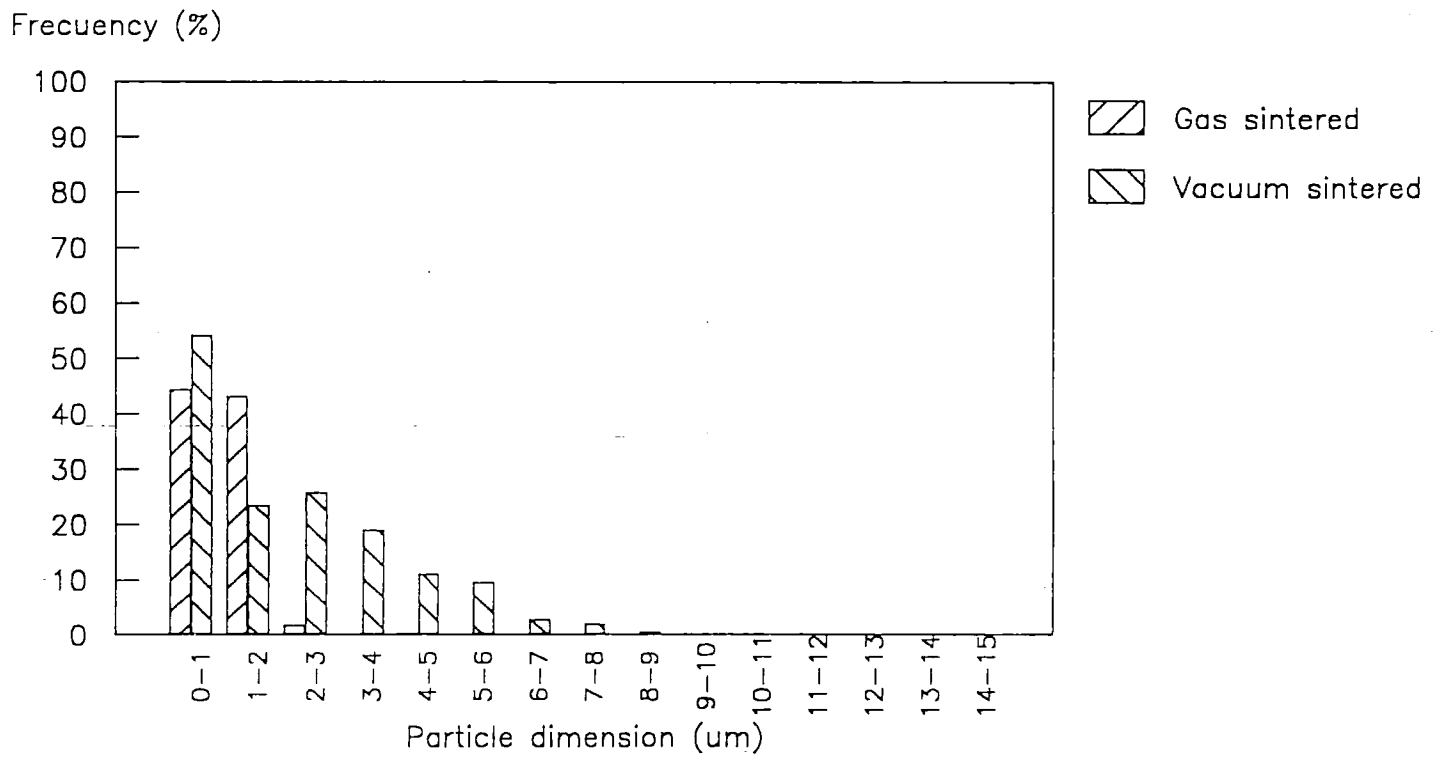


Fig. 6 a) Px30. MX and MC particle size at the optimum sintering temperature.

M_6C carbides

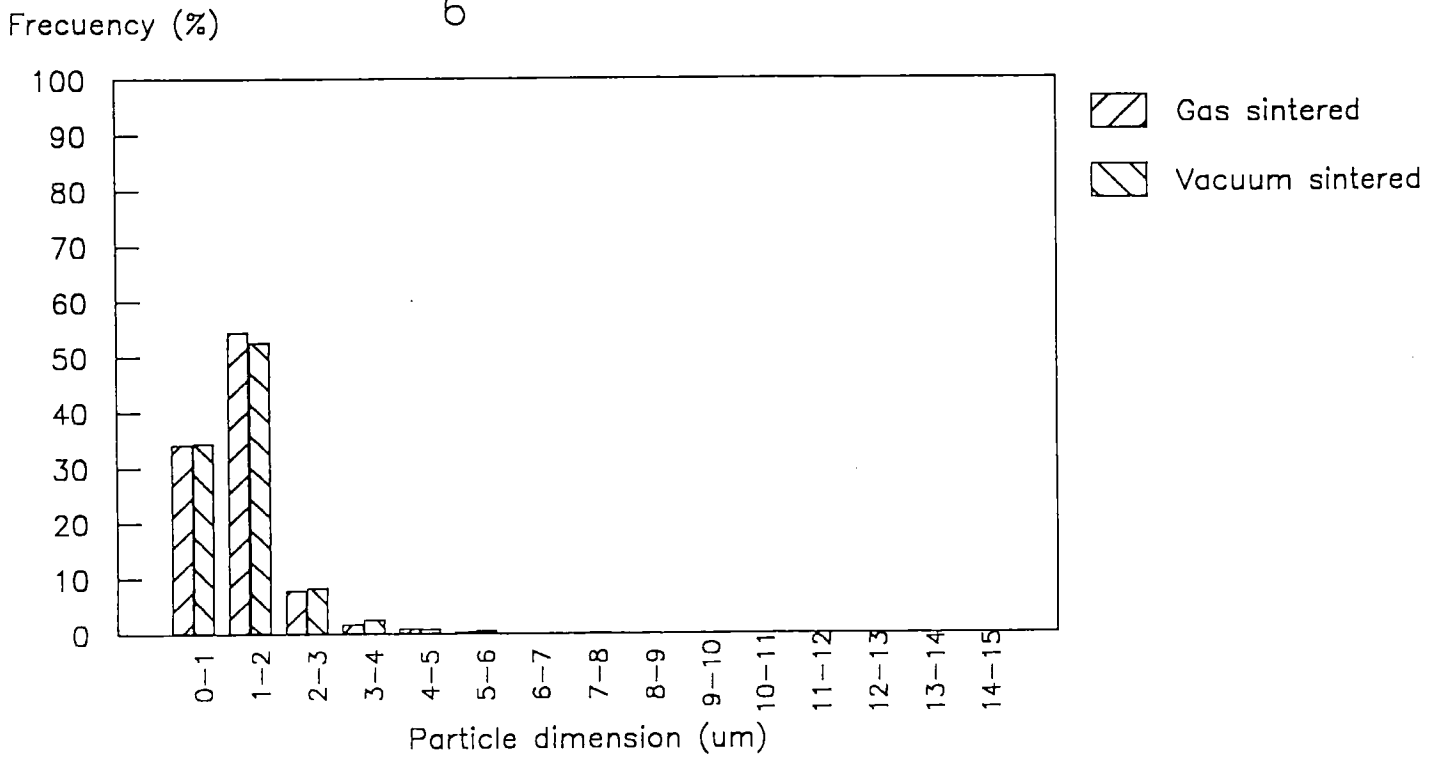


Fig. 6 b) Px30. M_6C particle size at the optimum sintering temperature.

MX carbonitrides

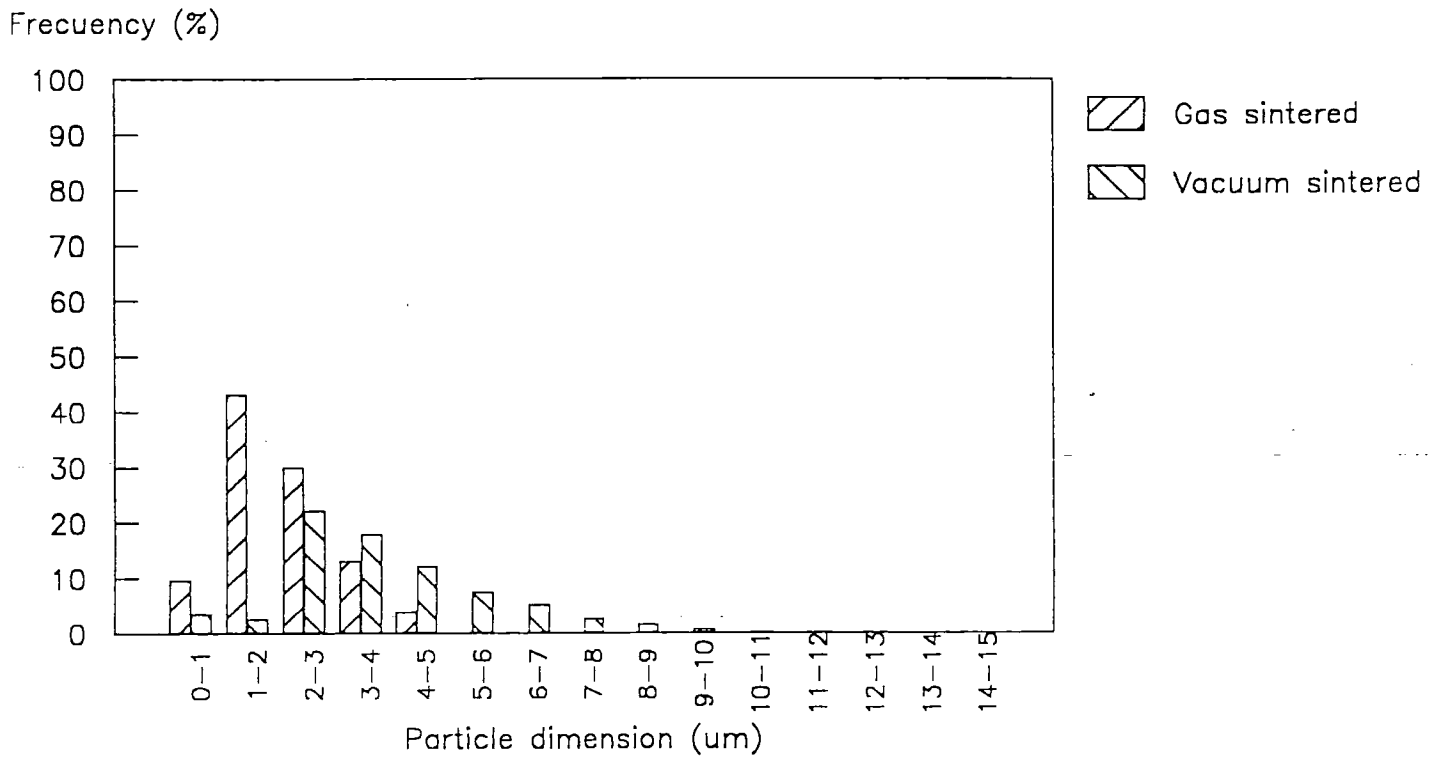


Fig. 7 a) Px30S. MX and MC particle size at the optimum sintering temperature.

M_6C carbides

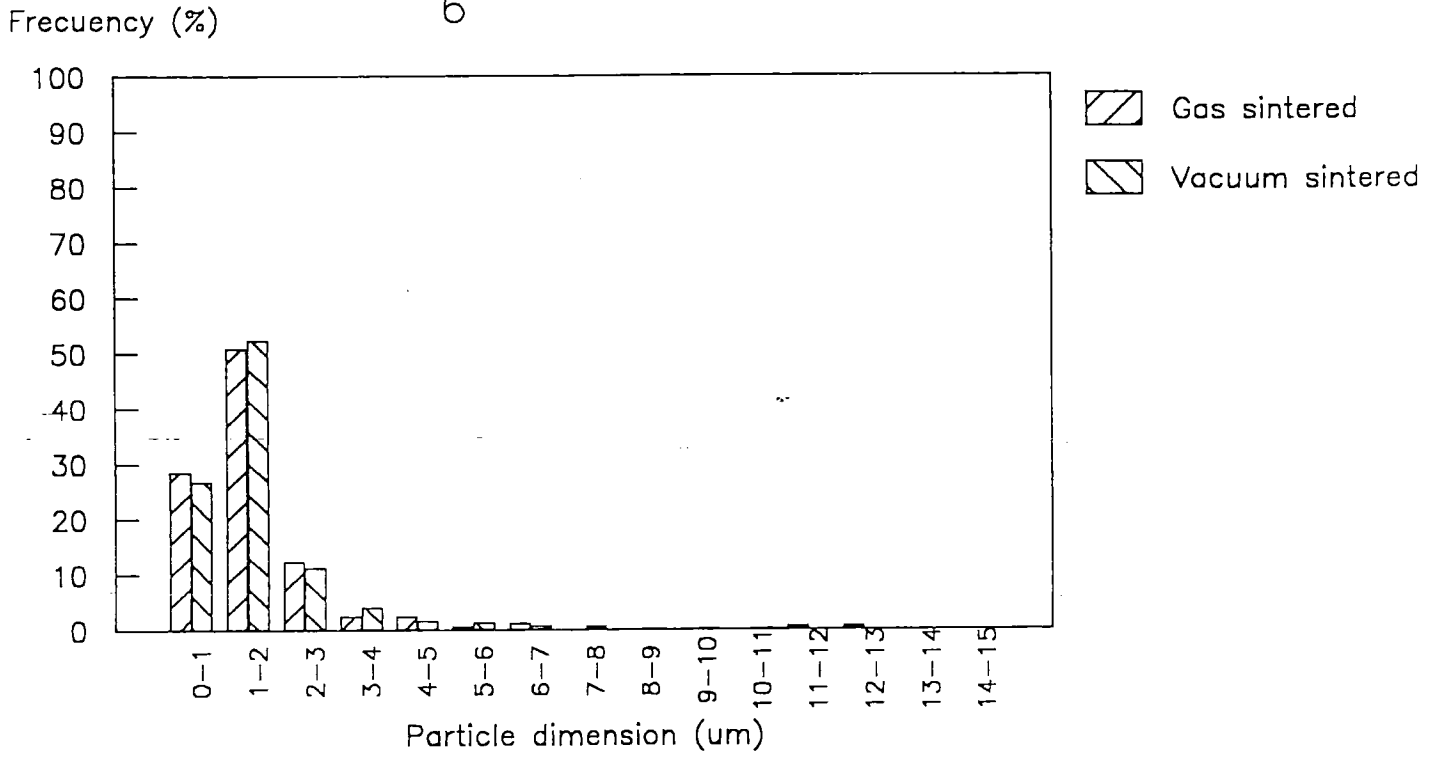


Fig. 7 b) Px30S. M_6C particle size at the optimum sintering temperature.

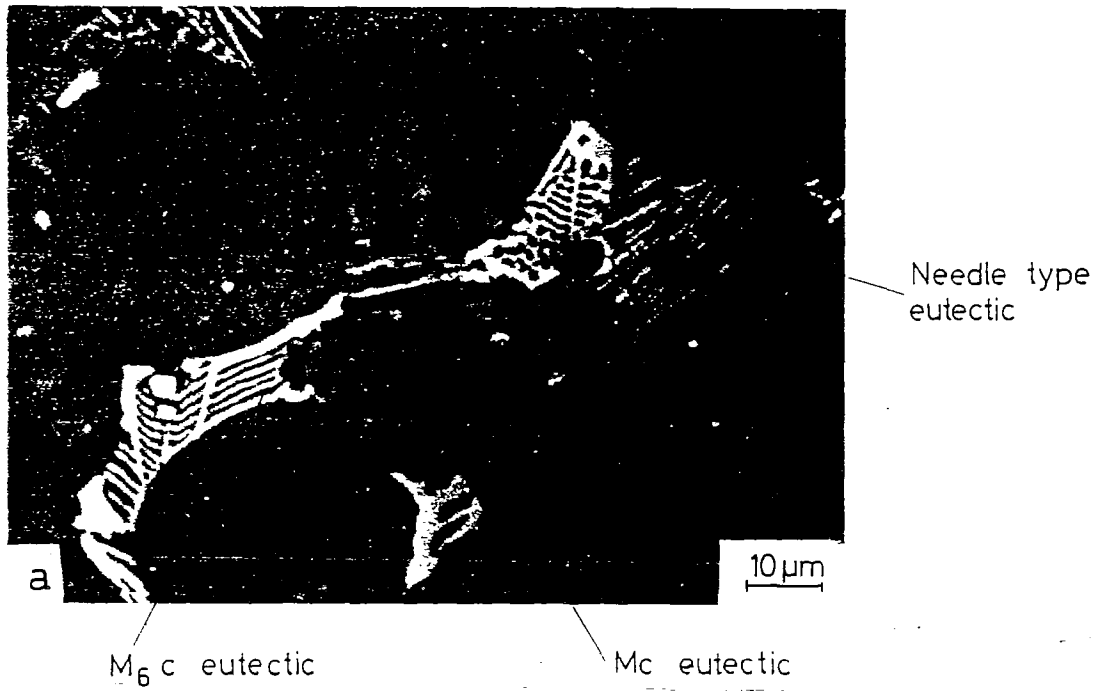


Fig. 8 a) Eutectic type carbides. Px30+0.2%C vacuum sintered at 1275°C ($\Delta T=25^\circ C$).

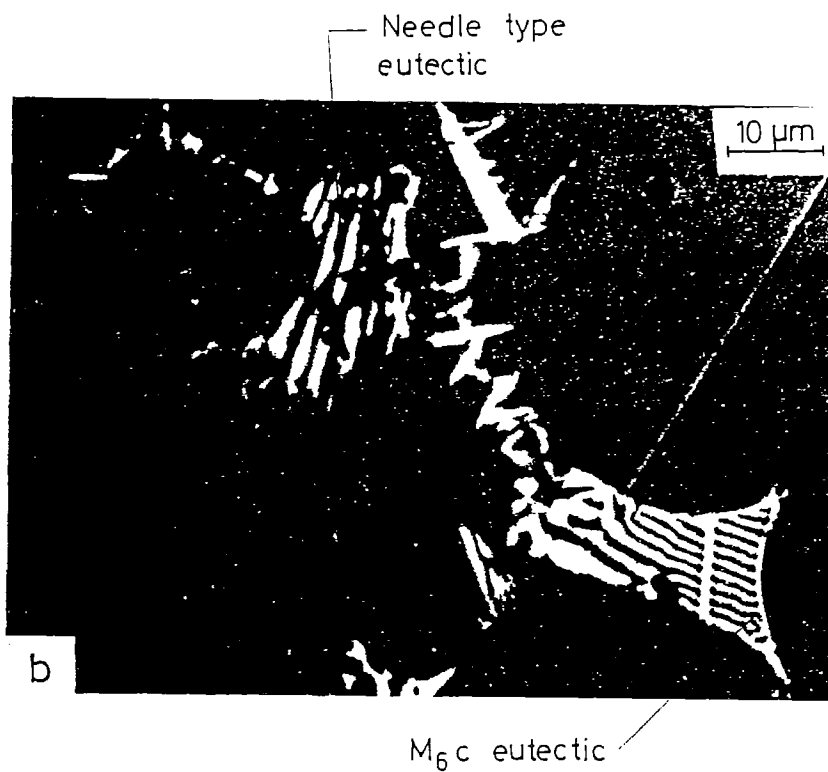


Fig. 8 b) Eutectic type carbides. Px30S gas sintered at 1270°C ($\Delta T=30^\circ C$).

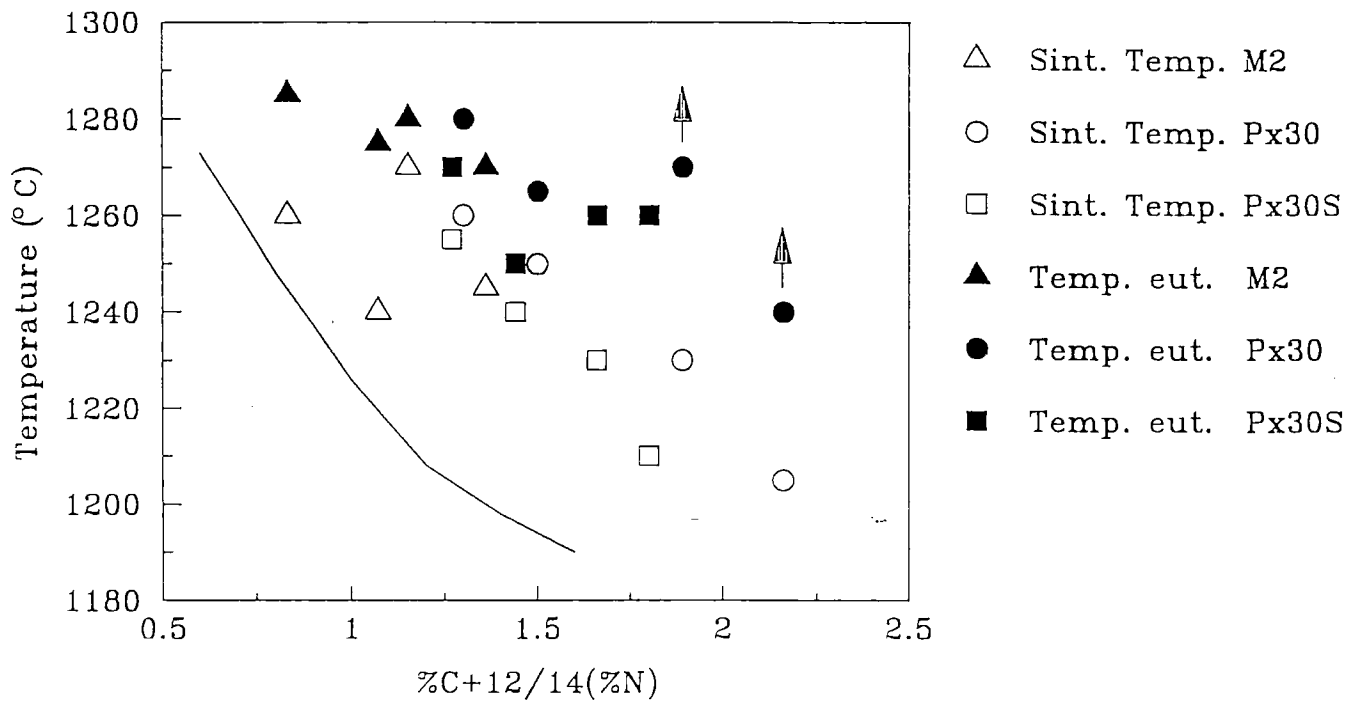


Fig. 9: Optimum sintering temperatures and minimum temperatures for appearance of a continuous film of eutectic carbide (M_6C type) at the grain boundaries as a function of carbon content.

International
Journal
of
Powder Metallurgy

March 10, 1992

Mr. J. J. Urcola
Centro de Estudios
de Investigaciones Tecnicas de Guipuzcoa (CEIT)
Apartado 1.555
20080 San Sebastian
Basque Country, Spain

Re: "Continuous Sintering at Low Temperature of High Speed
Steels in an Industrial Atmosphere Rich in Nitrogen"
(Urrutibeaskoa, Jauregi, Fernandez, Talacchia, Palma,
Martinez and Urcola)

Dear Mr. Urcola:

Thank you for submitting the cited article to the Journal.
The manuscript is under review and I will advise you of its
status at the earliest opportunity.

Sincerely,

Alan Lawley

Alan Lawley
Editor-in-Chief

AL:dls
Alan\seq.nol

***CONTINUOUS SINTERING AT LOW TEMPERATURE OF HIGH SPEED STEELS
IN AN INDUSTRIAL ATMOSPHERE RICH IN NITROGEN***

I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, F. Fernández, S. Talacchia, R. Palma, V. Martinez and
J.J.Urcola

Centro de Estudios de Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT)
Apartado 1.555 / 20080 SAN SEBASTIAN, Basque Country (Spain)

and

Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián
Pº Manuel de Lardizabal, 15 - 20009 SAN SEBASTIAN, Basque Country, SPAIN

ABSTRACT

Continuous sintering of near net shape compacted water atomized powders to full density at low temperatures in a gas atmosphere offers an innovative route to the production of several kinds of tools, dies and engineering components. Sintering of compacted water atomized powders- in an atmosphere rich in nitrogen, as well as the technological and economic benefits of allowing a continuous sintering -instead of in closed batch-, decreasing the optimum sintering temperature and widening the sintering gate compared to vacuum sintering, offers several benefits: microstructural control (finer grain sizes, finer carbonitrides instead of massive carbides) and improved mechanical properties (higher hardness and better toughness) originating from the improved microstructures. The potential cost saving with low temperature atmosphere sintering, and improvement in microstructure, mechanical properties and performance in service, with the use of appropriated heat treatments offers the prospect of significant competitive advantage to manufacturers of tools and wear parts.

INTRODUCTION

Work carried out in the last two decades on the sintering of high speed steel powders has allowed obtaining high density components with near net shapes. One of these routes is direct sintering, consisting of cold compaction of annealed water atomized powders and subsequent vacuum sintering to full density. This technique has been successfully applied to T1(1), M2(1), T6(2), T42(3,4), T15(5) and M42(6).

Recent work in CEIT has shown an alternative route to the vacuum sintering, reaching theoretical densities by sintering in a flowing atmosphere of N_2 - H_2 - CH_4 . Work has been performed on M2(7), T15(8), T42(9), T6(10), M42(11) and Px30 (12). This last technique (gas atmosphere sintering) allows continuous sintering of near net shape compacted water atomized powders to full density at low temperatures (12-14) and hence can offer innovative routes to the production of several kinds of tools, dies and engineering components. Sintering of compacted water atomized powders- in an atmosphere rich in nitrogen, as well as the technological and economic benefits of allowing a continuous sintering -instead of in closed batch-, decreasing the optimum sintering temperature and widening the sintering gate (12-14) compared to vacuum sintering -as pointed above-, offers in addition several benefits: microstructural control (finer grain sizes, finer carbonitrides instead of massive carbides(12-14)) and improved mechanical properties (higher hardness and toughness (15,16)) originating from the appropriated heat treatment producing improved microstructures.

In the present work the advantages of sintering in a nitrogen rich gas atmosphere compared with vacuum sintering are summarized. It is worth emphasizing that the potential cost saving with low temperature atmosphere sintering, and improvement in microstructure, mechanical properties and performance in service, with the use of new heat treatments offers the prospect of significant competitive advantage to manufacturers of tools and wear parts.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

Vacuum annealed, water atomized T42, T15 and Px30 powders were bought from Powdrex Limited, Tonbridge, U.K. The composition of the powders provided by the manufacturer are given in Table I. Additions of 0.2 weight % of

elemental carbon in the form of graphite, 15 μm mean size, were in some cases made.

Compacts of 16 mm diameter were cold compacted uniaxially at a pressure of 500 MPa, the walls being lubricated. The compacts were sintered either in a flowing atmosphere composed of 90% volume N_2 -9% H_2 -1% CH_4 or in vacuum. In this second case the vacuum was better than 5 Pa during the sintering. Density after sintering was normally evaluated through the Archimedes' method although for some samples this was calculated using the weight and the geometrical dimensions after grinding the sintered specimen to a cylinder.

Transverse sections were mechanically polished. After etching with 5% Nital these were observed with an optical microscope so as to measure the austenite grain size, using the mean linear intercept length technique. A minimum of 600 grains were measured. The amount of retained austenite was also determined by X-ray diffraction techniques (17). Quantitative metallography techniques were used to measure the volume fraction and the distribution of primary carbides and/or carbonitrides. For thin foil preparation 3 mm diameter and 200 μm thickness discs were perforated by ion milling in a Gatan 600 ion thinning unit at 4 kV in order to get a thin region transparent to the electrons. The thin foils were observed in a Philips CM12 Scanning-Transmission Electron Microscope fitted with an EDAX PV 9900 X-ray microanalyser. An accelerating potential of 100 kV was used in the transmission mode and 40kV in the scanning mode. Fracture toughness on quenched and tempered specimens were measured using "short rod" specimens, and the details are fully described elsewhere (15).

RESULTS

Figs. 1, 2 and 3 summarize the densification results for T42, T15 and Px30 respectively with and without the addition of 0.2% C during the sintering under the 90% N_2 , 9% H_2 and 1% CH_4 and vacuum. Table II summarizes the C, N and O analysis, the densities and the temperatures at which the optimum densification is reached (ie, the minimum temperature at which a density higher than 99% T.D. is achieved) for the three steels. It is clearly apparent that the addition of 0.2% elemental carbon activates the sintering process and the optimum densification is reached at lower temperatures, 20K and 30K for T42, 15K and 20K for T15 and 10K and 30K for Px30 vacuum and gas atmosphere sintering respectively. An important increase in the amount of N in the gas sintered samples in relation to vacuum

sintered is observed in Table II. This increase in N has in the three steels an important effect by decreasing the optimum sintering temperatures by 30K and 15K for T42, 50K and 45K for T15 and 50K and 30K for Px30 with and without 0.2% carbon addition respectively.

Figs.4, 5 and 6 a and b show the microstructures of T42, T15 and Px30 specimens sintered at the optimum temperature in vacuum and gas sintered respectively. The primary carbides are mainly MC and M_6C for vacuum sintering. The carbides present in the grain boundaries are fundamentally type massive MC ($> 4 \mu\text{m}$). For atmosphere sintering (Figs. 4, 5 and 6 b), the incorporation of nitrogen to the steel, as shown in Table II, produces some important modification in the microstructure. In first place a significant increase in retained austenite is observed and in second place the type MC carbides change to MX carbonitrides of smaller size ($< 1 \mu\text{m}$). It is also clearly apparent the refining of the austenitic grain sizes in the specimens sintered in the gas atmosphere (see Table III for quantitative values). A small amount of eutectic is observed for all the specimens sintered at the optimum temperature.

Table III summarizes the values of the microstructural features such as: austenite grain size and the volume fraction of MX particles and M_6C carbides at the optimum sintering temperature for the three steels.

The variation of austenite grain size with the deviation from the optimum sintering temperature is observed in Figs. 7, 8 and 9 for T42, T15 and Px30 respectively. It is clearly apparent that the grain size increases very fast above the optimum sintering temperature for vacuum sintered steels and only slowly for gas sintered steels.

The sintering atmosphere has also an important influence on the amount of oversintering necessary for the appearance of a continuous eutectic phase at the austenitic grain boundaries. In Table IV are summarized the minimum sintering temperatures at which some amount of any (type I, M_6C , MC or needle type) eutectic carbide was observed for the three steels at the different sintering atmospheres. It is worth emphasizing that the type I carbide was detected in all steels at or even below the optimum sintering temperature, but MC type eutectic carbides are not present in eutectic form in gas atmosphere sintering. On the other hand M_6C eutectic carbide is present in vacuum sintered specimens for smaller oversinterings than for gas sintering. In Table IV is also clearly apparent that for steel

T15 the oversintering necessary for the appearance of a continuous M_6C eutectic carbide increases from 15-20K for vacuum sintering to 50-55K for atmosphere sintering.

Fig. 10 shows the evolution of hardness with the tempering temperature for triple tempering of one hour and half after austenitization at two different temperatures (1150 and 1175°C) of T42* steel, for specimens sintered in the gas atmosphere. Some data found in the literature for vacuum sintered T42 (3) is also included. It is observed that the maximum hardness is reached at temperatures higher than 550°C, being the actual hardness higher than 1040 and 1000 HV50 for austenitizations at 1150 and 1175°C respectively. Fig. 11 compares the hardness after triple one hour tempering for atmosphere and vacuum sintered specimens. It is clearly apparent that the maximum of hardness for atmosphere sintered specimens is reached at higher temperatures (575°C) than for vacuum sintered specimens (525°C).

Fig. 12 shows the hardness (HV10), also after triple tempering of 1 hour duration, versus the tempering temperature for Px30 steel sintered in vacuum and in the gas atmosphere and for two austenitizing temperatures. It is clearly apparent in first place that the hardness in the as-quenched condition is lower for the gas sintered material, due to the presence of a higher amount of retained austenite. The peak hardness for the material gas sintered occurs at higher temperatures (575°C) and with higher values of hardness (1000 HV) than for vacuum sintered material, in which the peak occurs at 500°C and with a hardness value < 950 HV. It is observed also negligible differences in hardness due to the use of different austenitizing temperatures both in atmosphere sintered specimens (1200 and 1220°C) and in vacuum sintered specimens (1230 and 1250°C).

Fig. 13 shows the variation of fracture toughness with hardness for the three steels. A clear decrease of toughness with increasing hardness is observed. Within the experimental scatter, all the data can be reasonably fitted to a straight line of equation,

$$K_{Ic} = -4,5 \cdot 10^{-2} * (HV) + 56,4 \quad \text{Ec.1}$$

(*) These values were obtained by Mr. B. Ögel at the Department of Materials of the University of Bradford

DISCUSSION

Densification Kinetics.

The nitrogen analysis results for specimens sintered using the gas mixture show clearly that this element diffused into the steel. It is worth emphasizing that the amount of nitrogen absorbed by steel T42 (0.41-0.48%), by steel T15 (0.72-0.78) and by steel Px30 (0.71-0.76%) is higher the higher the vanadium concentration in the steel (2.91% V for T42, 4.7% V for T15 and 3.32 %V for Px30). This effect, which is related with the formation of vanadium carbonitrides, has also been found in other high speed steels(18) and is the base of a recent patent (19).

At first approximation the carbon in MC would be substituted by nitrogen, giving carbonitrides. The carbon rejected due to the substitution by nitrogen in MX, would have opportunity to form more M_6C (that is for instance the case in steels T42, T15 and Px30, see Table III) or to be free in the austenite; in this second case the amount of retained austenite after cooling would increase (that is for instance the case in the three steels). For the sake of relating the amount of retained austenite with the amount of elements in solution in it, the concept of "excess of carbon equivalent" used by Hirano and Kawai(20) has been used. This excess would correspond to the amount of carbon and nitrogen free in the steel after the precipitation of MX carbonitrides and M_6C carbides. A definition of this "equivalent carbon excess", used by Hirano and Kawai is:

$$\Delta C_{eq} = C + 12/14 N - (0.19 + 0.017(W + 2Mo) + 0.22V) \quad Ec.2$$

Fig. 14 shows the existence of a good correlation between the amount of retained austenite and ΔC_{eq} for steels T42, T15 and Px30 and also for the results of several high speed steels (18). This would indicate clearly either a direct effect of nitrogen in solid solution retaining the austenite or an indirect effect of nitrogen by substituting carbon in the carbides, transforming these into carbonitrides and therefore leaving some free carbon to stabilize the austenite. In a recent work (18) it has been postulated that the amount of carbon freed by the nitrogen during sintering in the nitrogen rich atmosphere would be,

$$\%C = (12/14) \times 0.5(\%N) = 0.43(\%N) \quad Ec.3$$

Using the above equivalence for the substitution of carbon by nitrogen, in Fig. 15 the optimum sintering temperature variation with the combined action of carbon and nitrogen, is shown for the three steels. For T42 the actual results fall in a line close parallel to and above the solidus line reported by Grinder et al (21). For T15 also the experimental points fall in a line, on which an experimental solidus point (22) is also included. The experimental values for the optimum sintering temperature for steel Px30 together with the solidus line for M2 is also represented in the figure and it is clearly apparent that the optimum sintering temperatures are above the solidus line, which could indicate that the densification in the present material takes place also by a supersolidus mechanism, as admitted by other authors (23,12) for the densification of high speed steels. In the present case perhaps the shift between the M2 solidus line and the optimum sintering temperature is too big, but this could be due to the presence of Co in these M grade steel, which has an effect of increasing the optimum sintering temperature when added to steel M3/2, as have been observed recently (24).

It is worth emphasizing that also in these materials in the case of atmosphere sintering, where an important increase in nitrogen is observed a model based on supersolidus sintering, assuming a certain equivalence between nitrogen and carbon in atomic percentage, would explain the experimental results.

On the other hand, the influence of carbon and nitrogen on the minimum temperature for the appearance of the continuous film of eutectic carbide (in all cases M_6C carbide) at the grain boundaries, is shown also in Fig. 15. It is clearly apparent that the slope of the line for the appearance of the eutectic carbide presents a slope smaller than the corresponding to the optimum sintering temperature. This figure explains clearly why increasing the amount of carbon or/and nitrogen, this last by sintering in the gas atmosphere broadens the sintering range or the sintering gate.

Precipitates: Effect on Austenite Grain Growth.

As pointed out before, sintering in nitrogen rich atmosphere produces the transformation of MC carbides present in vacuum sintering to MX carbonitrides. This transformation has been confirmed using WDS micronanalysis, as described elsewhere (12) and also using X-Ray diffraction techniques (18). It is worth emphasizing that the MX carbonitrides in gas sintered specimens present a mean

particle size smaller than 1 μm , while MC carbides after vacuum sintering have mean sizes between 3 and 4 μm . The presence of these fine carbonitrides, rich in vanadium, has been reported by other authors both after direct sintering in a nitrogen rich atmosphere (12,13) and after nitrogenation and hipping (20). The presence of these carbonitrides, which are not dissolved at high temperatures, explain the features observed in Figs 7, 8 and 9. In these figures is shown the austenite grain size evolution as a function of the deviation from optimum sintering temperature. For the three steels, with a substantial amount of MX carbonitrides for atmosphere sintering (see Table III), oversintering has only a minor effect in grain growth, while in vacuum sintering, without the presence of these MX particles and the dissolution of carbides as shown in a recent paper for T42 steel (13), oversintering produces fast austenite grain size growth. In several paper (12-14) it has been shown that the expression of Zener (25) for the relation between the limiting grain size (d) and the size (r) and volume fraction (f) of second phase dispersion, can explain reasonably the different behavior in grain coarsening observed for the steels sintered in vacuum and in the industrial atmosphere. Also the limiting grain sizes worked out from Zener equation agree reasonably with those found experimentally.

Tempering Behavior.

The peak in hardness are reached in the three present steels at higher temperatures when sintered in the gas atmosphere in comparison with vacuum sintering. For instance, the maxima in hardness in steels T42 and T15 are reached after triple one hour tempering above 550°C and at 575°C respectively, these values are about 25°C above the 525°C, reported by Wright et al (3) for steel T42 sintered under vacuum and 35°C above the 540°C found in the present work and reported by Beiss et al (26) for vacuum sintered T15. A similar effect is found also for Px30 (a M grade steel), presenting a peak of hardness at 575°C for gas sintering, 40-50°C above the value observed for the vacuum sintered steel.

It is worth emphasizing that this increase in the temperature for the peak hardness has a practical relevance in continuous cutting with considerable heat generation and the increase in the peak hardness will allow these steel to be used as substrates for harder coatings.

The reason for the need of higher tempering temperatures to reach peak hardness in these steels is the high amount of nitrogen picked-up during their sintering in the N₂-H₂-CH₄ atmosphere used. As pointed out before, this has as consequence the transformation of MC carbides into MX carbonitrides, leaving free some amount of carbon and producing an appreciable increase in the amount of retained austenite. The elimination of a much higher amount of retained austenite, also more stable, requires higher tempering temperatures for conditioning it to be transformed into martensite in the cooling following tempering. It seems reasonable to assume that the higher the excess of carbon equivalent -the larger the amount of retained austenite, as shown in Fig.14- and the higher the tempering temperature required to transform it. Table V shows the excess in carbon equivalent, defined previously in Ec.2, the excess in stoichiometric carbon equivalent (SCE)(20),

$$\Delta\text{SCE} = \%C + 12/14\%N - [0.033(\%W) + 0.063(\%Mo) + 0.176(\%V) + 0.060(\%Cr)] \quad \text{Ec.3}$$

and the ratio between carbide formers and carbon (20),

$$R = E \text{ atomic \% carbide formers} / \text{atomic \% (C+N)} \quad \text{Ec.4}$$

for the steels investigated in the present work and the standard grades. It is clearly apparent that by sintering in the gas atmosphere important carbon equivalent excesses and low R values are obtained in comparison with standard grades. The experimental results found in the present work indicate that for excesses in carbon equivalent around 0.7 for Ec. and around 0.5 for Ec. an increase in the peak hardness can be obtained by appropriated tempering, but when these excesses are very high, ie. for T15 steel ($\Delta\text{Ceq}=0.92$ and $\Delta\text{SCE} = 0.85$) the supersaturation in carbon is so high that for tempering at high temperatures a coarse (Fe,Cr)₇C₃ is precipitated as shown in Fig. 16 and no additional increase in peak hardness is produced.

Fracture Toughness.

In Fig. 13 has been shown that a clear decrease of toughness occurs with increasing hardness. The fact that the results for the three steel could be reasonably fitted to a single straight line, indicates that fracture toughness is only related to hardness being independent of the steel composition and of the amount of

primary carbides present in the microstructure. This correlation has been also found by other authors (15) and have been interpreted in terms of fracture toughness mainly related to the matrix properties and not to the amount, size and morphology of the primary carbides. It is clearly apparent that the lower hardness values and therefore the higher fracture toughness values are obtained for atmosphere sintered specimens. This is a consequence of the increasing in the amount of retained austenite produced by atmosphere sintered specimens, due to the release of carbon by transforming the MC carbides to MX carbonitrides. The actual values of fracture toughness are higher than those found for conventional wrought high speed steel and similar to other values reported for vacuum sintered steels (15)

CONCLUSIONS

1. Sintering high speed steel powders in a gas atmosphere allows to obtain full density at lower temperatures than in vacuum sintering. The decrease in the optimum sintering temperature, being higher the higher the amount of vanadium in the steel.
2. The "sintering gate" or the amount of oversintering without the formation of a continuous deleterious layer of eutectic carbide is also enlarged by gas atmosphere sintering.
3. By sintering in the nitrogen rich atmosphere massive MC carbides are replaced by fine MX carbonitrides, very resistant to coarsening.
4. The presence of these fine and very stable MX carbonitrides inhibits the fast grain coarsening observed in vacuum sintering for oversintering temperatures and the austenite grain size is fine even for important oversintering when sintering in the gas atmosphere.
5. The as-quenched microstructures in gas sintered high speed steels contain higher amounts of retained austenite than the same steels vacuum sintered. This allows the obtention, by simple tempering, of a broad variety of mechanical properties by the an adequate combination of hardness and toughness.
6. The tempering peak hardness occurs in atmosphere sintered steels at higher temperatures than in vacuum sintered steels. When the excess of carbon equivalent

is not too big or the relation (C+N)/carbides formers is not too low, the peak hardness is also in gas sintered steels higher than in vacuum sintered ones.

7. Fracture toughness values obtained in gas sintered high speed steels are similar to those obtained in equivalent steels vacuum sintered and higher than those reported for wrought steels.

8. Sintering in the gas atmosphere will allow cost saving due to the low temperature sintering, and improvement in microstructure, mechanical properties and performance in service and offers the prospect of significant competitive advantage to manufacturers of tool and wear parts.

REFERENCES:

1. F.L. Jaegger and W. J.C. Price: Powder Metall., 1971, vol 14, suppl. 1, pp. 407-428.
2. A.S. Wronsky, L.B. Hussain Al-Yasiri and F.L. Jaegger: Powder Metall., 1979, vol 22 (3), pp. 109-18.
3. C.S. Wright and R.S. Irani: J. Mater. Sci. 1984, vol 19, pp. 3389-98.
4. C.S. Wright, A.S. Wronsky and M.M. Rebbeck: Met. Technol., 1984, vol 11, pp. 181-88
5. Engineering Materials Group. University of Bradford. Internal Report 1987.
6. Engineering Materials Group. university of Bradford. 1987, Unpublished work.
7. R.H. Palma, V. Martinez and J.J. Urkola: Proc. II Congreso Mundial Vasco, Bilbao, Spain, 1987.
8. V. Martinez: Master's Thesis. ESII. Universidad de Navarra, Spain, 1987.
9. R.H. Palma: Master's Thesis. ESII. Universidad de Navarra, Spain, 1988.
10. V. Martinez, R.H. Palma and J.J. Urkola. Proc. Int. Conf. on HIP of Materials, Antwerp, Belgium, April 1988.
11. V. Martinez, R.H. Palma and J.J. Urkola: Presented in Revista de Metalurgia. CENIM, Spain, 1988.
12. I. Urrutibeaskoa and J.J. Urkola: To be published in Powder Metall.
13. R.H. Palma, V. Martinez, J.J. Urkola: Rev. Metal. Madrid, 25 (5) 1989, pp. 315-25.
14. S. Jauregi, F. Fernandez, R.H. Palma, J.J. Urkola: To be published in Met. Trans.
15. V. Martinez, R.H. Palma, J.J. Urkola: J. Mat. Sci., 1990, 225, pp. 3359-67.
16. I. Urrutibeaskoa, V. Martinez, J.J. Urkola: Proc. IX Encuentro Grupo Español de Fractura, I Congreso Hispano-Francés de Fractura, Aiguablava, Spain, April 1992.
17. R.L. Miller: Trans ASM, 1964, pp. 892.
18. R.H. Palma: Ph.D. Thesis. ESII. San Sebastián, Basque Country, Spain, 1990.
19. R.H. Palma, V. Martinez, J.J. Urkola: Patent Application N 90001849, 1990.
20. M. Hirano and Kawai: Metal Powder Rep., 1986, July, pp. 527-31.
21. O. Grindler, L. Berglin, M Sporrang: Modern Developments in Powder Metallurgy, MPIF, Princeton, NJ, 1985, vol 17, pp. 407-25.
22. J.V. Bee, J.V. Wood, P.R. Brewin, D.P. Nuthern: Proc. United States Powder Metallurgy Conf. San Francisco CA, 1985, MPIF, Princeton, NJ.
23. C.S. Wright: Powder Metall., 1989, vol 32 (2), pp. 114-17.
24. I. San Martín, J.J. Urkola: Universidad de Navarra, Internal Report.
25. C.S. Smith: Trans. AIME, 1948, vol 175, pp. 15.
26. P. Beiss, M.T. Podob: Powder Metall., vol 25 (2), 1982, pp. 69.

	C	Si	Cr	O (ppm)	Co	V	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	W
PX30	1.33	0.31	4.28	488	8.7	3.32	0.08	0.23	5.14	0.29	0.024	0.015	6.63
T42	1.43	0.28	4.18	478	9.44	2.94	0.10	0.21	3.22	0.12	0.024	0.013	8.89
T15	1.64	0.25	4.37	757	4.99	4.70	0.11	0.24	0.56	0.13	0.023	0.019	12.40

Table I. Chemical analysis of as-received steel powders. Weight percent.

CONDICION			C (%wt)	N (%wt)	O (%wt)	DENSIDAD (Gr/cc)	TEMPERATURA (°C)
POLVO	-----	PX30	1.37	0.015	0.075		
		T15	1.67	NE	0.079		
		T42	1.43	0.003	0.052		
	+ 0,2% C	PX30	1.57	NE	NE		
		T15	1.82	NE	NE		
		T42	1.61	0.004	0.052		
GAS	-----	PX30	1.24	0.76	0.025	8.11	1230
		T15	1.56	0.78	0.1	8.23	1225
		T42	1.39	0.48	0.014	8.25	1215
	+ 0,2% C	PX30	1.55	0.71	0.038	8.00	1205
		T15	1.76	0.72	0.05	8.15	1205
		T42	1.54	0.41	0.015	8.14	1185
VACIO	-----	PX30	1.29	0.012	0.012	8.04	1260
		T15	1.55	0.012	0.008	8.04	1270
		T42	1.41	0.003	0.004	8.19	1235
	+ 0,2% C	PX30	1.49	0.012	0.014	7.92	1250
		T15	1.74	0.013	0.01	8.09	1255
		T42	1.59	0.003	0.005	8.11	1215

Table II. Carbon, nitrogen, oxygen contents and density at optimum temperature.

CONDICION		TAMAÑO DE GRANO (μm)	MX (%vol)	M_6C (%vol)	MX (tamaño, μm)	M_6C (tamaño, μm)	
GAS	-----	PX30	11.2 ± 0.5	5 ± 1	10 ± 1	1.11 ± 0.06	1.33 ± 0.07
		T15	13.3 ± 0.5	7.4 ± 1	10.9 ± 1.3		
		T42	14.1 ± 0.8	3.8 ± 0.2	7.7 ± 0.5		
	+ 0.2% C	PX30	10.5 ± 0.6	5.3 ± 0.7	10.3 ± 0.9	0.84 ± 0.04	1.12 ± 0.05
		T15	10.4 ± 0.6	8.5 ± 0.5	13.2 ± 0.9		
		T42	13.5 ± 0.9	3.8 ± 0.3	8.3 ± 0.5		
VACIO	-----	PX30	21 ± 1	7.1 ± 0.6	8.5 ± 0.5	3.1 ± 0.2	1.38 ± 0.05
		T15	13.2 ± 0.8	6.6 ± 0.7	6.2 ± 0.7		
		T42	16.4 ± 1	5.4 ± 0.6	6.3 ± 0.7		
	+ 0.2% C	PX30	11 ± 0.5	6.7 ± 0.7	9.4 ± 0.6	3.6 ± 0.3	1.47 ± 0.07
		T15	26.9 ± 1.5	8.5 ± 1.3	6 ± 0.7		
		T42	18 ± 1.5	6.5 ± 0.8	4.4 ± 0.4		

Table III. Austenite grain size, content and diameter of MX and M_6C carbides.

CONDICION		Temperatura de Sinterizado (°C)	TIPO DE EUTECTICO				
			EI	EM6C	EMC	NE	
GAS	-----	PX30	1230	1220	> 1270	-----	> 1270
		T15	1225	1225	1275	-----	-----
		T42	1215	1215	1265	-----	-----
	+ 0.2% C	PX30	1205	1195	> 1240	-----	> 1240
		T15	1205	1205	1260	-----	-----
		T42	1185	1185	1245	-----	-----
VACIO	-----	PX30	1260	1260	1280	1280	1285
		T15	1270	1270	1285	1300	1290
		T42	1235	1235	1245	1245	1275
	+ 0.2% C	PX30	1250	1250	1265	1270	1285
		T15	1255	1255	1275	1290	1280
		T42	1215	1215	1245	1225	1265

Table IV. Sintering temperatures and temperatures at which eutectic carbides are present.

CONDICION			ΔECE (%)	$\Delta SECE$ (%)	R
GAS	-----	PX30	0.68	0.50	1.51
		T15	0.77	0.69	1.35
		T42	0.70	0.53	1.46
	+ 0,2% C	PX30	0.95	0.77	1.31
		T15	0.92	0.84	1.26
		T42	0.79	0.62	1.40
VACIO	-----	PX30	0.09	-0.083	2.19
		T15	0.11	0.026	1.92
		T42	0.31	0.15	1.88
	+ 0,2% C	PX30	0.29	0.11	1.89
		T15	0.29	0.21	1.71
		T42	0.49	0.33	1.66

Table V. Excess and stoichiometric carbon equivalent and atomic ratio between carbides formers.

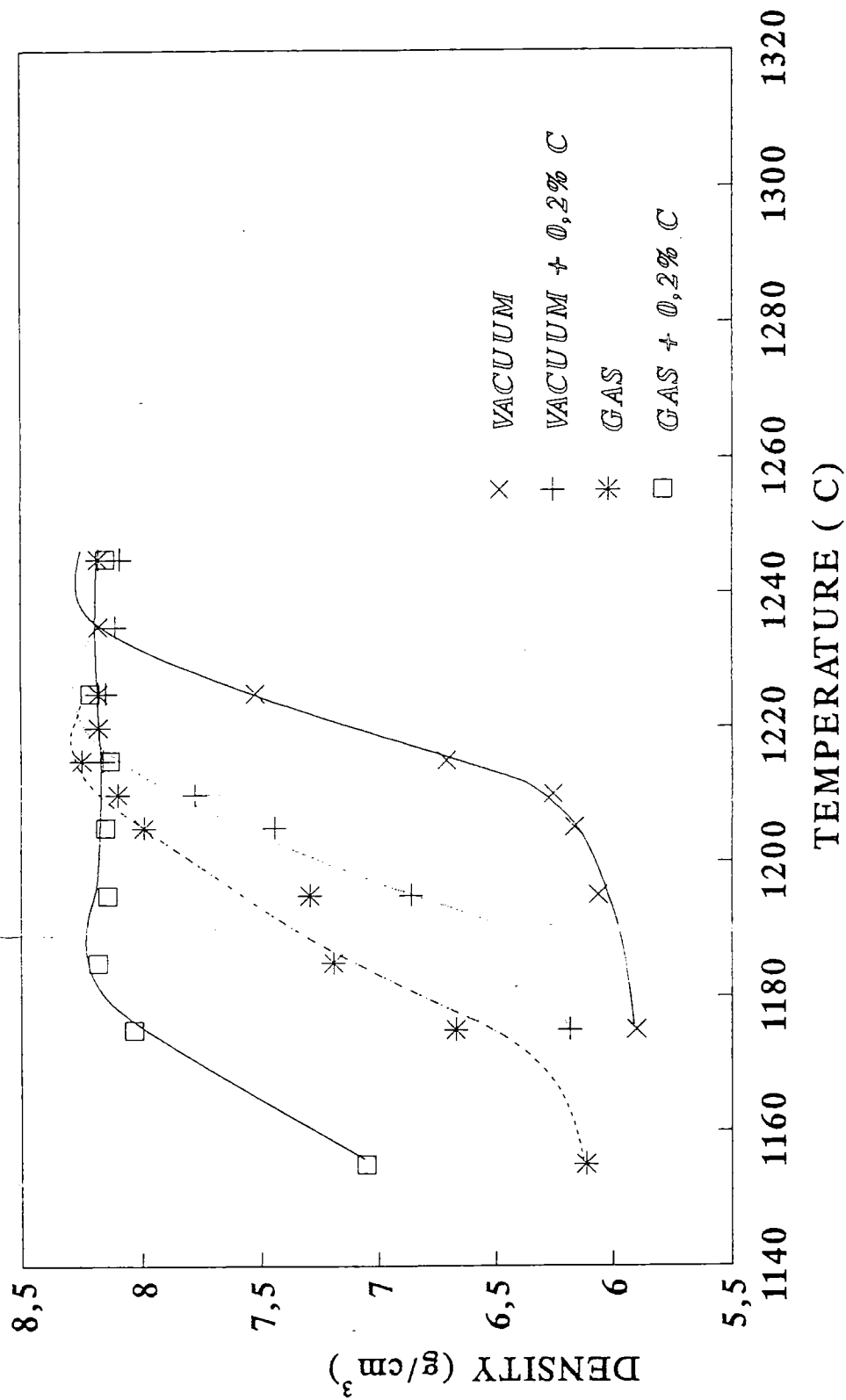


Fig.1.- Effect of sintering temperature and atmosphere on density of T42 HSS with and without elemental carbon

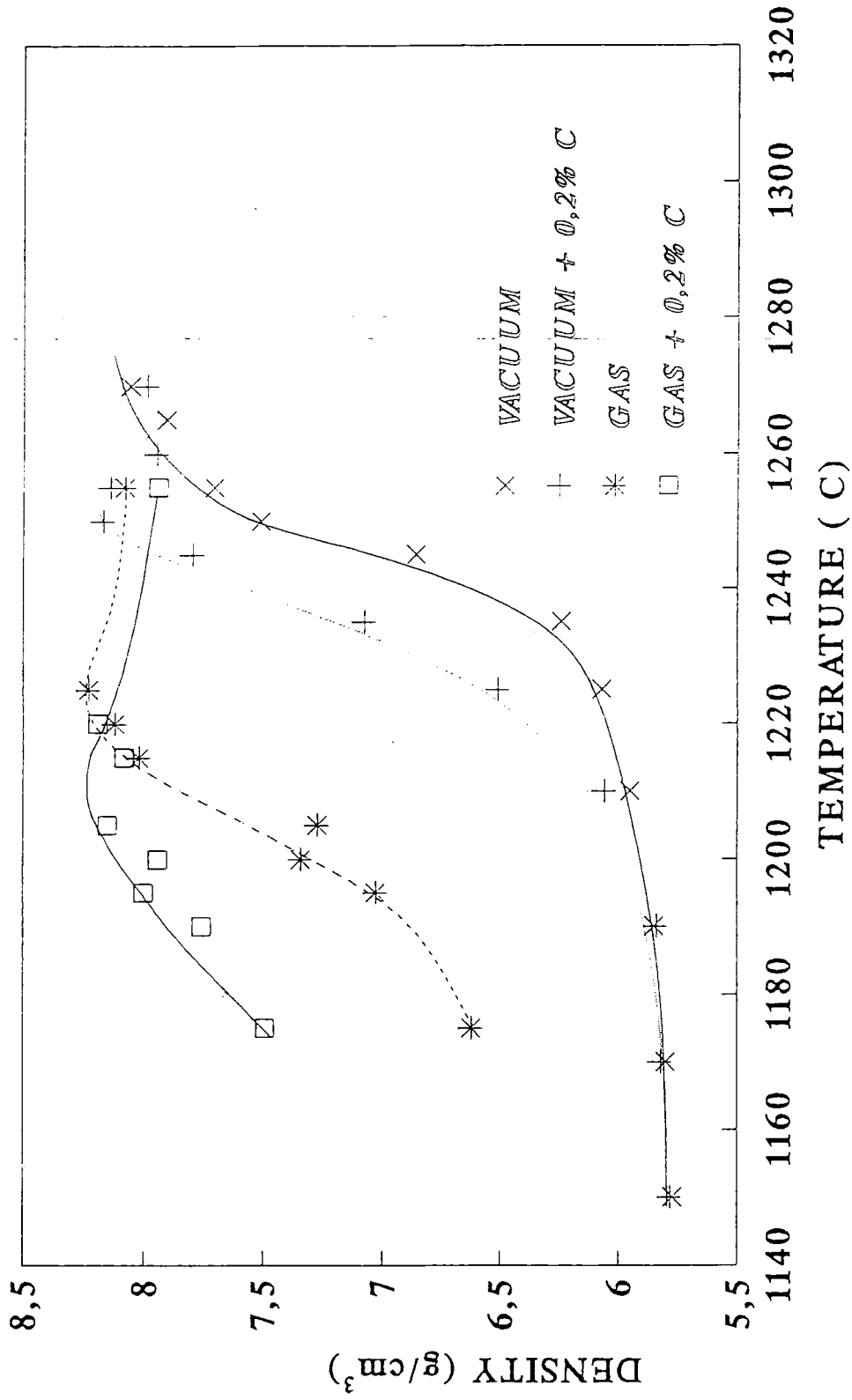


Fig.2.- Effect of sintering temperature and atmosphere on density of T15 HSS with and without elemental carbon

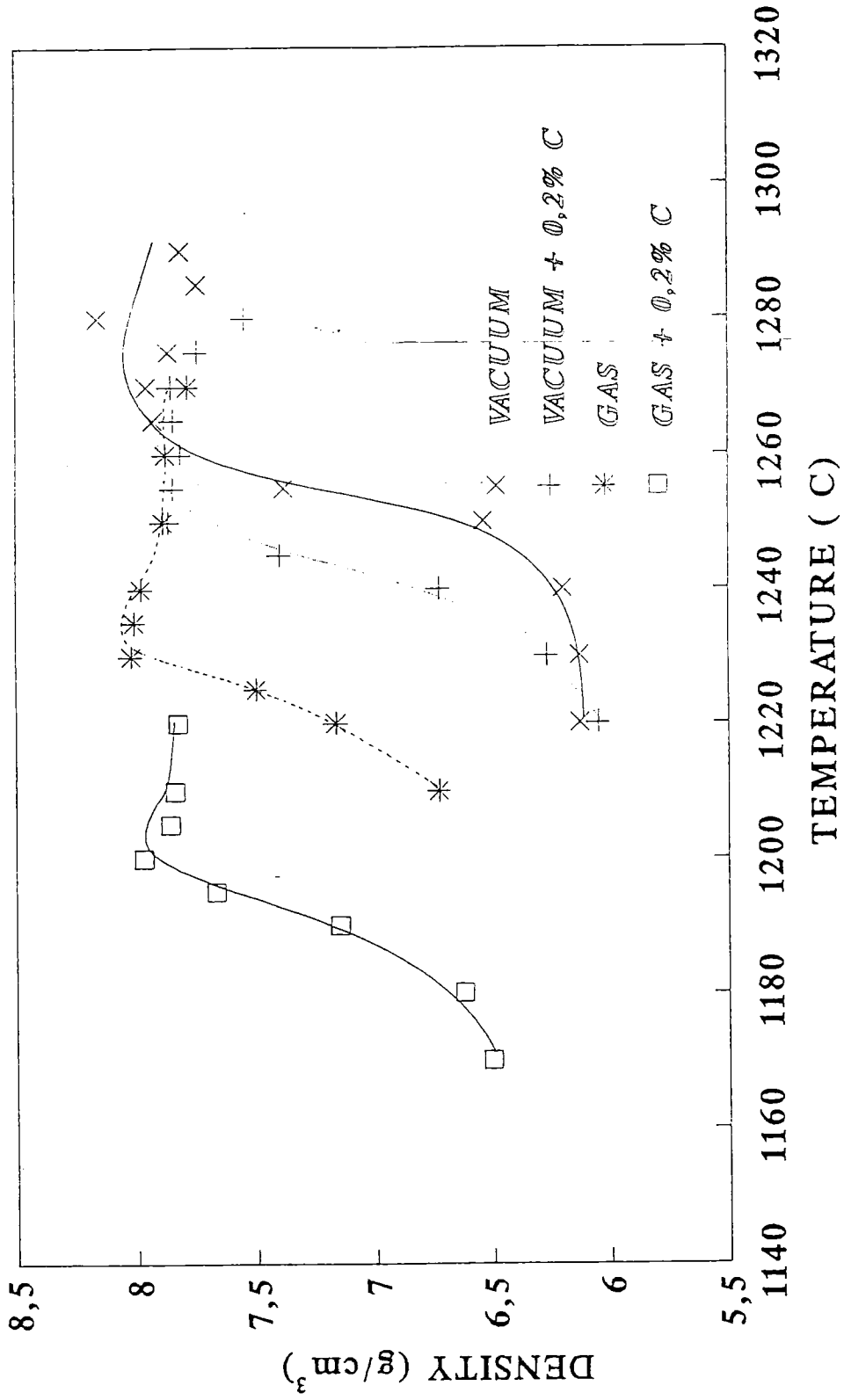


Fig.3.- Effect of sintering temperature and atmosphere on density of PX30 HSS with and without elemental carbon

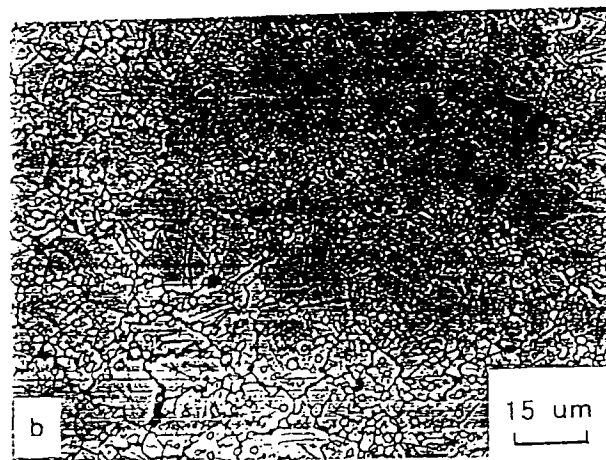
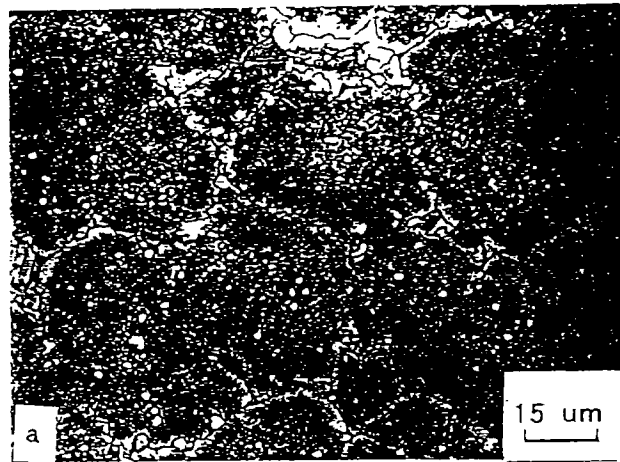


Fig. 4. Microstructure of T42 specimens sintered at optimum temperature:
a) Vacuum.
b) Industrial atmosphere.

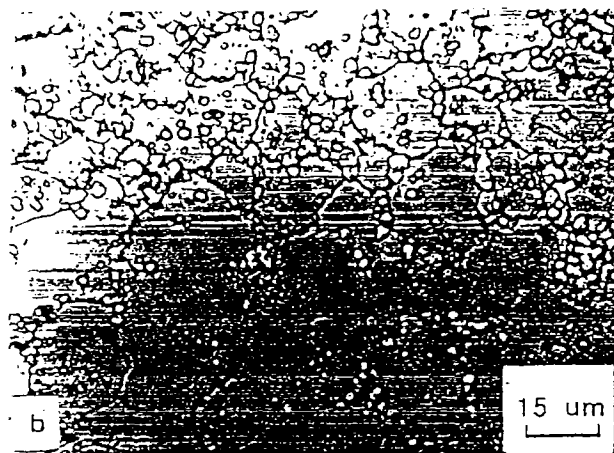
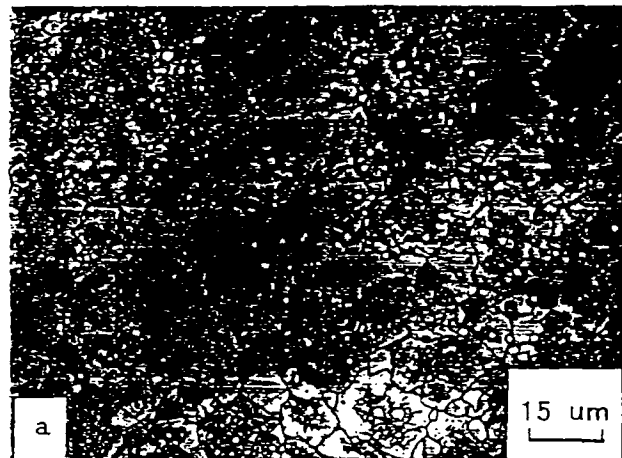


Fig. 5. Microstructure of T15 specimens sintered at optimum temperature:
a) Vacuum.
b) Industrial atmosphere.

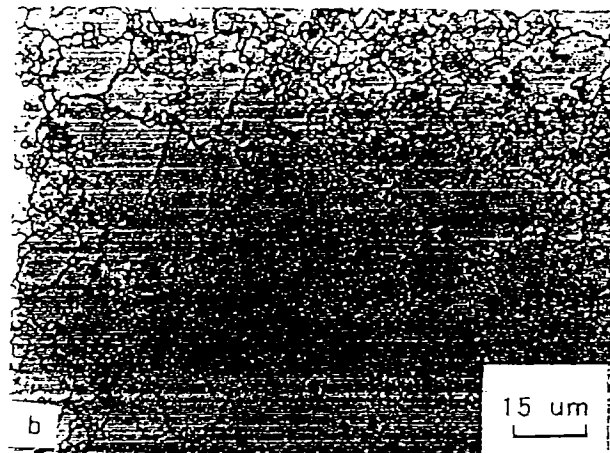
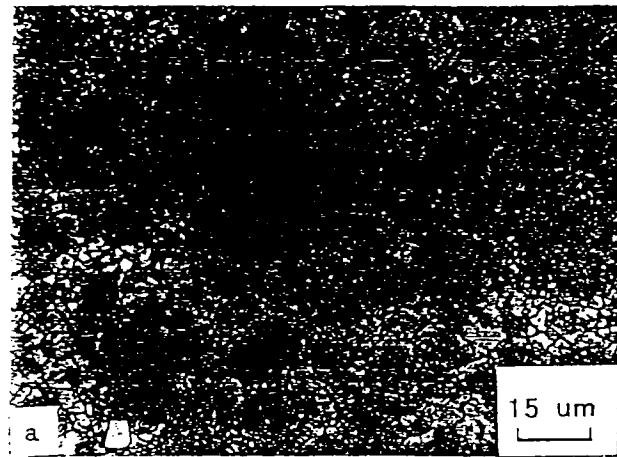


Fig. 6. Microstructure of PX30 specimens sintered at optimum temperature:
a) Vacuum.
b) Industrial atmosphere.

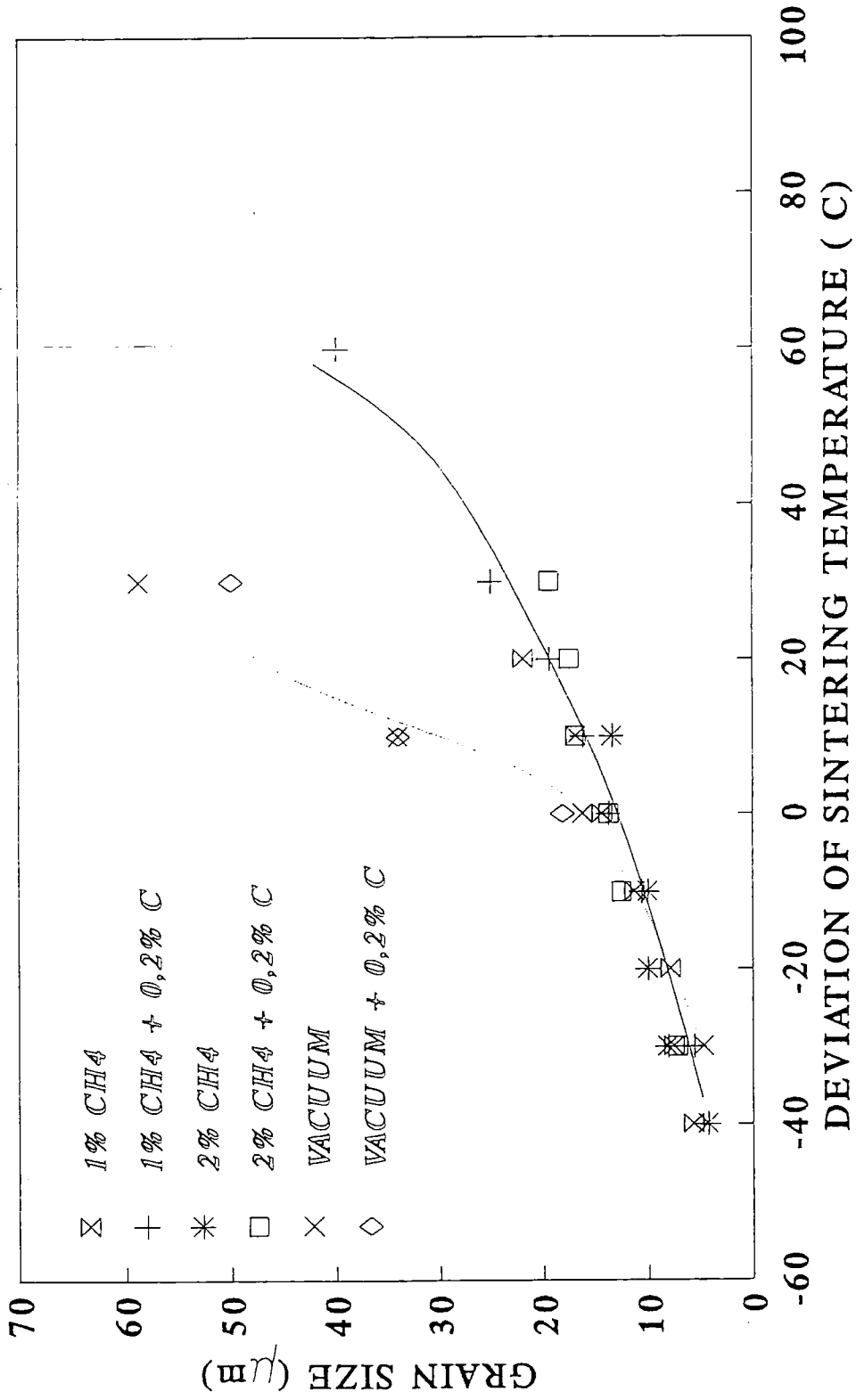


Fig.7.- Variation of austenite grain size with the deviation from the optimum sintering temperature for different sintering atmospheres on T42 HSS

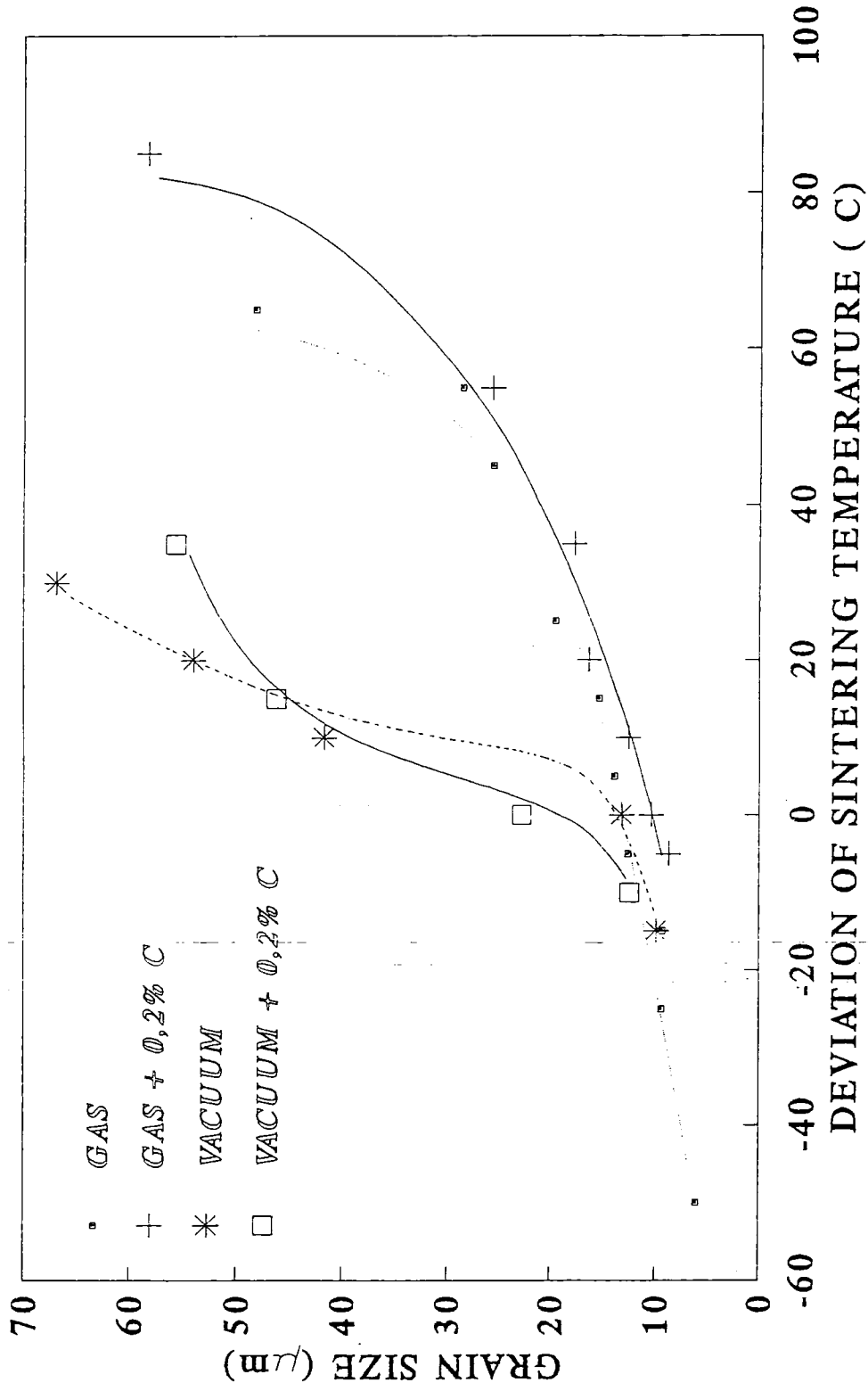


Fig.8.- Variation of austenite grain size with the deviation from the optimum sintering temperature for different sintering atmospheres in T15 HSS

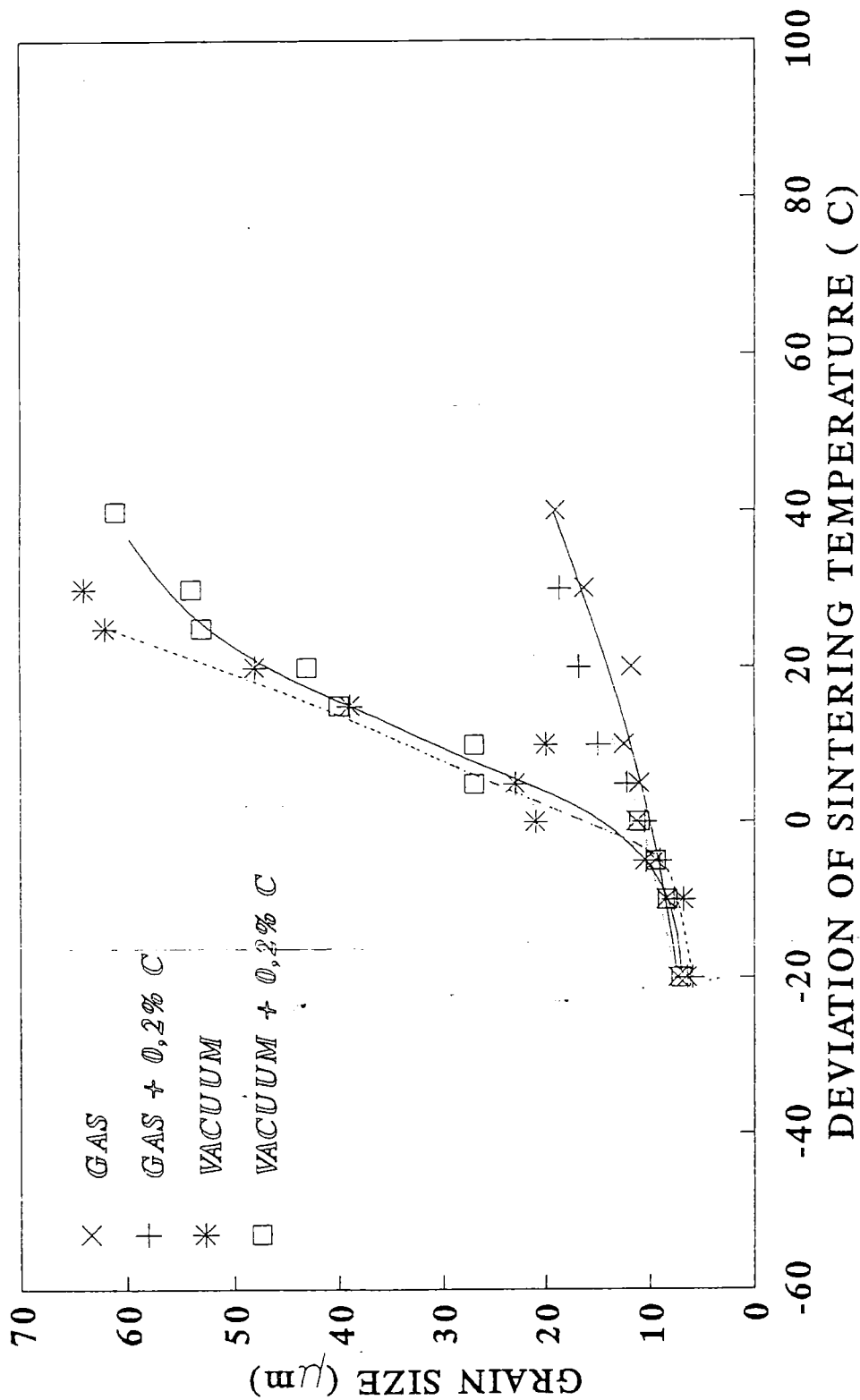


Fig.9.- Variation of austenite grain size with the deviation from the optimum temperature for different sintering atmospheres on PX30 HSS

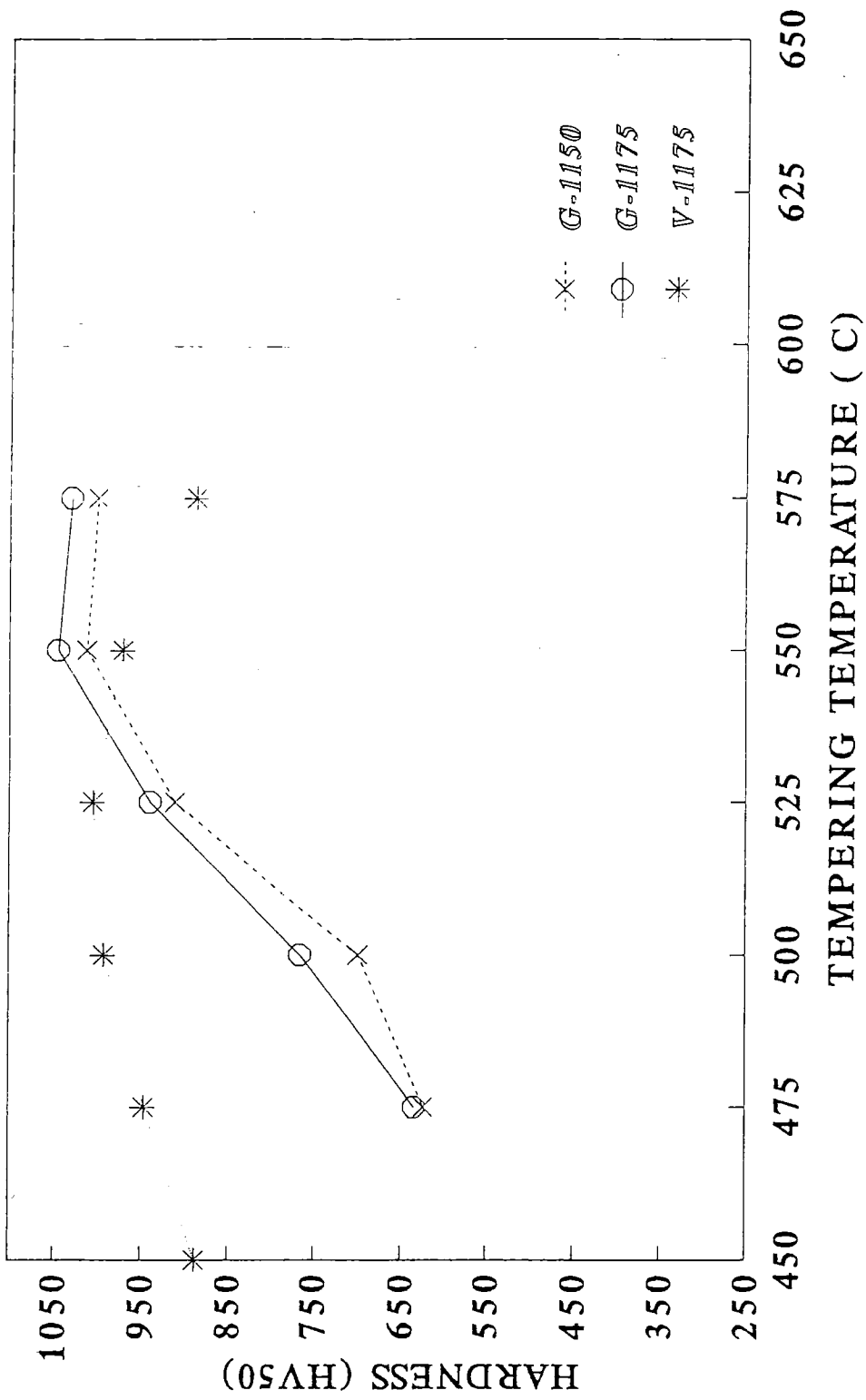


Fig.10.- Variation in hardness with tempering conditions for different sintering atmospheres and different quenching temperatures for T42 HSS

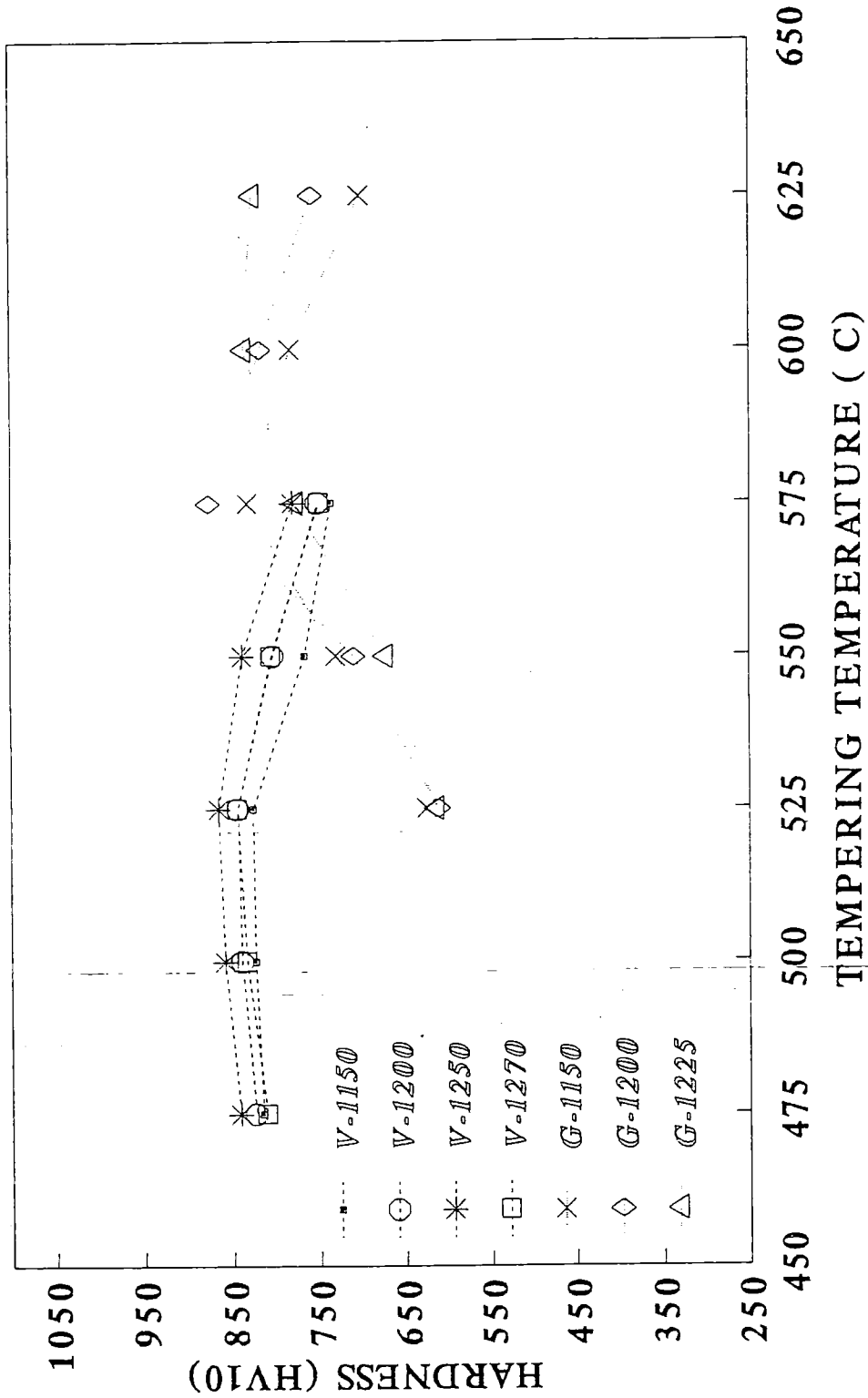


Fig.11.- Variation in hardness with tempering conditions for different sintering atmospheres and different quenching temperatures for T15 HSS

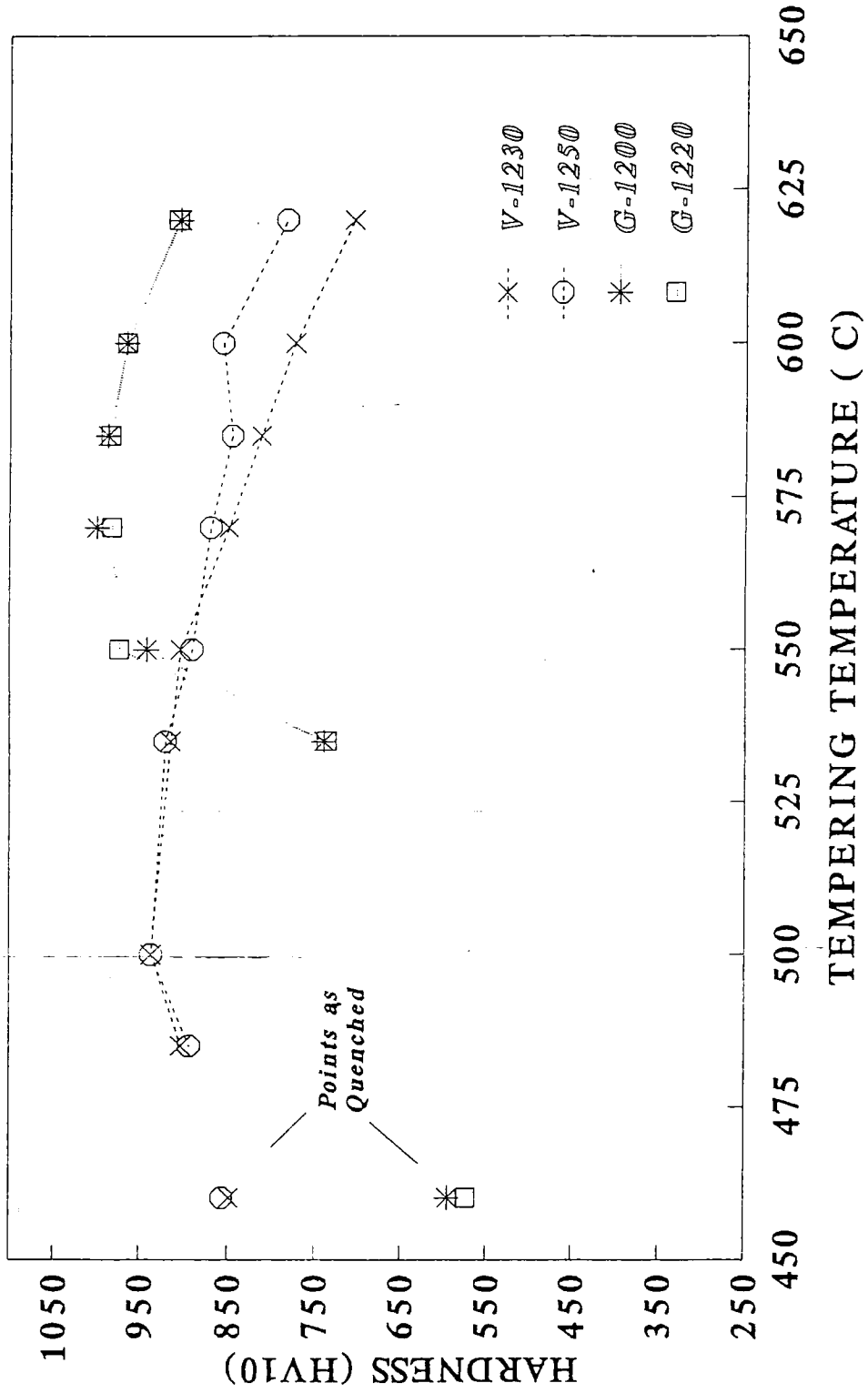


Fig.12.- Variation in hardness with tempering conditions for different sintering atmospheres and different quenching temperatures for PX30 HSS

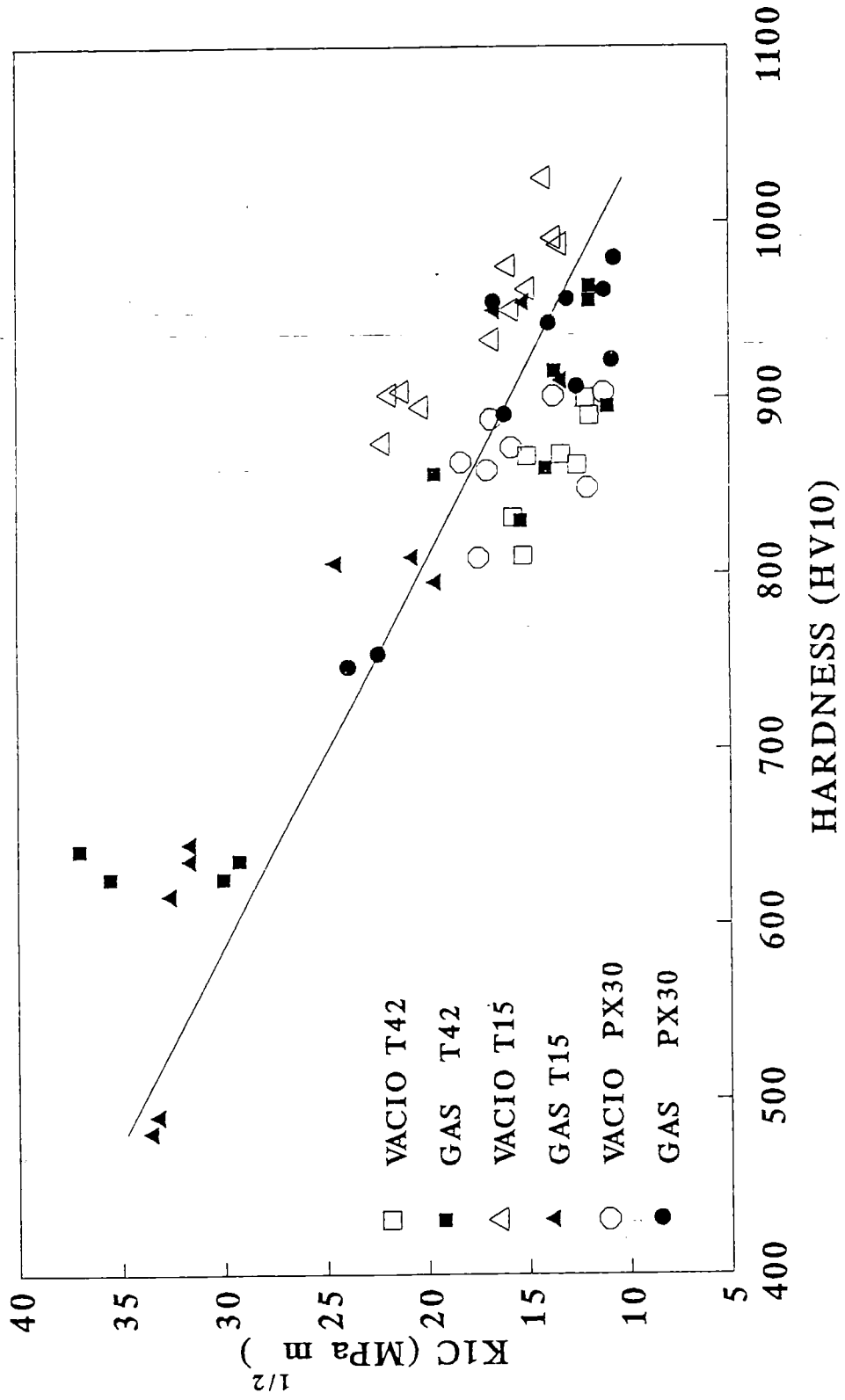


Fig.13.- Variation of fracture toughness with hardness for different sintering atmosphere for T42, T15 and PX30

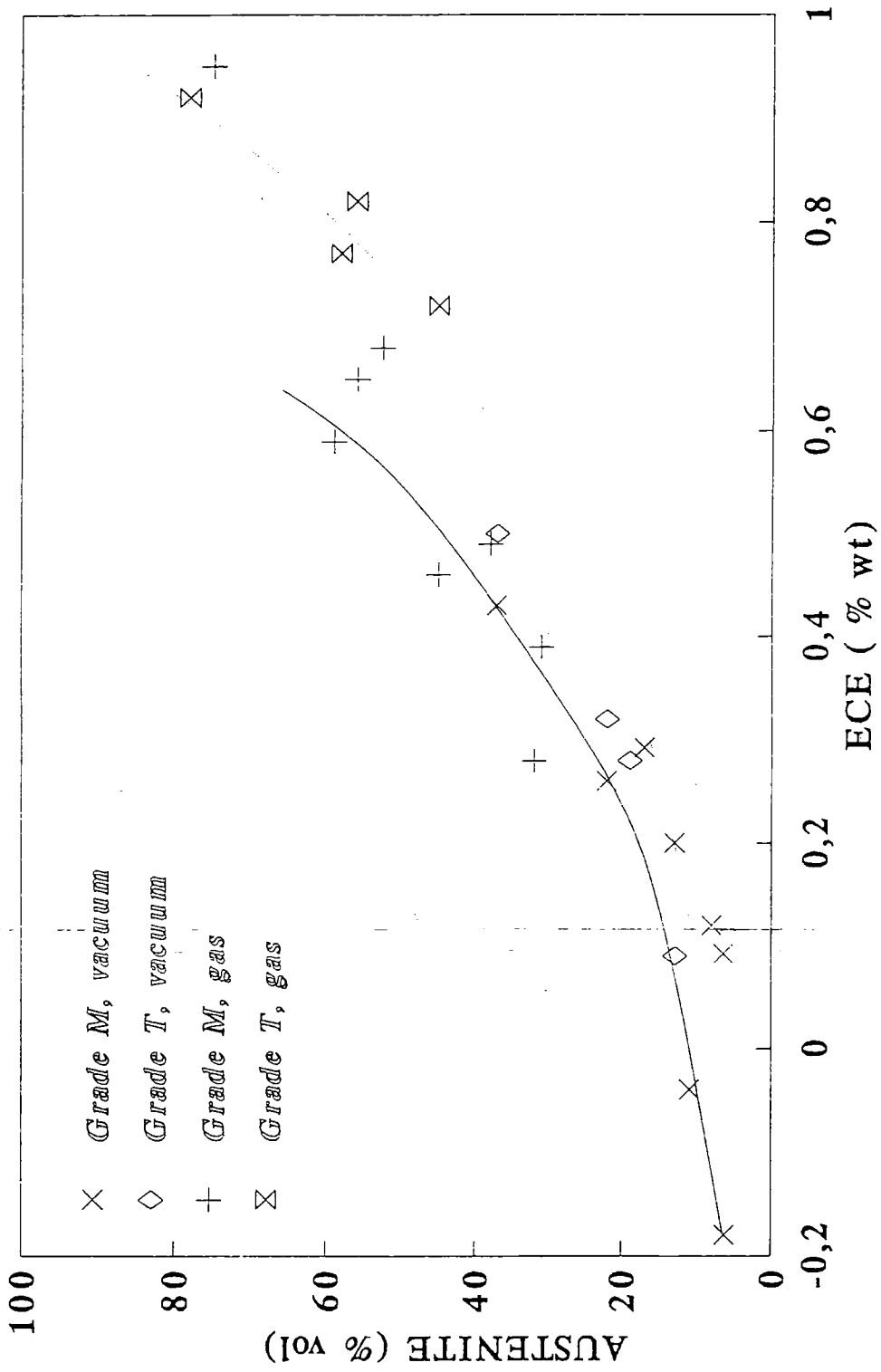


Fig.14.- Variation of retained austenite with de excess of carbon equivalent for different sintering atmospheres and for Grade T and Grade M steels

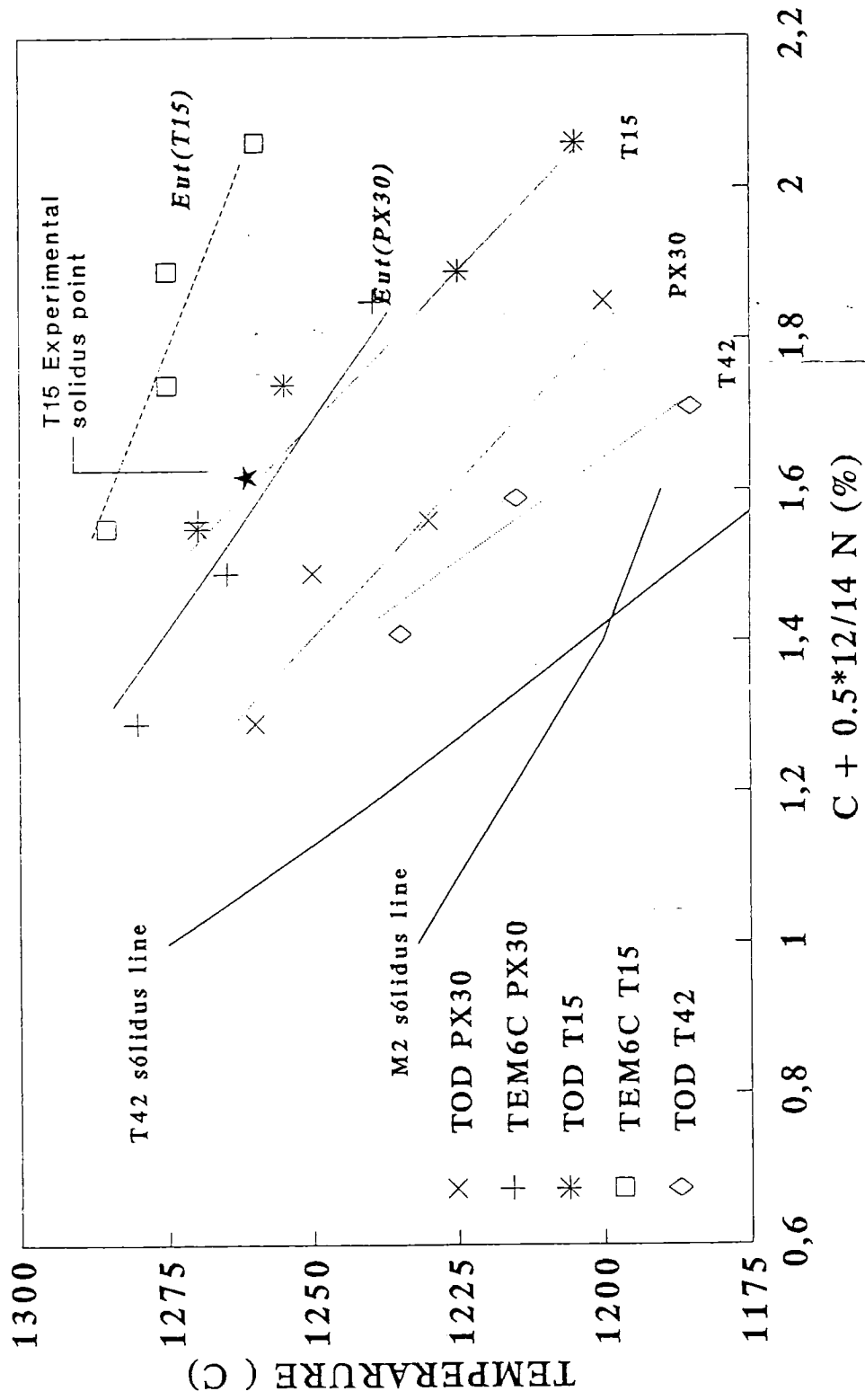


Fig.15.- Comparison of the optimum sintering temperature and temperature of appearance of eutectic carbide with the solidus lines.

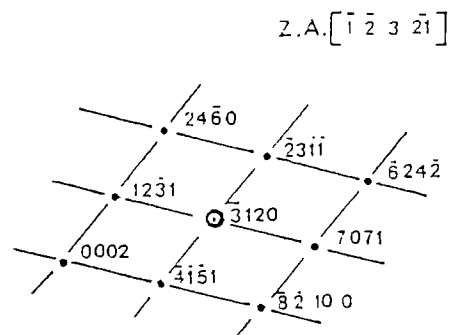
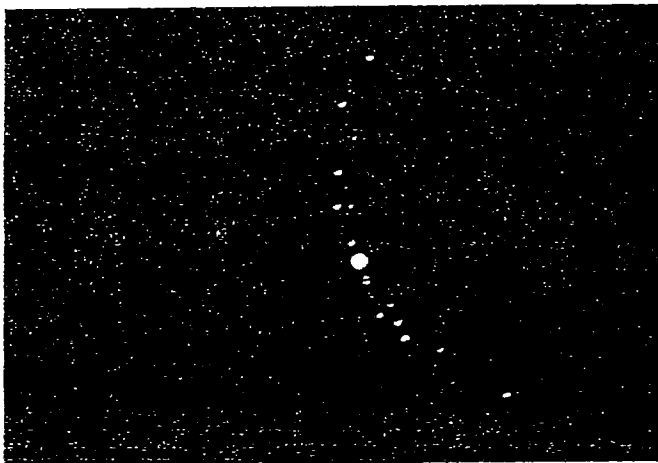
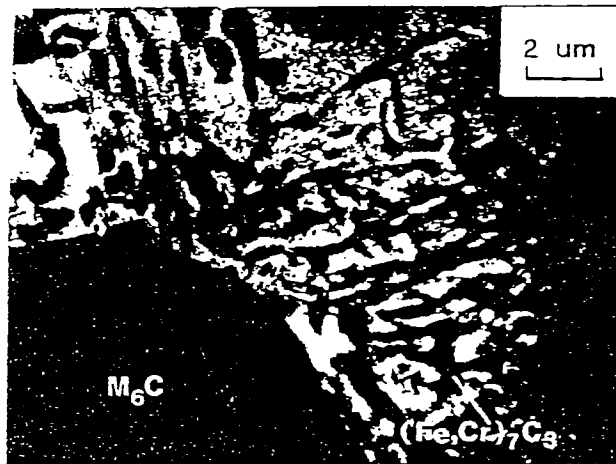


Fig. 16. Coarse precipitated of $(Fe,Cr)_7C_3$ in T15 steel after tempering and its electron diffraction pattern photograph

