

**TENACIDAD A LA FRACTURA DE UN ACERO RAPIDO DE HERRAMIENTAS Px30S
SINTERIZADO EN GAS Y EN VACIO**

Urrutibeaskoa, I; Martínez, V.P. y Urcola, J.J.

CEIT (Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa),
Paseo de Manuel Lardizabal, 15 20009 - SAN SEBASTIAN

Se resumen los resultados de la tenacidad a la fractura de un acero Px30S obtenido por sinterizado en vacío y en una atmósfera (90%N₂,9%H₂,1%CH₄); los productos sinterizados fueron posteriormente templados y revenidos. Se evaluó el factor crítico de intensidad de tensiones mediante el ensayo Barker en probetas cilíndricas cortas entalladas. Dicho factor variaba entre 13.7 MPam^{1/2} para durezas de 850 HV10 y 21.6 MPam^{1/2} para durezas de 720 HV10. La austenita residual presente en el acero era del 1.9 y 25 % respectivamente. La fractografía puso de manifiesto un tipo de fractura de cuasi-exfoliación, observándose pocas facetas y de pequeño tamaño para los revenidos bajos en aceros sinterizados en gas con altos contenidos en austenita residual; para temperaturas de revenido más elevadas y/o para bajos contenidos en austenita residual, las superficies de fractura presentan un mayor número de facetas, asociadas a carburos no disueltos.

The present work summarizes the values of fracture toughness obtained in a high speed steel Px30S, sintered in vacuum and in an atmosphere (90%N₂,9%H₂,1%CH₄). The fracture toughness has been measured using short rod Barker specimens. Fracture toughness values from 13.7 to 21.6 MPam^{1/2} were obtained when hardness changed from 850 HV10 (with 1.9 % retained austenite) to 720 HV10 (with 25 % retained austenite). Fractography has shown that in all specimens the main fracture mechanism is quasi-cleavage, increasing the number of facets with tempering temperature. Some of these facets were associated to primary carbides.

1.- INTRODUCCION

Los primeros trabajos para evaluar la tenacidad en aceros rápidos estuvieron orientados a valorar el efecto de las variables del proceso de fabricación sobre esta propiedad. Se trataba de cuantificar las ventajas que podrían tener los productos pulvimetalúrgicos sobre los mismos aceros fabricados por procesos convencionales y se decidió que la tenacidad a la fractura fuera la propiedad que discriminara qué proceso producía aceros rápidos de mejor calidad.

Johnson [1] estudió la tenacidad a la fractura de dos aceros rápidos, M2 y M7, usando probetas compactas y preagrietadas por fatiga. Las tenacidades disminuían desde 32 a 12 MPa \sqrt{m} cuando la dureza aumentaba desde 42 a 66 HRC. Olsson y Fischmeister [2] midieron la tenacidad a la fractura en un acero rápido M2, fabricado de tres formas diferentes: convencional, extrusión de polvos y

forja de polvos. Utilizaron probetas compactas, pero preagrietadas por impacto de acuerdo al método propuesto por Eriksson [3]. Los resultados para el acero M2 convencional concordaban con los de Johnson, y los valores de K_{Ic} disminuían de 32 a 13 MPa \sqrt{m} cuando la dureza se incrementaba de 50 a 65 HRC. En los aceros sinterizados-extruidos y sinterizados-forjados los valores de tenacidad fueron similares, aunque encontraron que el elevado contenido de oxígeno en los polvos $\approx 2000-2500$ ppm afectaba negativamente a la tenacidad a la fractura.

Wronski y col. [4] estudiaron las propiedades de tenacidad de un acero rápido 18.4.1 convencional y otro sinterizado. La tenacidad a la fractura de ambos materiales se encontraba en el rango de 18 a 25 MPa \sqrt{m} -aunque ambos aceros alcanzaron los 30 \sqrt{m} - pero el acero sinterizado resultó algo más tenaz con un valor medio de ≈ 25 \sqrt{m} .

Rescalvo y Averbach [5] en el mismo acero 18.4.1 convencional, en muestras compactas pre-agrietadas por fatiga, midieron valores de K_{Ic} que variaban desde 20 a 22 MPa \sqrt{m} para durezas comprendidas entre 63 a 59 HRC. Concidieron con Olsson y Fischmeister en opinar que la tenacidad a la fractura está controlada principalmente por la microestructura y esencialmente por las propiedades de la matriz.

La fractura de los aceros rápidos de herramientas está generalmente asociada a inclusiones, porosidad y aglomerados de carburos [6,7]. El primero de dichos defectos se puede evitar utilizando aceros muy limpios; es el caso de los aceros fabricados convencionalmente. Éstos tampoco tienen el problema de porosidad residual, pero si presentan una severa estratificación de carburos segregados, producto de la solidificación y de los tratamientos termomecánicos previos. Por tanto, en los aceros convencionales los aglomerados de carburos suelen ser los núcleos de iniciación de grietas, pero el crecimiento de ellas viene controlado por las características de la matriz - principalmente martensita y austenita- y de la intercara matriz-carburo [8-9].

La metalurgia de polvos ofrece ventajas en cuanto a tener un control realmente efectivo en la distribución y tamaño de carburos. Además, es un método alternativo que ofrece menores pérdidas de material en el proceso de mecanizado final y menor costo de fabricación. La mejora de la microestructura puede permitir una notable disminución tanto de la deformación como del agrietamiento durante el tratamiento térmico de las piezas, así como mejores propiedades mecánicas. Una microestructura más uniforme proporciona una mejor tenacidad.

En el presente trabajo, que es continuación de otro realizado sobre un acero T15 [10], se evalúa la tenacidad a la fractura de un acero Px30S sinterizado en vacío y en gas. Los ensayos se realizaron sobre probetas cilíndricas cortas con entallas del tipo "chevron" (Probetas Barker). Se analiza la influencia de los tratamientos térmicos de revenidos múltiples a diferentes temperaturas, así como la cantidad de austenita retenida.

2.- TECNICAS EXPERIMENTALES

La composición química de los polvos se presenta en la Tabla 1.

Las muestras fueron compactadas en frío en una matriz cilíndrica a una presión de 500 MPa. Los compactos para

Tabla 1.- Análisis químicos de los polvos

C	Cr	Co	Mn	Mo	V	W	O ₂ (ppm)
1.29	4.03	8.45	0.64	4.83	2.96	6.25	667

lograr los cilindros de tenacidad Barker se prensaron a dimensiones de 24 mm de altura y 16 mm de diámetro. La sinterización se realizó en un horno Lindberg de 6 calefactores de carburo de silicio, que permite alcanzar temperaturas hasta 1500°C. Como cámara de horno se utilizó un tubo metálico de acero inoxidable refractario. El tubo conteniendo la muestra era sometido a un vacío mejor que $\approx 2 \times 10^{-5}$ bars o se hacía fluir en el interior del mismo, previa una purga, la atmósfera gaseosa (90%N₂, 9%H₂, 1%CH₄). Tras el sinterizado, el tubo conteniendo las muestras se enfriaba al aire, obteniéndose una velocidad de enfriamiento de $\approx 250^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta 800°C.

Las probetas antes de ser tratadas térmicamente fueron mecanizadas según las dimensiones propuestas por Barker [11] para una relación entre longitud y diámetro de 1.5. Tras el mecanizado, las probetas fueron austenizadas a 1200°C durante tres minutos, templadas en aceite y revenidas por tres veces -durante una hora cada vez- a las temperaturas de 535, 550 y 570°C las sinterizadas en vacío y 550, 585 y 620°C las de gas.

A través de la técnica de Metalografía cuantitativa se determinó el tamaño de grano austenítico y la fracción volumétrica de carburos totales para las diferentes condiciones de tratamientos térmicos. En el primero de ellos, se utilizó el método de intersección lineal media [12], sobre un promedio de 650 intersecciones. Las muestras eran atacadas con reactivo Vilella, con objeto de no revelar la martensita y definir más claramente las juntas de granos.

La cantidad de austenita retenida para todas las condiciones de tratamientos térmicos, fue medida a través de difracción de rayos X, según el método propuesto por Miller [13]. A través de técnicas de metalografía cuantitativa [12] se determinó la cantidad de carburos -MC y M₆C- y su composición química fue analizada mediante el sistema de microanálisis EDAX.

Los ensayos de tenacidad a la fractura de cilindros cortos se realizaron en una máquina universal Instron con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 0.05 mm min⁻¹, siguiendo un procedimiento desarrollado por Barker [11]. Una descripción de la realización práctica del ensayo está detallada por Martínez y col. [9]. Técnicas de S.E.M.

también fueron empleadas para analizar las superficies de fractura de las probetas de tenacidad Barker.

3.- RESULTADOS

Todas las muestras sinterizadas alcanzaron densificaciones sobre un 99% de la densidad teórica. Los tamaños de grano austenítico medidos en la condición de temple, fueron de $20 \pm 1 \mu\text{m}$ en las sinterizadas en gas y de $17.8 \pm 0.9 \mu\text{m}$ en las de vacío. Por otra parte, se encontró que para el material sinterizado en vacío el tamaño máximo de carburo analizado -MC- fue de $\approx 11.6 \mu\text{m}$, siendo su tamaño medio de $\approx 3.6 \mu\text{m}$. Para el sinterizado en gas, el tamaño medio de los carburos M_6C fue de $1.62 \mu\text{m}$, siendo el mayor de $9.41 \mu\text{m}$; el tamaño medio de los carbonitruros MX fue de $0.96 \pm 0.04 \mu\text{m}$. En la Fig. 1 se presentan las micrografías correspondientes al tratamiento térmico del acero Px30S. En las muestras templadas la microestructura es principalmente martensita fina, austenita retenida (en mayor cantidad en las muestras sinterizadas en gas) y carburos M_6C y masivos primarios del tipo MC (en las muestras sinterizadas en vacío) y finos carburos MX en las muestras sinterizadas en gas. La composición química de los diversos carburos y carbonitruros se presenta en la Tabla 2.

Tabla 2.- Composición química de carburos primarios

		Mo	V	Cr	Fe	Co	W
VACIO	M_6C	21.6	3.8	3.2	30.0	3.9	37.5
	MC	19.3	42.9	3.4	4.1	0.3	30.0
GAS	M_6C	21.8	1.9	2.7	30.1	3.8	39.6
	MX	6.2	53.3	3.2	6.4	4.6	26.2

De la Tabla 2 se desprende que los carburos del tipo MC son ricos en vanadio y wolframio, en cambio, los del tipo M_6C lo son en wolframio y hierro. También conviene resaltar que el cobalto sólo se encuentra presente en partículas del tipo M_6C . La cantidad total de carburos presente tras el austenizado y temple es de ≈ 8.8 y 16.4 % para las muestras sinterizadas en vacío y en gas respectivamente, presentando dichas muestras durezas de ≈ 800 y 543 HV10 respectivamente. En el revenido -Fig. 1b y d- no se observan un cambios microestructurales notables, excepto la progresiva sustitución de austenita por martensita. La probeta sinterizada en gas y revenida por tres veces a 585°C -Fig. 1(b)- tiene ≈ 9.8 % de austenita

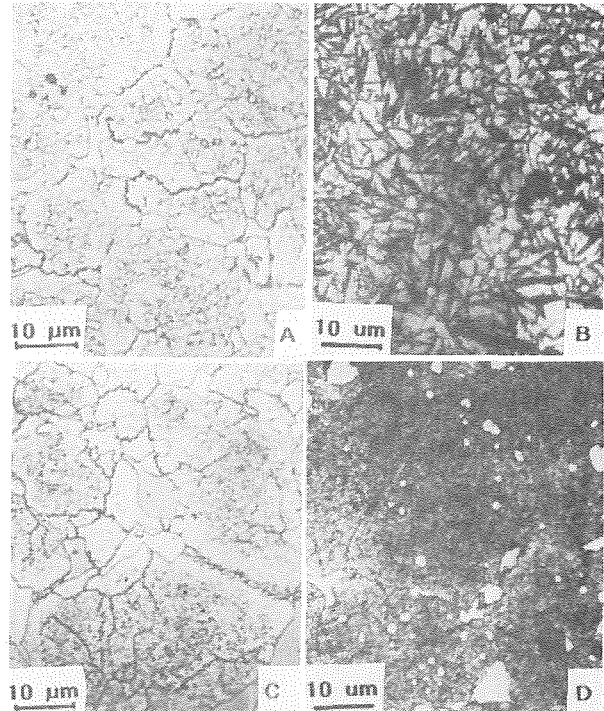


Fig. 1.- Microestructuras de trat. térmicos. (a) Sinterizado en gas y austenizado a 1200°C , (b) idem Rev. 585, (c) Sinterizado en vacío y austenizado a 1200°C y (d) idem revenida a 550°C .

retenida y una dureza media de 850 HV10, la sinterizado en vacío y revenida a 550°C -Fig. 1(d)- contiene ≈ 3.3 % de austenita y una dureza media de 780 HV10. Se observa claramente que la dureza aumenta conforme el contenido de austenita retenida disminuye; en la Fig. 2(a) se han representado todos los pares de valores determinados de dureza y austenita retenida. La ecuación para este ajuste es

$$H \text{ (HV10)} = 817 - 2.72 \times (\% \gamma_R) \quad (1)$$

el límite de confianza del 95% para la pendiente, en este caso varía entre -1.30 y -4.14 . La Fig. 2(b) muestra la variación de la tenacidad a la fractura con la dureza, e, indirectamente, con la cantidad de austenita retenida. Los valores experimentales que se han representado en la Fig. 2(b) se ajustaron a una recta cuya ecuación es:

$$K_{Ic} \text{ (MPa.m}^{3/2}\text{)} = 48.0 - 0.004 \times H \text{ (HV10)} \quad (2)$$

en que el intervalo de confianza del 95% para la pendiente es de -0.0021 y -0.0059 .

En la Tabla 3 se resume los valores de tenacidad, dureza y cantidad de austenita residual. También se agregan los valores de los tamaños de las zonas plásticas r_p , en función de la temperatura de revenido. Cada cifra

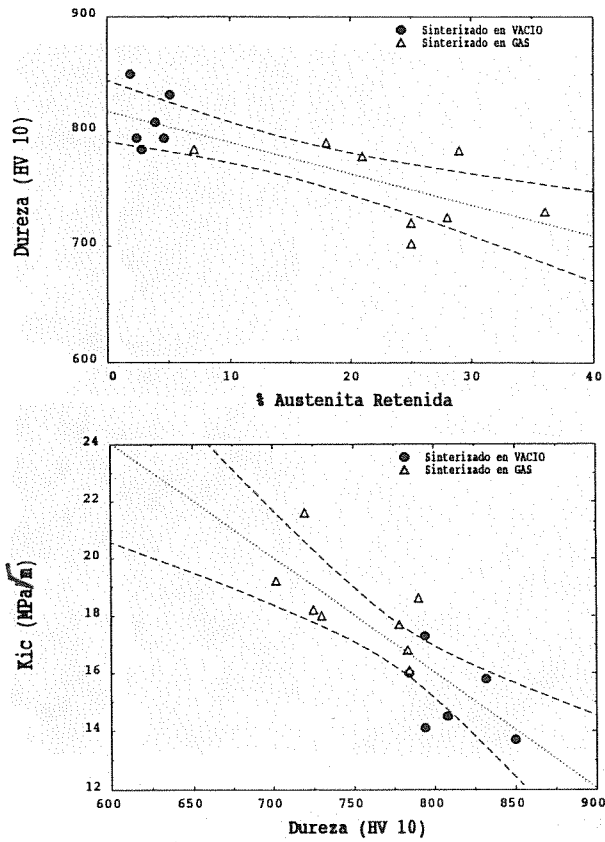


Fig. 2.- (a) Relación entre dureza y cantidad de austenita retenida. (b) Relación entre K_{Ic} y dureza de rev.

representa el valor medio de tres medidas. Se observa que conforme la dureza de revenido aumenta, desde 725 a 784 HV10, la tenacidad a la fractura disminuye de 19.3 MPa \sqrt{m} a 17.5 MPa \sqrt{m} . Este descenso de tenacidad está acompañado de una disminución de la cantidad de austenita retenida, desde 29.6 a un 15.3 %. En vacío, la variación de dureza es entre 830 y 789 HV10, y le corresponde una variación de tenacidad entre 14.6 y 19.7 MPa \sqrt{m} .

La observación de las superficies de fractura mostró que, aunque todas las superficies presentan un modo mixto de fractura -quasi-cleavage- es posible encontrar algunas diferencias. En la Fig. 3a se muestra la superficie de fractura de una probeta 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 M_6C , algunos de ellos rotos o agrietados. La fractura de la Fig. 3b, en cambio, pertenece a una probeta sinterizada en vacío y revenida a 550°C, con un 1,9% γ_R y 850 HV de dureza. En ella se pueden encontrar carburos masivos MC. En ambas se ven inclusiones de SMn entre los carburos.

Tabla 3.- Resumen de γ_R , dureza, K_{Ic} y tamaños de zonas plásticas

Atmósfera de sint.	Temp. de Rev. (°C)	Austenita Ret. (%)	Dureza (HV10)	K_{Ic} MPa $\cdot m^{1/2}$	r_p (μm)
gas	550	29.6	725	19.3	3.4
	585	27.0	743	18.0	2.8
	620	15.3	784	17.5	2.4
vacío	535	2.4	794	14.1	1.5
	550	3.6	830	14.6	1.5
	570	3.7	789	19.7	3.0

4.- DISCUSION

La austenita retenida es un microconstituyente propio de los aceros rápidos de herramientas tras el temple principalmente por la gran cantidad de elementos aleantes presentes en los mismos que al entrar algunos de ellos en solución la estabilizan a temperatura ambiente; los más importantes entre éstos últimos son el carbono y el nitrógeno. En el presente caso, como en otros aceros, tras el sinterizado en atmósfera industrial -con la incorporación de nitrógeno durante la sinterización- [14], la cantidad de austenita retenida resulta mayor que en los aceros sinterizados en vacío para las mismas condiciones de revenido. En este acero se presenta también una disminución de la dureza con la cantidad de austenita retenida. Se debe destacar, sin embargo, que la pendiente media de la curva de la Fig. 2a es inferior a la encontrada para otros [10].

La determinación de la tenacidad a la fractura a través del método propuesto por Barker ofrece considerables ventajas respecto de los métodos establecidos para probetas compactas. Especialmente si se considera que en las probetas cilíndricas cortas no es necesario el pre-agrietamiento, ya sea por fatiga [15] o por impacto [3], que son los métodos más utilizados en aceros rápidos de herramientas. En este tipo de ensayos las entallas tipo chevron de la probeta Barker imponen el camino de propagación a la grieta. Aún existiendo defectos importantes, como son carburos masivos del tipo MC, poros residuales e inclusiones de SMn, la grieta principal no logra cambiar de plano de fractura.

Los valores de tenacidad a la fractura que se han obtenido en el presente trabajo son comparables a otros resultados obtenidos en otros aceros, tanto tras sinterizado en vacío como en atmósfera industrial. Se debe destacar también que

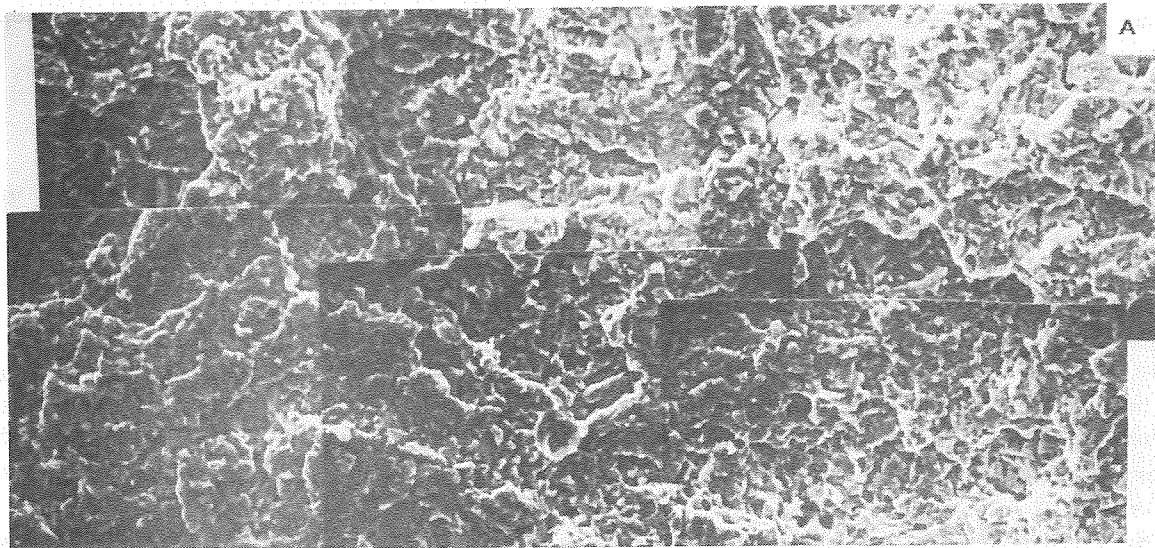
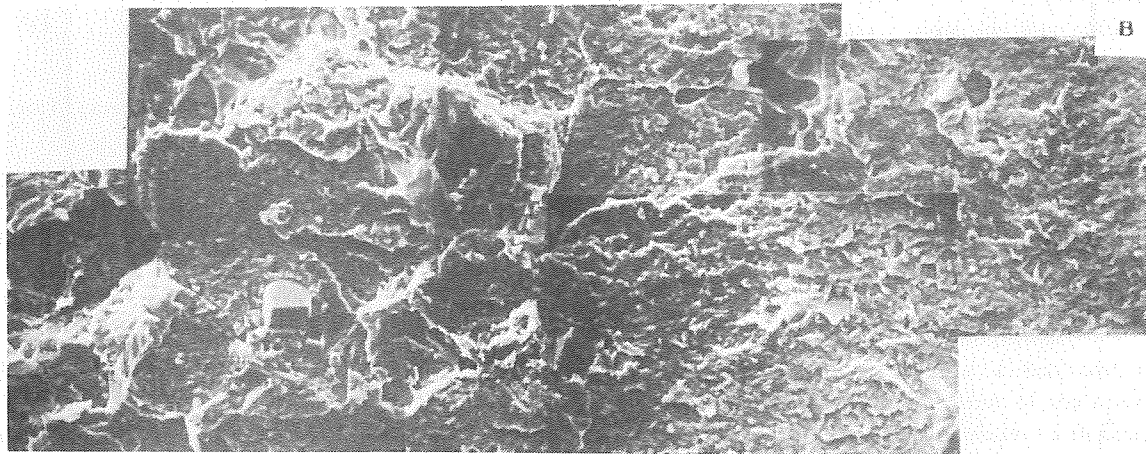


Fig. 3 a) Fractura de probeta sinterizada en gas y revenida a 620°C
b) Fractura de probeta sinterizada en vacío y revenida a 550°C



la tenacidad a la fractura disminuye al aumentar la dureza, siendo en este caso la pendiente de disminución media inferior a la observada en otros aceros [10]. Por otra parte, en la Fig. 4 se representa la tenacidad a la fractura frente a la cantidad de austenita residual. Se observa un aumento de la tenacidad con la cantidad de austenita residual. Este hecho es debido en parte a que la austenita retenida al ser más tenaz que la martensita, se deforma plásticamente en el frente de la grieta principal, logrando de este modo un enroscamiento de ésta que frenará su propagación a través de la matriz; pero se ha observado además [16] que la austenita se transforma en martensita en el frente de la grieta, actuando por tanto como un disipador o absorbedor de energía, lo que hace que aumente la tenacidad. Un hecho que debe destacarse es la aparente saturación del efecto de la austenita residual en la tenacidad a la fractura a partir de fracciones del orden del 30%. Este fenómeno, que ha sido observado en otros aceros rápidos [14] y en una fundición ADI [17], parece indicar, dado que la propagación de la grieta afecta exclusivamente a una región, estrecha a ambos lados de la misma, que un

aumento en la fracción volumétrica de la fase blanda (a través de la cual progresa la grieta) por encima de la fracción mínima (30%) para lograr una fase continua, va a tener poco efecto en la tenacidad a la fractura.

El modo de fractura y el aspecto superficial observado en la Fig. 3, coincide con el observado por otros investigadores [2,9,18,19]. En estos aceros la fractura ocurre de un modo mixto ó transgranular complejo. El aumento de la tenacidad está acompañado por un cambio fractográfico poco notorio en la superficie de fractura. A mayor tenacidad se observa, quizás, que la matriz no presenta facetas de gran tamaño. Los carburos secundarios no se encontraron fracturados, con lo que, como Knott [20] sugiere, no habrían actuado como centros de nucleación de la grieta. Por el contrario, los carburos masivos primarios precipitados en las juntas de granos si se observan en forma de facetas. Olsson y col. [2] señalan que estas partículas individuales distribuidas aleatoriamente en los aceros pulvimetalúrgicos, serían el camino preferencial para la propagación de la grieta en contraposición al de las

cadenas de carburos encontradas en los aceros convencionales.

Para las más elevadas durezas, la fractografía de la Fig. 3b presenta un cambio en relación a la cantidad de facetas en la matriz. Se observa que prácticamente no existe evidencias de microplasticidad. Lee y col. [8] señalan que en estas condiciones de microestructura existe una escasa definición de los planos de exfoliación, presentándose por tanto un modo complejo de fractura.

Olson y col. [2] señalan que la propagación de la grieta generalmente se considera que es dependiente de la microestructura cuando el tamaño de la zona plástica en la punta de la grieta es similar a los parámetros metalúrgicos, como por ejemplo, el tamaño de grano austenítico. Si se tienen condiciones de deformación plana, el radio de esta zona está dado por $1/6\pi (K_{Ic}/\sigma_y)^2$ [20]. Los valores determinados para este acero y estimando que el esfuerzo de fluencia σ_y es un tercio de la dureza HV expresada en MPa, se encuentran en la Tabla 3. En ella se observa que los tamaños de las zonas plásticas son del orden de los tamaños de grano austeníticos. Esto lleva a suponer que la propagación de la grieta podría estar controlada por dicha característica microestructural.

5.- CONCLUSIONES

- 1) La tenacidad a la fractura mantiene una relación inversa con la dureza de revenido, encontrándose una razonable correlación para el pequeño rango de durezas logrado con los diferentes revenidos.
- 2) Se ha observado que existe una aceptable correlación entre dureza de revenido y cantidad de austenita retenida.
- 3) El análisis fractográfico ha mostrado que el modo de fractura en las probetas cilíndricas cortas es del tipo mixto "quasi-cleavage".
- 4) La tenacidad a la fractura aumenta con el contenido en austenita residual hasta porcentajes del 30%, observándose una saturación para valores superiores.
- 5) No se han encontrado diferencias significativas en el comportamiento mecánico de los aceros sinterizados en gas y en vacío.

6.- REFERENCIAS

- [1] Johnson A.R.; Metall. Trans., Vol. 8A, 1977, pp. 891-897.
- [2] Olsson L.R. y Fichmeister H.F.; Powder Metall., N° 1, 1978, pp. 127-140.
- [3] Ericksson K.; Scand J. Metall., 2, 1987, pp. 197-203.
- [4] Wronski A.S., Rebbeck M.M. y Amen S.A.; J. Mater. Sci., 23, 1988, pp. 2213-2219.

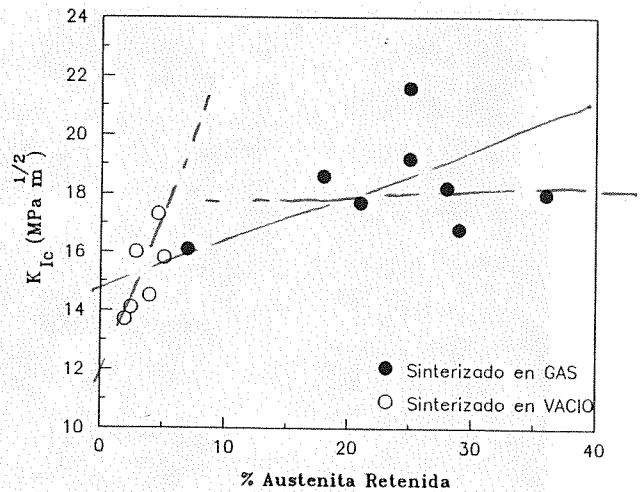


Fig. 4 - Variación de K_{Ic} con la cantidad de austenita retenida.

- [5] Rescalvo J.A. y Averbach B.L.; Metall. Trans., 10A, 1979, pp. 1265-1271.
- [6] Wronski A.S., Hussein-AI-Yassari L.B. y Jagger F.L.; Powder Metal., 22, 1977, pp. 109-118.
- [7] Shelton P.W. y Wronski A.S.; Mater. Sci. and Techn., Vol. 13, 1987, pp. 260-267.
- [8] Lee S.C. y Worzala F.J.; Metall. Trans., Vol. 12A, 1981, pp. 1477-1484.
- [9] Martínez V.P., Palma R.H. y Urcola, J.J.; J. Met. Powder Rep., V44, 11, 1989, pp. 751-757.
- [10] V. Martínez, R. Palma y J. J. Urcola; Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, Marzo 1990.
- [11] Barker L.M.; ASTM-STP 678, 1979, pp. 73-82.
- [12] Sellars C.M.; "Quantitative Metallography", E.S.I.I., San Sebastián 1986.
- [13] Miller R.L.; Trans. ASM 57, 1964, pp. 892-899.
- [14] Haswell W.T., Stasko W. y Dax F.R., Ed. M.G.H. Wells y L.W. Lherbier, AIME, Warrendale P.A., 1980, pp. 147-156.
- [15] Beiss P. y Podob M.T.; Powder Metal., Vol. 25, 2, 1982, pp. 69-74.
- [16] Kasak A. y Dulis E.J.; Powder Metal., 2, 1978, pp. 114-123.
- [17] J. Aranzábal, I. Gutierrez, J. M. Rodríguez y J. J. Urcola; Proc. VII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Sigüenza, España, Marzo 1990.
- [18] Martínez V.P., Palma R.H. y Urcola J.J.; J. Mater. Sci., 1990, 225, pp. 3359-3367.
- [19] Martínez V.P.; Tesis Doctoral, Universidad de Navarra, España, 1990.
- [20] Knott J.F.; "Fundamentals of Fracture Mechanics", London, Butterworths, 1973, pp. 94-149