

Injekziozko moldeaketaz eta
ardatz bakarreko trinkotzeaz
lortutako hautsen
aurreformen sinterizazioz
lortutako T15 altzairu
lasterren propietate
mekanikoen azterketa

Egilea: **SEBASTIAN JAUREGI ETXEBESTE**

Urtea: 1995

Zuzendaria: JOSE JAVIER URKOLA GALARZA

Unibertsitatea: UN/NU

ISBN: 978-84-8438-668-1

Heziketa, Ikerketa, Industria eta Etorkizuna

Urte asko badira ikastola bukatu eta unibertsitaterako bidea hartu nuela. Urte asko badira, ilusioz beteta nire bizitza profesional izan behar zuenerako prestaketa hasi nuela. Urte asko badira, injinerutza ikasketak bukatu eta ingurumena aztertu eta gero, metalurgian ikasketak zabaltzeko erabakia hartu nuela. Urte asko badira, azkenik doktorego ikasketak egiteko erabakia hartu nuela ere. Urte asko badira, heziketa bukatu eta ikasitako guztia Gipuzkoako edo Euskal Herriko Industrian ezartzeko asmotan, ilusioz beteta nire bizitza profesionalari hasiera eman niola.

Urteak aurrera joan direlako, orain dela 25 urte hasi nuen bizitza profesionala osoa ikusita, orduan ez nituen zenbait ikuspuntu ezberdinei buruz irizteko aukera daukat gaur, heziketak eta industriak izan behar duten harremanari buruz nagusiki. Dauden enpresen artean, altzairugintzaren inguruan dabiltzanei buruzko iritziak izango dira, hori izan baita hain zuen ere, nire bizitza profesionalaren ardatz nagusia.

Argi dago, Euskal Herrian altzairu industriak betidanik indar handia izan duela. Meategien inguruan XVI. mendetik aurrera industrializazio ezberdinak izan dira han-hemenka. Altzairuaren inguruan ere, beste industria asko sortu izan da, modu horretan Euskal Herrian inguruko herrialdeetan agertu ez den bilakaera izanik. Ez dut hemen zerrendatuko XX. mendera arte iritsi izan diren Altzairu Industrien izenik, oso luzea izango delako noski. Baina argi utzi nahi dudana zera da: altzairuaren inguruko ezagumena handia izan dela eta urteetan zehar industria horietan gurasoetatik semeetara, langile batzuetatik besteetara pasa izan dela inolako arazorik gabe. Altzairuari buruz Euskal Herrian izandako teknologia eta ezagumena Europa mailan punta puntakoa izan da dudarik gabe.

Hala uste nuen orain dela 25 urte, eta hala uste dut gaur egun ere, baina beste modu batera azaldu behar dugula uste dut.

Industriek, ikertzaileek lortzen dituzten aurkikuntzak modu ezberdinetan ezarri ditzakete eguneroko lan eginetan:

- *Ikerketa moduan berritu:* Merkatuan ordura arte inork egin ez duen zerbait egiteko gai izateak, merkatuan bereizteko aukera emango dio enpresa horri. Bereizketa hori da dudarik gabe etorkizuna eman diezaiokeen balioetariko bat

- *Ikerketa moduan hobetu*: merkatuan enpresa ezberdinek gauza bera egiten badute, bereizteko moduak bi izan daitezke:
 - o *Kalitatea* (bere orokortasunean) onena izatea antzeko irabaziekin.
 - o Antzeko kalitatea izanik, *merkatu-prezio* jakin baterako irabaziak handiagoak izatea modu merkeago batean egiteko gai izatea.
- *Ikerketa moduan produktibitatea irabazi*: lana modu errazago eta segurtasunez handitua egiteak langileentzat eta enpresentzat beti mesedegarria da.

Eta modu honetan ikerketari buruz lerro asko idatz zitekeen, denak onak eta baliagarriak izanik. Baina hitz honi buruz beste galdera asko ere badago. Zeinek egiten du ikerketa? Non eta nola egiten da ikerketa? Zertarako egiten da ikerketa? Zein abantaila dauzka ikerketa modu batera edo bestera egiteak?

Oinarrizko ikerketa lantegietan egiten da eta ikerketa sakona Laborategi edo Ikerketa Zentroetan. Zorionez Euskal Herrian azken hauetako batzuk badauzkagu. Baina zer ezberdintasun dago bi hauen artean?

Enpresa mota asko dago: handiak, txikiak, teknologia asko erabiltzen dutenak edo teknologia eskasa behar dutenak. Produktu mailan ere edozeinek egin dezakeen produktu fabrikazioan dabilzatenak, edo produktu oso berezia eta ia bakarra dutenak ere ager daitezke. Merkatu mailan ere aldaketa ikaragarria izan daiteke, bakarrik Euskal Herrian salmenta daukaten artean eta mundu osoan zehar saltzen dutenen artean. Horregatik, orokortasunean hitz egiteak beti akatsa ekarriko du, eta batek baino gehiagok ez du bere kasua hitz hauetan irudikatuta ikusiko. Aldez aurretik esan bakoitzak bere iritzia izateko eskubide osoa duela eta guztiak errespetagarriak direla.

Behin aurrekoa argitua, eta planteamenduarekin jarraituz, nire ustetan oinarrizko ikerketa eta ikerketa sakona gaur egun, normalean, bata besteaz urruti daude. Edo gutxienez hori antzeman daiteke enpresa askotatik. Eta hori da dudarik gabe arazo larria bi ikuspuntuetatik hartuta ere. Enpresak zeren bila dabilta? Ikertzaileak zeren bila dabilta? Argi izan behar duguna denok (ni lehenengoa) azken helburua bi kasuetan antzekoa izan behar duela, eta sakon sakonean ikusita, helburua bakarra dela esan genezake: *enpresek dauzkaten arazoei aurre egitea da edozein ikerketaren azken helburua*. Eta nire ustez hemen dago arazoaren kakoa. Zer da arazoei aurre egitea?

- Enpresen ikuspuntutik
 - o Produizioan ez ditu helburu zehatzak lortzen kalitatearen ikuspuntutik
 - o Arazoak dauzka zenbait bezeroetan erreklamazio moduan
 - o Zerbait bilatu behar da konpetentziak hainbat euro merkeago saltzen duelako bere produktu bera
 - o ...
 - o Normalean inbertsio gutxirekin konpondu behar diren arazoak
- Ikertzaileen aldetik
 - o Material berri bat sortzeko karakterizazioak egin behar dira, propietate fisiko-kimiko guztiak aztertuz.
 - o Mikroegitura aldetik ahalik eta azterketa gehien egin behar dira: SEM, TEM edo eta difrakzio teknika ezberdinak erabili

- o Tratamendu termiko asko egin behar dira, temperatura eta denborarekin parametro modutzat konbinaketa gehien egin nahirik.
- o ...

Eta honen ondorioa zera da: ikertzaileek hau egin ahal izateko aurrekontua ikaragarri handia da, eta proiektua luzatu egiten da baita denboran ere. Enpresak aldiz, askotan propietate guzti horietaz eta karakterizazio guzti horretaz ez daki ezer ere ez (ezta jakin nahi ere askotan), aurrekontua gehiegizkoa da eta gainera berak duen arazo hori konpondu gabe gelditzen denaren susmoa dauka.

Agian, aurreko esaldi hau, batek baino gehiagok gehiegikeriatzat har dezake, baina askotan gerta daiteke, eta hau da nire ustetan konpondu beharrekoa. Zertarako balio du laborategi batean eginiko ikerketak, enpresek dituzten eguneroko arazoetatik urruti baldin badago? Egia esan, gutxirako. Akaso ikertzaile baten curriculumak handitzeko, eta ikerketa mailan dokumentazioa handitzeko, baino ez askoz gehiagorako.

Ikerketaren zati garrantzitsuena enpresak izan behar du. Enpresa batean aldagai ugari azaltzen dira, eta nahiz eta antzeko arlo batean bi enpresa antzekoak direla esan daiteken, benetako egia zera da: *ez daude bi enpresa berdin, eta bakoitzak bere aldagaiak direla eta, behar ezberdinak ase behar ditu*. Eta hemendik hasi behar dira ikerketa asko (ez denak noski, baina bai asko). Ikerketak laborategi mailan egiten direnean, eta emaitzak lortzen direnean, oso ondo dago, baldin eta (eta bakarrik orduan) enpresa batek dituen aldagaiekin errealitatean aplikatzeko eta emaitza industrialak lortzeko gai baldin bada. Hau da guztiaren gakoa!

Eta orduan, non da arazoa? Arazoa bi zatitan banatuko nuke.

Alde batetik ikusita arazoa unibertsitatean eta bestetik ikusita enpresatan dagoela esan daiteke dudarik gabe! Bai bata eta bai bestea dira ez-erlazio horren errudun. Nire ustez unibertsitateak, ikasleak bere bizitza profesionalean egin behar duenerako osatzeko balio behar du, bai edo bai. Unibertsitateetik, edozein arlo eta maila daukalarik ikaslea, ilusioz beteta ateratzen gara, baina errealitateak berehala aldaketa handia sortzen du gure baitan. Zer esan, heziketan zabaldutako masterrak eta doktoregorik baldin badauka! Urtetan ikasten egon, urtetan pentsatzen ikasitakoa ahalik eta azkarren aplikatu behar dela, enpresara iristean katu orlegi baten antzera begiratzen dituztela konturatzen direnean. Eta erakusten saiatzen da, normalean suerte gutxirekin! Eta gauzatan zientzia aplikatu nahi du, normalean suerte gutxirekin! Eta orduan unibertsitatea burura etortzen zaio. Zergatik ez dio inork aurrez horri buruz ezer adierazten? Zergatik ez du izan unibertsitate garaian edozein enpresarekin erlazorik? Zergatik ez dira hasieratik ikasleakosatzen enpresak behar dituen arazoetarako, zuzenean, eta ez ondoren bakoitzak duen egokitze ahalmenarekin?

Nik ikasketak egin nituenean, ikerketarako bidetik jotzen bazenuen automatikoki enpresatik aldentzen zirela ematen zuen, 180 °ko bi bide izango balira bezala. Eta nik nuen ametsa guztiz alderantzizkoa zen, biek elkarrekin eskutik ibili behar dutelako. Gaur egun, oraindik hala pentsatzen dut, eta ikertzaileekin eta ikerketa zentroekin dauzkadan erlazioetan beti horrela aurkeztu izan dut. Baina, egunerokoak, ekonomiak, krisiak eta antzerakoak, hauen eta haien bideen zuzenbideak hurbiltzeko trabak besterik ez dira, gaingitu ezinezkoak inork bultzatzen ez badu.

Ikerketa eta ikertzaileak beharrezkoak al dira? Noski baietz.

Enpresatan helburu nagusia (batzuk bakarrik esaten dute) irabaziak izatea al da? Noski baietz.

Ikerketarako enpresek dituzten arazoak oinarritzat hartu behar dira? Noski baietz.

Enpresa bat merkatuan aditua izateko ikerketaren beharra dauka? Ikerketaren ondorioz harturiko erabakiak dira denetan onenak? Noski baietz.

Noski baietz, noski baietz! Galdera hauen erantzunak hain argiak badira, zergatik enpresatan ikertzaileak askotan laborategiko pertsonai arrarotzat hartzen dira soilik? Zergatik enpresatan ikerketak ez du gehiegizko garrantzirik (nahiz eta paperetan bai errealitatean beste gauza bat da)? Zergatik ikertzaileak enpresetatik hain urruti azaltzen dira askotan? Zergatik hain zaila da askotan enpresek dituzten baldintzak eta ikertzaileek dituztenak elkartzea?

Guzti hauetarako erantzuna nire ustez heziketan dago, eta unibertsitatean, edo beste edozein heziketa ikastetxetik, pertsona bakoitzak bere mailan, enpresa eta ikerketa beti elkarrekin ibili behar dutela jakingo balu, dena errazago litzateke, enpresatan lan egitea errazago litzateke, eta ikerketak ematen duen poza handiagoa litzateke aplikazio zuzenak askoz lehenago ikusiko liratekeelako.

Eta enpresatan ere, ikerketari beldurra kendu behar zaiola uste dut. Aurrera pausoak emateko ikerketa guztiz beharrezkoa da, besteena atzetik kopiatzeko Txinatar nahiko badago munduan! Ikerketa, aldaketa, hobekuntza,... hitz politikak dira, baina horretarako ere konfiantza eta pazientzia erakutsi behar du enpresak.

Lan handia daukagu aurretik, zaharrak eta gazteak, adituak eta ez hain adituak (bakoitza bere mailan jende guztia da aditua, bakarrik maila ezberdinak daude), teknikoak eta ez teknikoak, produkzio arlokoak, kalitate arlokoak, gestio arlokoak, ikertzaileak, irakasleak, ... *denen artean bueltatu behar diogu Euskal Herriari XX. mendean izan zuen garrantzia altzairuaren inguruan eboluzio edo eraldaketa indartuz eta bultzatuz.*

Sebastian Jauregi
Donostia, 2018ko urria

INDUSTRI INJINERUEN GOI-MAILAKO ESKOLA
DONOSTIA
NAFARROAKO UNIBERTSITATEA



INJEKZIOZKO MOLDEAKETAZ ETA ARDATZ BAKARREKO
TRINKOTZEAZ LORTUTAKO HAUTSEN AURREFORMEN
SINTERIZAZIOZ LORTUTAKO T15 ALTZAIRU LASTERREN
PROPIETATE MEKANIKOEN AZTERKETA

SEBASTIAN JAUREGI ETXEBESTE

Jaunak Industri Injinerutzan Doktore-maila

lortzeko asmoz aurkezten duen

M E M O R I A

Donostia, 1995ko Uztaila

Nere emazteari, Monika-ri

Nere gurasoei, Angel-i eta Arantza-ri

eta nere anaiaei, Angel Mari-ri eta Iñaki-ri

Nere aitagarrebari eta amagarrebari, Jaime-ri eta Mari-ri

nere koinatuari, Jaime Ignacio-ri

eta nere ilobari, Adrian-i

ESKERTZAK

Lerro hauen bidez, nere eskerrak adierazi nahi dizkiet ondorengo Pertsona eta Erakundeei:

Dr. J.J. Urkola Galarza-ri, Tesis honen zuzendaria.

Dr. Francisco Castro-ri.

Materialetan Doktoradutza Programa-ko Irakasleei eta Donostiako Goi Mailako Injinierruen Eskolako Zuzendariei.

Tesis honen zati ezberdinetan nerekin izan diran CEIT-eko nere lankideei, Materialeen Departamentukoei bereziki

Karrera Bukaerako proiektuaren nerekin burutu duten ikasleei.

Eusko Jaurlaritzako Hezkuntza, Unibertsitate eta Ikerketa Sailari eta CEIT-i.

Eta Enkarni-ri, nere lagun maiteari.

0.- LABURPENA

0. LABURPENA

Tesis hau, Donostiako C.E.I.T.eko Materiale sailan larogeigarrengo hamarkadaren erdialdean hasi zen “Erreminta-Altzairu Lasterren industrial atmosferan sinterizazioa eta propietate mekanikoak” izeneko proiektu orokor baten zati bat da. Lan honen helburu zehatza, % 90 N₂-% % 9 H₂-% 1 CH₄-z osatua dagoen atmosferan T15 altzairu lasterraren sinterizazio baldintzak egokitzean datza. Horretarako uretan atomizatutako hautsak erabili izan dira. Azterketa egiterakoan bi aldagai hartu dira kontutan: sinterizazio tenperatura eta karbono gehikuntza. Lortutako dentsitatearen balioa teorikoaren % 99a izan da. Hutseko sinterizazioarekiko, tenperatura egokiena 50 °C-tan jeistea lortu izan da, jeitsiera hori %0.2 karbono gehikuntzarekin 20 °C-tan aregoazen delarik.

Lan honen bigarren zatia tratamendu termikoei dagokie. Lortu nahi ziren baldintzen arabera tratamendu ezberdinak saiatu baitira. Aldaketak tenplaketa moduan (oliotan edo nitrogeno likidotan), tenplaketa eta iraoketen arteko epean (berehala edo 24 ordu itxaronez), austenizazio tenperaturak aldatuz edo austenizazioaren aurretik

batzuetan HIP tratamendua aplikatzea izan dira. Kasu guztietan tratamenduak austenizazioa, tenplaketa eta iraoketa hirukoitza izan dira. Hauen ondorioz dirauen austenita eta gogortasun balioek tarte zabala sortu dute. Gogortasun gorena *azpizero tratamenduan* lortu da eta bere balioa 1050 HV2koa suertatu da.

Bestalde, T15 erreminta-altzairu lasterrarentzat injekziozko moldeaketa ere ikasi izan da. Laborategi mailan entsaiuak egin ahal izateko injektoraren antzekoa den tresna sortu da. Erabilitako hautsa mota ezberdinekoa izan da: gasean atomizatutakoak, eta beraz esferikoak, eta besteak baino askoz finagoak. PEG, parafina eta azido estearikoz osatutako lotzaile organiko batekin nahastu ondoren injekzioa akatsik gabe egitea lortu izan da. Ondorengo sinterizazioa ere arazorik gabekoa izan da, sinterizazio temperatura egokiena 1150 °C-tan lortuz. Balio hau uretan atomizatutako hautsekin lortutako onena baino 55 °C baxuagoa da, eta kontutan hartu beharreko temperatura da labe industrialek duten goi-muga maila horretan aurkitzen baita.

Zentzu berdinean “Industrias Químicas del Urumea” (IQU) lantegiarekin ere lan egin da enbutizio sakoneko entsaiuak eginez. Lotzaile organikoak kasu honetan nobolaka eta hexaamina oinarritzat ditu, berotan gogortasuna beharrezkoa baita. Teknika honetan nahas dura berotu eta moldearen bi aldeak elkartzean kapilaritatez zirristua betez nahi den itxura lortzen da. Honela pareta meheko (1mm-koak gutxigorabehera) ontziak lortu izan dira eta ondorengo urratsetan deformaziorik ez egotea ere bai.

Lau puntutako makurdura entsaiuak lehenin aipaturiko hautsaz lortutako eta ondoren termikoki tratatutako trinkoekin egin dira. Elastikotasun mugak, young.moduluak eta hausturarekiko erresistentziak mikroegituraren eragin handia dutela aurkitu da. Dirauen austenita ere erlazionaturik daude propietate hauek eraldaketa osoa gertatzen den bitartean, hortik aurrera gainiraoketa mailak kontrola hartzen duelarik. Young-moduluarentzat 190÷260 GPa tarteko balioak kalkulatu dira. Isurpen tentsioarentzat aldiz 0.3÷0.8 GPa tartekoak izan dira. Kalkulatutako haustura tentsio gorena 1.8 GPa. Tratamendu termikoen artean orokorki HIP tratamenduak besteak baino emaitza hobeak lortu ditu, eskasena azpizero tratamenduak aurkeztu dituelarik.

Azkenik nekaduraz pitzatutako muestra batzuetan zailtasuna ere neurtu izan da. Muestra hauen baldintzak azpizero tratamenduarenak izan dira. Baliorik onena dirauen austenita handia izan zenean (%50) suertatu zen, 16 MPa $\sqrt{m}$, 670 HV2-ko gogortasuna zuelarik.

Ondorioz, industrial atmosferan eginiko sinterizazioak hauts metalurgian erabiltzen den hutseko sinterizazioak baino emaitza hobeak azaltzen ditu, karbono gehikuntzak ere hobekuntza areagotzen duelarik. Propietate mekanikoen arabera, HIP-a da emaitzarik onenak aurkeztu dituen tratamendua. Propietate mekanikoetan mikroegiturak ere garrantzi nabaria azaltzen du. Bere eragina dirauen austenita kopuruan edo gainiraoketaren mailan aurki daiteke.

AURKIBIDEA

0. LABURPENA

1. SARRERA

1.1. LANAREN BILAKAERA.....	1.6
-----------------------------	-----

2. ERREMINTA-ALTZAIRU LASTERRAK

2.1. BILAKAERA HISTORIKOA.....	2.1
2.2. EZAUGARRI OROKORRAK.....	2.4
2.2.1. Mikroegitura.....	2.6
2.2.2. Aleazio elementu nagusiak	2.7
2.2.3. Aleazio elementu ez nagusiak.....	2.9
2.3. OHIZKO ALTZAIRU-LASTERRAREN PRODUKZIOA	2.11
2.4. HAUTS METALURGIAZ ALTZAIRU LASTERREN PRODUKZIOA	2.12
2.4.1. Hautsen lorpena	2.13
2.4.2. Trinkoen lorpena.....	2.14
2.5. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA	2.15
2.5.1. Hautsen aukera	2.16
2.5.2. Lotzaile organikoaren osagaien aukera.....	2.19
2.5.3. Hauts metaliko eta lotzaile organikoaren arteko nahasketa.....	2.22
2.5.3.1. Nahasketa.....	2.24
2.5.3.2. Nahasduraren lehorketa	2.24
2.5.4. Injekzioa	2.24
2.5.5. Lotzaile organikoa kendu	2.25
2.5.5.1. Bero bidez deskonposaketa.....	2.26
2.5.5.2. Disolbatzaile bidez lotzaile organikoa kendu	2.26
2.6. SINTERIZAZIOA.....	2.27

2.6.1. Sinterizazio atmosfera.....	2.29
2.6.1.1. Huts ingurunea	2.29
2.6.1.2. - N ₂ -H ₂ -CH ₄ atmosfera gaseosoa.....	2.30
2.7. DENTSIFIKAZIO KURBA.....	2.31
2.8. ERREMINTA-ALTZAIRU LASTERREN SINTERIZAZIO MEKANISMOAK	2.33
2.8.1. Fase likidoan sinterizazioa	2.34
2.8.2. Supersolidus fase likidoan sinterizazioa	2.35
2.8.3. Fase likido iragankorreko sinterizazioa.....	2.40
2.9. OINARRIZKO KARBONOAREN GEHIKUNTZA.....	2.43
2.10. ERREMINTA-ALTZAIRU LASTERREN TRATAMENDU TERMIKOAK	2.44
2.10.1. Suberaketa.....	2.45
2.10.2. Austenizazioa eta tenplaketa	2.45
2.10.3. Iraoketa	2.47
2.11. PROPIETATE MEKANIKOAK.....	2.48
2.11.1. Gogortasuna	2.48
2.11.2. Makurdura erresistentzia	2.49
2.12. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA SAIKUNTZA EGOERA ELASTIKO ETA PLASTIKOAN.....	2.55
2.12.1. Makurdura egoera elastikoan.....	2.55
2.12.2. Makurdura egoera plastikoan	2.56

3. TEKNIKA EXPERIMENTALAK

3.1. HAUTSEN KARAKTERIZAZIOA.....	3.1
3.2. OHIZKO HAUTS METALURGIA PROZEDURA	3.3
3.2.1. Oinarriko karbonoarekin nahasketa.....	3.3
3.2.2. Trinkadura.....	3.3
3.3. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA	3.4
3.3.1. Nahasketa eta lehorketa.....	3.4

3.3.2. Injekzioa	3.4
3.3.3. Moldetik piezaren ateratzea	3.5
3.3.4. Pareta estuko ontzien eraketa.....	3.6
3.3.5. Lotzaile organikoa piezatik ateratzea.....	3.7
3.4. SINTERIZAZIOA.....	3.8
3.5. TRATAMENDU TERMIKOAK	3.9
3.6. MIKROEGITURAREN BEHAKETA.....	3.11
3.6.1. Mikroskopia optikoa.....	3.11
3.6.2. Metalografia kuantitatiboa.....	3.11
3.6.3. Arakapenezko mikroskopia elektronikoa.....	3.12
3.7. X IZPIEN DIFRAKZIOA.....	3.12
3.8. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA SAIKUNTZAK.....	3.15
3.9. ZAILTASUNA	3.17

4.- EMAITZAK

4.1. INJEKZIOZKO MOLDEAKETAZ TRINKOEN LORPENA	4.2
4.1.1. Pareta meheko ontzien lorpena	4.6
4.2. SINTERIZAZIOA.....	4.9
4.2.1. Sinterizazioan kobaltoaren eragina.....	4.16
4.2.1.1. Metalografia	4.18
4.2.1.2. Karburoen konposizioa	4.20
4.3. TRATAMENDU TERMIKOAK	4.21
4.4. DIRAUEK AUSTENITA	4.30
4.4.1. Dirauen austenitaren neurketa.....	4.30
4.4.2. Iraoketa ondorengo gogortasunean eragina	4.33
4.5. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA ENTSAIUA	4.35
4.5.1. Tratamendu termikoen arabera entsaiuen arteko konparaketa	4.36
4.5.2. Young-modulua.....	4.36

4.5.3. Makurduran elastikotasun mugan tentsioa	4.43
4.5.4. Makurdura haustura tentsioa	4.44
4.5.5. Haustura gainazalen azterketa	4.50
4.5.6. Trakzio gainazalen azterketa	4.58
4.6. ZAILTASUNA	4.62
4.6.1. Hausturen azterketa	4.64

5.- EZTABAIDA

5.1. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA	5.1
5.1.1. Erreminta-altzairu lasterren injekziozko moldeaketaren egoera	5.1
5.1.2. Erreminta-altzairu lasterraren hautsen aukera	5.2
5.1.3. Lotzaile organiko orokor baten konposaketa	5.3
5.1.4. Lan honetan injekziozko moldeaketan erabilitako lotzaile organikoa	5.4
5.1.5. Enbutizio sakonez pareta estuko ontzien sorreran erabilitako lotzaile organikoa	5.6
5.1.6. Lan honetan erabilitako tresna eta ohizko injetagaluaren arteko konparaketa	5.6
5.2. SINTERIZAZIOA	5.7
5.2.1. Oinarrizko karbonoaren gehikuntza	5.8
5.2.2. Dentsifikazio zinetikan sinterizazio atmosferak duen eragina	5.9
5.2.3. Sinterizazio tartea. Osagai eutektikoen agerpena	5.11
5.2.4. Austenita ale tamaina	5.15
5.3. TRATAMENDU TERMIKOAK	5.19
5.3.1. Austenizazioa eta tenplaketa	5.19
5.3.2. Iraoketa	5.20
5.4. DIRAUEK AUSTENITAREN NEURKETA	5.21
5.5. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA ENTSATUAK	5.23
5.5.1. Dirauen austenitaren eragina	5.26

5.5.1.1. Young-moduluan duen eragina	5.27
5.5.1.2. Isurpen tentsioan duen eragina	5.28
5.5.2. Makurduran hausturarekiko erresistentzia	5.33
5.5.2.1. Aldagai ezberdinek makurduran haustura tentsioarekiko duten eragina	5.34
5.5.3. Fraktografia	5.35

6. ONDORIOAK

ERREFERENTZIAK

1. SARRERA

1.1. LANAREN BILAKAERA	1.6
-------------------------------------	------------

1. SARRERA

Azken 30 urteotan erreminta altzairu lasterrek izan duten bilakaera oso handia izan da, beraien eskakizuna handiagoa izan baita, eta materiale hau lan berritan erabiltzeko modua aurkitu baita. Ikerkuntza lana, zailtasuna, gogortasuna edo erresistentzia bezalako propietateak ikastera zuzendu izan da. Ikerketak mikroegituraren ezaugarrien kontrol zehatzaren bidez egiten dira, ezaugarri hauetan nagusienak, karburoen izaera eta banaketa ^[1,4], aurtenita ale tamaina ^[5,7] edo materialaren mikroegitura orokorra ^[7,11] direlarik.

Erreminta-altzairu lasterretan haustura gehienetan inklusioen, porositatearen edo karburoen pilaketaren ondorio izaten da ^[12,13]. Ohizko prozeduraz lortutakoek, lehenengo bi arazoak gaindituak dituzte altzairu garbiak eta porositate gabekoak baitira. Aldiz, bukaerako pieza lortu aurretik materialak pairatzen dituen tratamendu termomekanikoengatik, karburo bereiztuen metaketa nabarmena aurkezten dute. Baldintza hauetan, karburo hauek, eta batez ere beraien pilaketak, pitzaduren sorreren

jatorri izaten dira, nahiz era bere hedapena matrize austenitiko-martensitikoaren eta matrize-karbuo mugen menpe aurkitu ^[14,19].

Hauts metalurgiak lehen aipatutako arazoetako hirugarrena konpontzeko bidea eskeintzen du: karburoen tamaina eta banaketa guztiz kontrolatuta dago hauts metalurgian. Prozedura hau bi modutan eman daiteke:

- Dentsitate totalen eginiko sinterizazio zuzenaren bitartez
- Dentsitatea lortu gabe azpisinterizazioa egin ondoren porositatea kentzeko HIP tratamendu bat erabiliz.

Baina ez da hau hauts metalurgiak duen abantaila bakarra. Modu honetan lortutako erreminta-altzairu lasterrek ohizko galdaketa eta forjaren bidez lortutakoen mozte eta mekaniko propietate baliokideak azaltzen dituzte ^[20]. Bi altzairu mota hauen propietateak antzekoak dira eta batak porositate eta zikinkerien arazoa gainditua dauka eta besteak aldiz karbuokin agertzen den arazoa. Beraz, ohizko metalurgiarekin konpartuz hauts metalurgia erakarle bihurtzen duen zerbaitek egon behar du. Zerbait hori, aurkezten dituen abantaila ekonomikoak dira.

Hasierako inbertsioak alde batera utziz, (instalazioak eta ekipoa) ohizko metalurgian bukaerako pieza lortzeko beharrezkoa diren mekanizazio lan guztiak baino askoz merkeago eta errazagoa da, hasieratik pieza trinkaduraz lortu eta zuzenean sinterizatu.

Sinterizazioa hauts metalurgiaren lehen urratsetan hutsunean besterik ez zen egiten, altzairu motaren arabera 1230÷1300 °C arteko tenperaturatan. Industria mailan sistema hau aplikatu ahal izateko azken baldintza hau eragozpen handia bilakatzen da, lanerako tenperatura gorena industrial labeetan 1150 °C-takoa baita.

Erreminta-altzairu laster baten inguruan ikerketa hasten denean, hau da helburu nagusienetarikoa bat. Hau lortu ahal izateko, usadioz bi bide ezberdin jarraitzen dira:

- Altzairuen konposizio kimikoak aldatu, aleazio elementu ezberdinen gehikuntzaz sinterizazio tenperatura egokiena jeitsi ahal izateko.
- Sinterizazioa egiteko modua aldatu, hutsean egitetik nitrogeno atmosfera batean egitera pasatuz.

Hauetako zenbait altzairuen, matrize edo erresistentzi handiko osagaienez, uretan atomizatutako altzairu lasterren hautsez lortutako bukaerako itxuradun trinkoak zuzenean sinterizatu ahal izateak beraien eraketa bideak zabaltzen ditu. Hutseko sinterizazioarekiko, nitrogenoz aberatsa den atmosferan sinterizatzeak zenbait abantaila eskaintzen ditu:

- Teknologia eta ekonomiaren aldetik mesedegarri da, sinterizazio tenperatura egokiena baxuagoa eta sinterizazio tarteak zabalagoa baitira (sinterizazio tarteak, altzairuaren mikroegitura onargarri diren tarteari deritze).
- Mikroegituraren kontrola zehatzagoa da. (Ale tamaina finagoa da eta agertzen diren karbonitruoak hutseko MC karburoak baino askoz txikiagoak dira).
- Konposizio berriak direla eta, eta mikroegitura finagoa dela eta, propietate mekanikoak hobeak dira.

Jarraian egiten diren prozeduratan, behin baldintza egonkorrak lortzen direnean, kontrola zehatzagoa izaten da orokorrean. Sinterizazio tenperatura egokiena labe industrialen mailara edo tenperatura baxuagotara eraman badaiteke, altzairu lasterra erraz eta merke eratuko litzateke trinkadura eta sinterizazio jarraiaren bitartez. Eraketaren kostuan agertzen diren ezberdintasunak ondoko faktoreen menpe aurkitzen dira:

- *Labearen zikloa*

Hutseko labea: Lote itxiekin lan egiten da. Zoklo tipikoa zera da: 60 Kg-tako karga, 24 ordutako beroketa, ordu betez sinterizazioa eta azkenik 24 ortutako hozketa.

Labe jarraia: karga 1 Kg/150 mm-ko, abiadura 150 mm/min eta beraz 60 Kg/orduko produkzioa.

- *Erabilpenaren kostua*

Hutseko labea: potentzia 45 KW

Labe jarraia: potentzia 72 KW. Hidrogeno, nitrogeno eta hidrokarburoen kontsumoa.

Labeak sufritzen duten baliogalera baztertuz, Kg-ko hutseko labearen kostea, labe jarraiean baino 30 aldiz handiagoa da gutxigorabehera. Haiserako materiala eta trinkaduraren kostuak berdinak direnez, labe jarraiak erabiltzean lortzen den aurrezkia nabaria da. Teknika honen bidez lortutako altzairu azkarreko erremintatan lortzen den aurrezkia % 40-koa dela estimatu izan da.

C.E.I.T.-en egindako lanetan, ^[22,23] hutseko sinterizazio tenperatura azpitik, nitrogenoz aberatsa den atmosfera batean dentsitatea lortu izan da. Atmosfera hau % 90 N₂-% 9 H₂-%1 CH₄-z osatua dago, eta saiatu diren erreminta altzairu laster guztietan sinterizazio tenperatura egokienaren jeitsiera nabaria izan da. Hauetako batzuk, T42aren kasua ^[24] 1235 °C-tatik 1185 °C-tara aldatuz edo M3II-arena ^[24] 1255 °C-tatik 1240 °C-tara aldatuz, esandakoaren adibide dira.

Aipatutako lan honetan, sinterizazio tenperatura egokienean eraginaz gain, altzairuaren mikroegituraren ere aldaketa nabariak somatzen direla ikusi izan da. Aldaketa

hauek, MC karburoak MX karbonitrurotan eraldaketan edo sinterizazio ondoren aurkitzen den dirauen austenita kantitatea handiagon ikusten dira. Era berean, eraldaketa hauen ondoren, beste modu batez lortutako konposizio berdineko altzairuen propietate mekanikoen baliokideak edo hobeak diren propietateak ^[25] lortu izan dira.

Hauts metalurgiak, ohizko metalurgiaren aurrean abantaila ugari azaltzen baditu ere, eragozpenak ere azaltzen ditu. Itxura aldetik teknika hau erabiliz egin daitezken piezak nahikoa mugatuak daude. Ardatz bakarreko trinkadurak geometria nahikoa sinpleren eraiketa onartzen du, baina gaizalak kurba itxurakoak direnean edo pareta nahikoa mehe direnean arazoak gainezinak bilakatzen dira.

Hasiera batean, eragozpen hauei aurre egiteko CIP (cold isostatic pressure) teknika erabili izan zen, gauza zerbait hobetuz. Baina, benetako iraultza injekziozko moldeakeren sorrerarekin iritsi zen. Teknika honetan lehen aipatutako eragozpenak guztiz gainditzen dira, edozein geometriako eta zabalerako piezak egin daitezkelarik. Plastikozko injekzioan oinarritzen den teknika honek zenbait urrats ezberdinez osatua dago:

- Lotzaile organikoaren eta hauts metalikoaren aukeratutako kantitateak elkarrekin nahastu.
- Berotu ondoren, lotzaile organikoaren osagaien fusio puntu baxua dela eta, injektagarria den nahasdura lortzen da.
- Molde jakin batean injekzioa egiten da.
- Piezatik, sinterizazioa egin aurretik, lotzaile organikoa guztiz atera behar da.

Modu honetan, sinterizazioareako prest egongo den edozein itxurako pieza izango da, uzkurketa bai baina distortsiorik sufituko ez duelarik.

Metalen injekziozko moldeaketa teknika berria da. Larogeigarren hamarkadan sortu zen eta urte hauetan bere haziera oso azkarra izan da. Bere merkatua, hauts metalurgiak hutsik uzten duena izango da. Hau da, teknika honek ez du hauts metalurgia

normala merkatutik aterako, osatuko du baizik. Bere merkatua pieza txiki eta itxura zailtakoetan aurkitzen du, eta baita ondorengo mekanizazio ariketa neketsu eta garesti diren piezatan ere.

Teknika hau, hauts metalurgia baino garestiagoa da. Esaterako, erabiltzen diren hautsak askoz finagoak izango dira eta beraz askoz garestiagoak ere, edo sinterizazioaren aurretik pieza lortzeko denbora luzeagoa (denbora $\equiv$ dirua) eta energia gehiago beharko da, bere kostua handituz. Bestalde, teknika ontzat hartzen da, ondorengo mekanizazio ariketa kopurua handiagoa den heinean, hauek izaten baitira askotan bukaerako prezio altuaren arduradunak.

1.1. LANAREN BILAKAERA

Lan honetan izandako helburuak ezberdinak izan dira:

- Uretan atomizatutako T15 erreminta-altzairu lasterraren hautsaz lortutakoak, hutseko sinterizazioan edo nitrogenoz aberatsa den atmosferan sinterizazioan duten jokaera aztertu.
- Industria mailan labe jarraiean produkzioa egiteko asmoz, 1150 °C-tako sinterizazio tenperatura egokiena lortzen saiatu.
- Tratamendu termiko ezberdinek altzairuaren mikroegitura eta propietate mekanikoetan duten eragina aztertu eta bibliografian agertzen diren balioekin konparaketa egin.
- Projektoaren azken zatian, altzairu mota berdinen hauts esferikoez injekziozko moldeaketa egiten saiatu. Zentzu berean, hautsekin batera resina fenolikoa erabiliz, sakoneko enbutizioa egin nahi izan zen pareta estuko ontziak zuzenean lortzeko asmoz.

Propietate mekaniko guztietan dirauen austenitak eta gogortasunak duten eragina ikusi izan da. Dirauen austenita Maeder-ek ^[26] proposatutako eredua jarraituz neurtu da, bertan karburoen eragina kontutan hartzen baita.

Propietate mekanikoak lau puntutako makurdura tentsioaz aztertu dira. Karburo eta karbonitruoen frakzioak metalografia kuantitatibo teknikaz neurtu dira, eta beraien konposizioa EDAX mikroazterketa sistema erabiliz. Haustura gainazalen azterketa arakapenezko mikroskopia elektronikoko batean egin dira.

2. ERREMINTA - ALTZAIRU LASTERRAK

2.1. BILAKAERA HISTORIKOA	2.1
2.2. EZAUGARRI OROKORRAK	2.4
2.3. OHIZKO ALTZAIRU-LASTERRAREN PRODUKZIOA	2.11
2.4. HAUTS METALURGIAZ ALTZAIRU LASTERREN PRODUKZIOA	2.12
2.5. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA	2.15
2.6. SINTERIZAZIOA	2.27
2.7. DENSIFIKAZIO KURBA	2.31
2.8. ERREMINTA-ALTZAIRU LASTERREN SINTERIZAZIO MEKANISMOAK.....	2.33
2.9. OINARRIZKO KARBONOAREN GEHIKUNTZA	2.43
2.10. ERREMINTA-ALTZAIRU LASTERREN TRATAMENDU TERMIKOAK.....	2.44
2.11. PROPIETATE MEKANIKOAK.....	2.48
2.12. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA SAIAKUNTZA EGOERA ELASTIKO ETA PLASTIKOAN	2.55

2. ERREMINTA - ALTZAIRU LASTERRAK

Erreminta-altzairu lasterretan ohizko metalurgiaz edo hauts metalurgiaz lortutakoen artean ezberdintasunak nabariak dira. Bi kasuetan ezaugarri orokorrak antzekoak badira ere, eta propietateak konparagarriak badira ere, altzairuaren fabrikazioan ematen diren ezberdintasunak handiak dira. Egia esan, puntu honetan ez du bata bestearekin zerikusirik eta hor izango da hain zuzen biak bereizten hasiko den puntua.

2.1. BILAKAERA HISTORIKOA

Gizonaren bilakaeran erreminten erabilerak garrantzi berezia izan du, eta hasiera batean altzairua zen erreminta horiek egiteko erabiltzen zen materiala. Gaur egun aldiz, erreminta-altzairua, altzairuaren produkzio osoaren zati txiki bat besterik ez da, nahiz eta ekonomikoki hitzegiten bada proportzioa askoz handiagoa den.

Erreminta-altzairuen inguruan eginiko ikerkuntzan, XIX. mendean, altzairu guztien artean, altzairu lasterrei buruzko informazioa da ugariena. Informazio guzti horren artean dudarik gabe aipagarriena, Mushet-ek ^[27] 1868 urtean nahigabe aurkitu zuela da. Bera % 9 W eta % 2,5 Mn zuen altzairu batek airean hozterakoan pairatu zuen gogorketaz ohartu zen. Handik urte batzuetara, 1886an, Brustlein-ek Cr-ak zuen ontze efektuari buruz lan bat argitaratu zuen, efektu hori batipat, airean hoztean ematen zen gogorketaren inguruan finkatuz.

Arrazoi honengatik Cr-ak Mn ordezkatu zuen handik gutxira. 1900. urtetik aurrera erreminta-altzairu lasterretarako aleazio elementu berriak agertzen hasi ziren. Ordurarte, gehien erabiltzen zen % 14 W eta % 0.7 C zuen altzairutik, nazioartean T1 izenez ezagutua dena sortu zen, bere konposizioa % 18W % 4 Cr eta % 1 V delarik. Banadioaren funtziorik nagusia tenperaturari erresistentzia ona dion karburo gogorra sortzea da. % 0.7-tik gorako erabilpena mende hasieratik guztiz zabaldua dago. Beste elementuen artean, kobaltoak ere, airean egindako hozketaren ondorioz lortutako gogortasuna nabarmen hobetu zuen. Wolframioa molibdenoz ordezkatzeko ere, mende hasieratik zabaldua dago, dekarburazioaren arazoa kontutan hartzen den bitartean noski.

Lehen erreminta - altzairu lasterra AISI T1 izan zen. Bere konposizioa %18 W %4 Cr eta %1 V da eta oraindik gaur egun zenbait aplikazio badauzka. Dena den bere beharakada 1945. urtetik aurrera izan zen, mende hasieran erabiltzen zenaren erdia erabiltzen baitzen, gaur egun portzentaia hori soilik % 8 koa izatera iritsi delarik. Honen zergatia argia da. Munduko Bigarren Gudan (1939-45) wolframioaren urritasunaren eraginez molibdenoz ordezkatzeko beharra izan zen.

Azken garaian, erreminta-altzairu lasterren artean ezagunena eta erabiliena M2 da, baina M1 eta M10 ek ere nahikoa erabiliak dira ^[28]. Munduko Bigarren Gudaren ondoren, eta wolframioa berriz agertzean, T motako altzairuek berpizkunde bat izan zuten, baina ez zioten molibdenoari ordurako hartua zuen indarra kendu. 1950. urtetik aurrera molibdenoak bi abantaila nagusi azaltzen zituen wolframioaren aurrean: alde

batetik askoz merkeagoa zen eta bestetik hozketak gatzeko labeetan egiten hasteak M motako altzairuak dekarburazioarekin zuten arazoa ahaztu arazi egin zuen. Honen ondorioz gaur egun T motako altzairu guztiek bere M motako baliokidea dute.

Azken urteetan aleazioetan egon den aurrerakuntzarik nagusia erreminta-super-altzairu lasterra izan da. Altzairu hauetan karbonoa eta banadioaren edukinen artean oreka zaindu egiten da, modu honetan banadio karburo frakzio handia lortuz eta ondorioz desgaste-erresistentzia handituz.

Azken urteotan erreminta-altzairuen ezaugarriak hobetuak izan dira. Hobekuntza horietan nagusia karburuen sakabanaketaren homogenotasuna izan da, modu honetan altzairuaren mikroegitura hobetzen delarik. Mikroegituraren hobekuntza beste bi metodotan ematen da: zentrifugatzean zirristadaren deposizioan edo Osprey moduan, bietan metal likido tantak oso azkar hozten baitira. Aurrerakuntza horien artean aipatu beharrekoa da arkuzko labe elektrikoaren erabilpena, elektrodo kontsumagarri birgaldaketaren (EKB) teknika eta hutsean arku bidezko birgaldaketa direlarik guztietan erabilienak. Ohizko moduan eta EKB teknikaz lortutako altzairuei bero tratamendu bat egitea derrigorrezkoa da lerro mikroegituraren homogenizazioa lortzeko, hau argi ikus baitaiteke laminazioan % 98 uzkurketa jasan eta gero.

Erreminta-altzairuen aplikazio askotan, gainazalak jasan beharreko baldintzak barrualdeak jasan beharrekoak baino askoz gogorragoak izaten dira. Gainazal tratamenduak ez dira berriak, baina azken urteotan, batez ere erreminta-altzairuetakoetan aurrerakuntza handiak egiten ari dira. Altzairuaren karburatzea edo nitruratzea oso ezagunak dira, eta honek gainazalaren konposaketa kimikoan aldaketa bat dakar eta ondorioz propietateetan ere bai. CVD (chemical vacuum deposition) sistemaz lortutako gainazal estalketaren baliogarritasuna ere azterten ari da, nahiz eta kasu honetan oso garestia izan. Titaniozko karburo edo nitruroen mikra gutxitako geruza batek 3000 HV gogortasuna baino handiagoa lor dezake eta gainera marruskadura koefizientea ere jeisten denez, erremintaren bizitza luzatzen da. Esaterako, taladro baten brokaren bizitza

bikoiztu daiteke TiN-z estaltzen bada gainazala ^[29]. Bilakaera honek, materialaren zailtasunaren hobekuntzarekin batera altzairu mota honen konpetibitatea ona izatea dakar, modu honetan karburo sinterizatu edo zeramikoekin konparagarriak izanik.

2.2. EZAUGARRI OROKORRAK

Erreminta-altzairu lasterrak metalak mozteko erabiltzen dira nagusiki, eta nahiz eta mota ezberdinak egon, guztien ezaugarriak antzekoak dira. Beraien konposaketek duten tarte nahikoa zabala da: % 0÷20 W, % 0÷9 Mo., % 1÷5 V eta % 0÷12 Co dira tarte horietariko adibide. Austenizazioa fusio puntua baino 80°C azpitik egiten da, ondorengo hozketan metalaren gogorketa lortu ahal izateko. Lortu daitekeen gogortasuna 63 HRC-tik gorakoa izan daiteke. Austenitaren ale tamaina ASTM 8 edo txikiagoa izango da, eta matrizean disolbatu gabe dauden karburoei esker txikia jarraitzeko aukera dauka. Merkataliki erabili ohi diren osagarri guztiek airean eginiko hozketa erabiltzen dute gehieneko gogortasun puntua lortzeko asmoz, altzairu hauen tenplabilitatea oso ona baita. Iraoketa 500 eta 600 °C artean egiten denean bigarren mailako gogorketa erakusten dute beti, eta hau da hain zuzen, metalurgikoki, altzairu hauek duten alderdirik nabarmenena. Propietate honengatik, gogortasuna mantendu dezakete tenperatura altuetan lan egiten denean, bai mozketa gertatzen ari den bitartean eta baita mekanizazioa egiten ari denean ere.

Nagusiki erreminta-altzairu lasterrak hiru multzotan banatzen dira, baina azpimultzo gisa merkataliki onartuak dauden 30 konposizio ezberdin ere agertzen dira. Hiru multzo nagusi horiek ondorengoak dira:

1. Wolframioan aberatsak direnak (AISI T1 mota)
2. Molibdenoan aberatsak direnak (AISI M1 mota)
3. Wolframioan eta molibdenoan aberatsak direnak (AISI M2 mota)

Kobaltoa gehitzearen ondorioz beste hiru multzo sortzen dira:

4. Wolframio eta kobaltoan aberatsak direnak (AISI T4 mota)
5. Molibdenon eta kobaltoan aberatsak direnak (AISI M30 mota)
6. Wolframio-molibdeno eta kobaltoan aberatsak direnak (AISI M35 mota)

Sei multzo hauetan altzairuek karbono edukin handia dute (% 1.6 tik gorakoa) eta baita banadio edukina ere (%5 tik gora). Altzairu hauek azaltzen dute higadura erresistentzia altua dela eta erreminta super altzairu lasterrak bezala ezagunak dira. Ondorengo 2.1 taulan altzairu nagusien konposizio kimikoa azaltzen da ^[30]:

2.1 taula Zenbait erreminta altzairu lasterren konposizio kimikoa

MOTA	AISI	C	Mn	Si	Cr	V	W	Mo	Co
610 MULTZOA (WOLFRAMIO ALTZAIRUAK)									
610	T1	0.75	0.30	0.30	4.00	1.00	18.00	0.70	
611	T2	0.80	0.30	0.30	4.00	2.00	18.00	0.60	
620 MULTZOA (WOLFRAMIO-COBALTO ALTZAIRUAK)									
620	T4	0.75	0.30	0.30	4.00	1.00	18.00	0.70	5.00
621	T5	0.80	0.30	0.30	4.00	2.00	18.00	0.80	8.00
622	T6	0.80	0.30	0.30	4.50	1.80	20.00	0.70	12.00
623	T15	1.50	0.30	0.30	4.00	5.00	12.00	0.50	5.00
630 MULTZOA (MOLIBDENO ALTZAIRUAK)									
630	M1	0.85	0.30	0.30	4.00	1.00	1.50	8.50	
631	M10	0.90	0.30	0.30	4.00	2.00		8.00	
640 MULTZOA (MOLIBDENO-COBALTO ALTZAIRUAK)									
645	M42	1.10	0.30	0.30	3.75	1.15	1.50	9.50	8.00
650 MULTZOA (WOLFRAMIO-MOLIBDENO ALTZAIRUAK)									
650	M2	0.85	0.30	0.30	4.00	2.00	6.00	5.00	
651	M3	1.05	0.30	0.30	4.00	2.50	6.00	5.00	
652	M3	1.20	0.30	0.30	4.00	3.00	6.00	5.00	
653	M4	1.30	0.30	0.30	4.00	4.00	5.50	4.50	
660 ETA 670 MULTZOA (WOLFRAMIO-MOLIBDENO-COBALTO ALTZAIRUAK)									
660	M35	0.80	0.30	0.30	4.00	2.00	6.50	5.00	5.00

2.2.1. Mikroegitura

Kolada baldintzetan, karburo eutektikoek austenita dendritak inguratzen dituzte eskeletu gisa. Solidifikazioa hasi ondoren, oraindik dirauen likidoa karbonoz eta aleazio elementuz aberasten doa, erreakzio eutektiko baten gisa solidifikatzen den arte, une horretan austenitaren eta karburoen kosolidifikazioa ere ematen delarik.

Forjatzea gertatzen den bitartean, karburoen egitura zelularra puskatu egiten da eta banakako partikula askez ordezkaturia izaten da, ordezkaketa hau lerrotan gertatzen delarik. Aleatua dagoen erreminta-altzairu lasterra matrize ferritiko batean sakabanaturik dauden karburo kantitate handi batez osaturia dago (% 25÷30 bitartekoa). Karburo kopurua gutxi gora behera altzairu guztietan berdina da, beraien konposizioa kontutan izan gabe. Karburo hauen egitura oso konplexua da, baina derrigorrez, W, Mo eta Cr atomo kantitate erlatiboak berdina izan behar du; aldiz, C eta V edukinak handiagoak dira M2 eta M10 motatako altzairutan, batzutan atomikoki %25 banadio eta %32 karbono izan dezaketelarik. Matrize ferritikoak dituen elementu ezberdinen edukina ondorengoa izan ohi da: %1.5 baino gutxiago wolframio, %1 molibdeno, % 0.4 banadio eta karbonoa mesprezagarria. Kromoaren kasuan edukin totalaren erdia baino gehiago matrizean dago eta kobaltoa dutenen kasuan praktikoki dena matrizean aurkitzen da.

Altzairu hauetan agertzen diren karburoak mota ezberdinekoak dira. Bere konposizioa altzairuak duenaren menpe dago, eta altzairuak pairatzen dituen tratamendu termikoen menpe ere bai. Dena den, nahikoa ezagunak dira eta ondorengo motatan bana daitezke (atomo metalikoen batura M hizkiaz aurkezten da: $M \equiv W, Mo, Cr, V, Fe$ atomoen batura).

- M_6C : Karburo hau wolframion edo molibdenoan aberatsa da. Bere egitura kristalinoa FCC da. Fe_3W_3C eta Fe_4W_2C karburoen artekoa da. Cr, V eta Co kantitate piska bat disolbatzeko gai da.

- MC: Karburo hau banadioan oso aberatsa da. Bere egitura kristalinoa FCC da. VC eta V_4C_3 tartekoa da. W, Mo, Cr eta Fe kantitate txikiak disolba ditzake.
- $M_{23}C_6$: Karburo hau kromoan oso aberatsa da. Bere egitura kristalinoa FCC eta Fe, W, Mo eta V disolbatzeko gai da.
- M_2C : Karburo hau M_6C bezala wolframioan aberatsa da. Bere egitura, hexagonal trinkoa da. Iraoketan bakarrik agertzen da une iragankorretan soilik.

Banadio kantitate finko batentzat, wolframio edukina handia denean M_6C gehiago sortzen da MC baino, baina molibdenoa nagusi bilakatzen bada alderantzizkoa gertatzen da.

2.2.2. Aleazio elementu nagusiak

Aleazio elementu gehienek altzairuaren propietateetan eragin handia azaltzen dute. Eragin hau, sortzen diren karburo motetan ikus daiteke edo karburo horien sorreraren temperaturan edo azkenik azkar hazteko erakusten duten erraztasunean.

a) Karbonoa: normalean % 0.7÷1.50 tartean azaltzen da, nahiz erreminta-super-altzairu lasterretan % 2.0-tik gorakoa izan daitekeen. Karbonoa derrigorrezkoa da gogortasunerako, M_s temperatura jeisten du eta dirauen austenita kantitatea handiagoa da. Altzairuaren gainazalean, beroketa ematen den bitartean, karburazioz edo dekarburazioz, karbono edukinean aldaketa bat egon daiteke. Dekarburazioa ematen bada, tenplaketa ondorengo gogortasunak behera egingo du ondorengo iraoketetan berreskuratzea ezinezkoa bilakatzen delarik eta ondorioz propietate mekanikoen galera ematen delarik. Gainazala karburatzen bada aldiz, ona gerta daiteke, urraketarako erresistentzia garrantzizkoa denean. Aldiz, mozketarako ez da batere gomendagarria ahoa hauskor bilakatzen baitu eta beraz, erremintaren bizitzan uzkurketa handia gertatzen delako.

b) Wolframioa: zenbait altzairu lasterren multzotan (610 eta 620) elementu hau nagusi da konposizioan (burnia alde batera utziz, noski). Elementu hau, burnia eta karbonoaren laguntzaz, M_6C karburoen eraketaren arduraduna da. Karburo hau altzairuaren urraketarako erresistentzia handiaren arduraduna da. Karburo hau austenizazioa ematen ari denean partzialki bakarrik disolbatzen da, eta ondorengo iraoketetan berriz prezipitatzea oso zaila da. Egiten duenean, bigarren mailako gogorketaren jatorria da. Temperatura altuetan eginiko iraoketen ondorioz bakarrik M_6C oreka batera iritsiko da berriz.

c) Molibdenoa: Karburo eratzaile ona wolframioaren ordezkotzat hartu izan da, gutxi gora behera portzentaia pisuan neurtuz, bera baino bi aldiz eragingarriagoa delarik. Molibdenoa erabiltzeko zaila da arrazoi bakar batengatik: dekarburazioa emateko duen erraztasunagatik. Tenplaketaren ondorioz dirauen austenita, molibdenoan aberatsak diren altzairutan wolframioa nagusi denetan baino ezengonkorragoa da eta ondorioz iraoketa temperatura baxuagotan eraldatu egingo dira. 650 eta 660 multzotako altzairuak wolframio eta molibdenoaren alderdi onak hartzen saiatzen dira, modu honetan molibdenoa soilik duten altzairuen dekarburazio arazoa gainditzen dutelarik.

d) Banadioa: Hasiera batean garbitzaile moduan erabiltzen zen soilik, sarraik uzten zuen zikinkeria jaso eta altzairuan zeuden nitrogeno hondakinak erreduzitu behar zituelarik. Baina berehala ebaketa propietateak hobetzen zituela konturatu ziren. Banadio edukina karbonoarenarekin oso lotua dago, altzairuan dagoen karburorik gogorrena sortzen agertzen delarik, MC karburoa hain zuzen. Erreminta-super altzairu lasterrak karbono eta banadio edukina oso altua dute eta ondorioz bere urraketarako-erresistentzia oso altua da eta baita temperatura altuetan azaltzen duten gogortasuna ere. Gaur egun, banadio edukin handia duten altzairuek, abiadura handiko mozketak entsaiutan beste edozein altzairuk baino izaera hobea erakusten dute. Aldiz, zailtasuna begiratzen bada, banadio kantitatea handitzeak ez du batere eraginik, kasu honetan matrizea baita propietate hau kontrolatzen duena, eta honek ez duelako inolako aldaketarik pairatzen.

Tenplaketaren ondoren dirauen austenita egonkortu egiten du, eta beraz eraldatzeko denbora luzeagoa eta temperatura handiagoa behar izango dira

e) **Kromoa:** Erreminta-altzairu lasterretan osagai garrantzitsu bat da (% 4.0÷4.5 bitarteko edukina). Bere eragina modu ezberdinetan azter daiteke: kromoa ferritan disolbatua agertzen da eta matrizea indartzen duen solidu-soluzio bat sortzen du. Bestalde kromoak gogortzeko joera areagotu egiten du eta bigarren mailako gogorketa efektua ere indartzen du, karburoen prezipitazioa temperatura altuagoetara eramaten baitu. Modu honetan altzairua egonkorragoa bilakatzen du temperatura altuetan erabiltzen denean. Azkenik kromoak oxidazioa uzkuritu egiten du kromorik ez duten altzairuekin gonbaratuz eta kasu batzutan ere wolframioa ordezkatu egiten du.

f) **Kobaltoa:** Temperatura altuetan beharrezkoak diren propietateak hobetu egiten ditu, karburoen nukleazioa indartuz baina beren hazketa motelduz. Gogorketa temperatura, eta baita fusio tartearen ere, kobaltoaren presentziarekin altuagoak bilakatzen dira. Berdina gertatzen da bigarren mailako gogorketarekin eta ondorioz tenperaturaren altzairuak duen gogortasunarekin, modu honetan erreminta erabil daitekeen temperatura gorena ere handituz. M_s tenperaturarengan ere eragina azaltzen du, handituz, modu honetan altzairuan dirauen austenita kantitatea txikiagotuz. Desabantailarik nabarmenenak zailtasuna txikiagotzen duela eta dekarburazioarako agertzen duen joera dira. Batzutan, eta kobalto edukina oso handia denean altzairua hauskor bilakatzen duen konposatu intermetaliko bat ere sor daiteke.

2.2.3. Aleazio elementu ez nagusiak

a) **Boroa:** Normalean altzairuaren boro edukina % 0,008 baino txikiagoa izaten da. Kantitate handiagoez tenperatura altuetan arazoak sortzen dira ale mugetan fusio puntuak sortzen direlako. Gogortasuna eta mozketarako posibilitateak hobetzeko asmoz

% 1.0-tik gorako kantitateak gehitu izan dira, baina kontutan izan behar da % 0,25 tik gorako edukinekin altzairua oso hauskor bilakatzen dela.

b) Manganesoa: Elementu honen portzentaia ez da % 0.4-tik gorakoa izaten. Edukina handiagotuko balitz austenita gehiago mantenduko litzateke, tenplaketan pitzadurak sortuko lirateke eta ale tamaina handiagotuko litzateke. Beroan gogortasuna eta erresistentzia % 2.0÷3.0-ko edukinarekin hobetzen bada ere, mozteko erremintatan orokorki ona ez dela ikusi izan da.

c) Nikela: Erreminta-altzairu lasterretan ikusi nahi ez zen elementua, alde batetik suberaketa denbora handitzen zuelako eta bestetik austenita egonkortzen zuelako. Dena den propietate nahikoa onak lortu izan dira % 3.0 nikela zuten T1 eta M2 motetako altzairuetan.

d) Nitrogenoa: Airean galdatutako altzairutan agertzen da batipat, (% 0.035-tik azpiko edukina). Nitrogeno edukina handia bada ale hazkundera kontrolatu egiten da eta tenperaturaren duen gogordura ere hobe da. Era berean austenita kantitatea ere handiagoa da nitruroak sortzeko elementu askarik aurkitzen ez duen bitartean.

e) Silizioa: % 1.0 baino handiagoko edukinetan materiala oso hauskor bilakatzen da eta horregatik normalean % 0.4 azpitik izaten da. Kobaltoa ordezkatzeko 2/1 erlazioz. Normalean bigarren mailako gogorketa hobetzeko eta oxidazioaren aurka erresistentzia hobetzeko ere erabili izan ohi da.

f) Sufrea: Altzairu batzutan erabili ohi da % 0.25 edukinaz, bere makinabilitatea hobetzen baita.

g) Niobioa: Banadioaren ordezkari erabili ohi da, zailtasuna eta urraketarako-erresistentzia hobetzeko. Bere eginbeharra karburoetatik banadioa askatzea da, modu honetan bigarren mailako gogortasuna hobetzen delarik bera baita arduradun nagusia.

h) Titanioa: Galdaketan inakulagarri ona da. Karburoen tamaina eta sakabanaketa hobetzen ditu airean tenplatutako erreminta-altzairu lasterretan. Banadioa ordezkatzeko badu TiC partikulak sortuko ditu, hobeki banatuz txikiagoak direlako eta gainera altzairua gogorragoa bihurtuz.

2.3. OHIZKO ALTZAIRU-LASTERRAREN PRODUKZIOA

Bilakatutako teknika ezberdinen helburua, altzairu lasterren solidifikazioan ematen den karburoen bereizketa ahalik eta gutxiena izatea da. Karburo honen itxura eta banaketa hobetzeko moldeaketa teknikak hobetu behar dira edo bero konformaketa prozesuak erabili behar dira.

Gaur egun, altzairu lasterrak lortzeko galdaketa prozedura indukzio labea eta arkuzko-labe-elektrikoa erabiliz bilakatzen ari da nagusiki. Labe elektrikoan gehien erabiltzen den teknika elektrodo kontsumagarri birgaldaketarena da, honen barne bi metodo bereiz daitezkeelarik: sarra-elektriko bidez eginiko birgaldaketa edo hutsean arku bidez eginikoa.

Bilakatutako lehen prozedura, hutsean arku bidez eginiko birgaldaketa izan zen. Elektrodoa, indukzio labetik edo arkuzko-labe-elektrikotik lortutako lingotea, poliki-poliki urez hoztutako kuprezko molde batean urtu egiten da. Galdaketa elektrodoa eta hutsean urtutako elektrodoaren artean, arku elektriko baten bitartez lortzen da. Lortzen den tenperatura 2000 °C ingurukoa da, eta baldintza hauetan altzairuan dauden zikinkeriak lurrinduz altzairua garbitu egiten da. Gainera prozedura osoa hutsean egitean atmosferagatik izaten den kontaminazioa eragozten da.

Sarra elektriko bidezko birgaldaketa prozeduran aldiz, elektrodoa urtzeko beharrezkoa den beroa Joule efektuaren bitartez lortzen da, sarra konduktore baten

bitartez korrante elektrikoa igaroaraziz. Sarraren fusio-puntuak metalarena baino baxuagoa izan behar du, eta oxido eta sulfuroak gordetzeko konposizio kimiko egokia ere bai. Azken hau prozedura honen abantailetakoa bat da, modu honetan sarraren konposizioaren kontrol zehatz baten bidez altzairuaren konposizioan ere kontrol zehatza izango delako.

Bi prozedura hauek egituraren homogenotasuna lortzen dute, eta aldi berean berregintasan hobe ere, ondorioz propietate mekaniko hobeak lortuz.

2.4. HAUTS METALURGIAZ ALTZAIRU LASTERREN PRODUKZIOA

Erreminta-altzairu lasterrak lortzeko ohizkoa zen teknikaren aurrean azken 25-30 urtetan hauts metalurgia agertzen da baliagarria den beste bide bat bezala.

Teknika berri honen barnean sailkaketa ezberdinak egin daitezke. Hauetan lehena hauts metalikoak lortzeko modua kontutan hartuz egin daiteke: atomizazioa uretan edo gasean egin izan daiteke. Beste sailkaketa egin daiteke hasierako pieza lortzeko jarrai daitezkeen bide ezberdinak kontutan izanik. Hauen artean nagusienak injekziozko moldeaketa eta ardatz bakarreko trinkoketa dira. Hirugarren sailkaketa bat sinterizazio motaren arabera egin daiteke. Oso ezberdinak dira hutsunean egiten diren sinterizazioak edo hidrogeno edo nitrogenozko atmosfera baten barnean eginikoak. Azken sailkapen honen barnean ere tenperatura eta presioa batera ezartzen diren teknika aipatu behar da; HIP teknika hain zuzen (hot isostatic pressure).

2.4.1. Hautsen lorpena

Gasean gertatzen den atomizazioan, likido egoeran dagoen metala euskailu batean botatzen da eta ondoren gasezko zorrotada baten eraginak tantatan bihurtzen du handik irtetzean. Tanta hauek beste euskailu batetara erortzen diren bitartean solidifikatzen dira. Horrela lortutako partikulen itxura esferikoa da, eta bere tamaina erabilitako gas zorrotadaren presioaren menpekoa. Usadioz, mota honetako hautsak bakarrik HIP bitartez sinterizatuak izan dira, baina azken urteetan injekziozko moldeaketaz erabiltzeko ikerketak egiten ari dira.

Uretan gertatzen den atomizazioan, oraintxe azaldutako prozedura bera da, zorrotada gasezkoa izan beharrean urezkoa denaren salbuespenarekin. Arrazoi honengatik solidifikazioa atomizazioa gertatzen den une berean ematen da eta ez ondorengo jausketa askean. Modu honen bidez hautsek itxura angularra lortuko dute, hau delarik bi prozeduren arteko ezberdintasunik nabarmenatarikoa.

Partikula hauek duten hozketa abiadura handiagatik, lingote txiki batzuk bezala kontsidera daitezke, modu honetan usadioz lortzen den altzairua baino homogenotasun kimiko handiagoa lortuz eta era berean ale tamaina eta karburoen banaketa uniformeagoak ere bai. Mikroegituran somatzen den aldaketa honek tratamendu termikoen ondorengo pitzaduren arazoa eta piezen itxura aldaketaren arazoa konpontzen ditu, modu honetan zailtasuna eta urraketarako erresistentzia hobetzen direlarik.

Hautsek, atomizazioan pairatzen duten hozketa abiadura handiak direla eta, gogortasun handia eta gainazaleko oxidazioa azaltzen dute (azken hau batez ere uretan atomizatutako kasuan) eta horregatik suberaketa beharrezkoa dute erabili aurretik. Tratamendu honen ondoren gogortasuna ≈ 300 HV-koa eta oxigeno edukina % 0,1 azpikoa dira.

Uretan atomizatutako partikulen itxura angularrak behin betirako itxuran trinkotzea posible izatea egiten du. Trinkoketan loturak hotzean gertatzen dira eta lortzen den dentsitatea presioaren funtzioa bada ere, normalean dentsitate teorikoaren % 70 lortzen da.

2.4.2. Trinkoen Lorpena

Sinterizazioaren aurretik pieza “berde” egoeran dagoela esan ohi da. Dudarik gabe “berde” hauek lortzeko dagoen modurik errazena ardatz bakarreko trinkoketa da, hauts metalurgiaren barnean. Teknika honetan hautsa matrize trinko batean sartu eta bi punzoien eraginez behin betirako itxura ematen zaio piezari. Baina pieza horrek baldintza berezi batzuek dituen unean (adibidez itxura aldetik zailtasunen bat edo hormen zabaleroa estuegia denean) piezak lortzeko teknika hau ez da bidezkoa. Arazo honi aurre egiteko asmoz azken urteotan injekziozko moldeaketaren inguruan ikerketa handiak egiten ari dira.

Injekziozko moldeaketan, beraien artean oso erlazionatuak dauden zenbait urrats bereiz daitezke: hautsen aukera, lotzaile organikoaren aukera (lotzaile organikoa $\equiv$ hauts metalikoekin nahastu behar den zenbait osagai organikoren nahasdura. Bere egin beharra nahasdura osoaren biskositatea handitu eta piezaren euskarri izatea da) hauts metalikoa eta lotzaile organikoaren arteko nahasketa, injekzioa, eta azkenik guztietan zailena, hau da, lotzaile organikoa piezatik atera honek inolako minik jasan gabe.

Injekziozko prozedura osoa hurrengo atalean ikusiko da xeheki, kasu guztientzat berdina den sinterizazioaren aurretik.

2.5. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA

Metalen injekziozko moldeaketan hauts metalurgiaren eta plastikoen injekzioaren teknikak elkartu egiten dira. Hau da dudarik gabe, metalezko pieza txiki, konplexu eta zehaztasun handiko produkzio handiak egiteko sortu berria den teknika ^[32,33]. Teknika hau, hauts metalurgiaz lortutako piezek ondoren mekanizazio prozedura beharrezkoa dutenean jartzen da konpetentzian. Lehen aipatutako pieza txiki eta konplexuak ere konpetentzian hasten dira hasieratik molde bakar batetik sortzen direlako. Autore batzuren ustez ^[34] teknika hau osagai metaliko edo zeramikoen produkzioarako urte gutxi barru erabiliko da.

Injekziozko moldeaketarako beharrezkoa den ekipamenduaren inguruan Mutsuddy-k ^[34] azterketa zehatza egiten du. Bere ustez, bukaeran lortu nahi den produktoak agintzen du tresneria berezi bat hautatzeko unean. Dena den, edozein ekiporentzat nahitaez betebeharreko baldintza orokor batzuk badaude. Hona hemen horietariko zenbait:

1. Injekzioarako zilindroak ondo kontrolatutako bi edo hiru berotze gunek ezberdin izan behar ditu. Irteeran nahasketak duen tenperaturak ere bere kontrola izan behar du.

2. Injekzio eta trinkotze presioek aldakorrak izan behar dute, gutxienez 14 MPa ko balioa beharrezkoa delarik. Beraien kontrola zehazki eta bakarka egin behar da.

3. Injekzio abiadura kontrolatzeko jariapena kontrolatzen duen balbula edo hidrauliko kontrolezko uhaga bat erabili behar da.

4. Tresnak elikagailu zehatza izan behar du, eta era berean urrats guztien denbora bakarka kontrolatzeko posibilitatea ere beharrezkoa da.

5. Enboloak hasierako tokia mugatua izan behar du eta trinkoketarako kontrol zehatza ere bai.

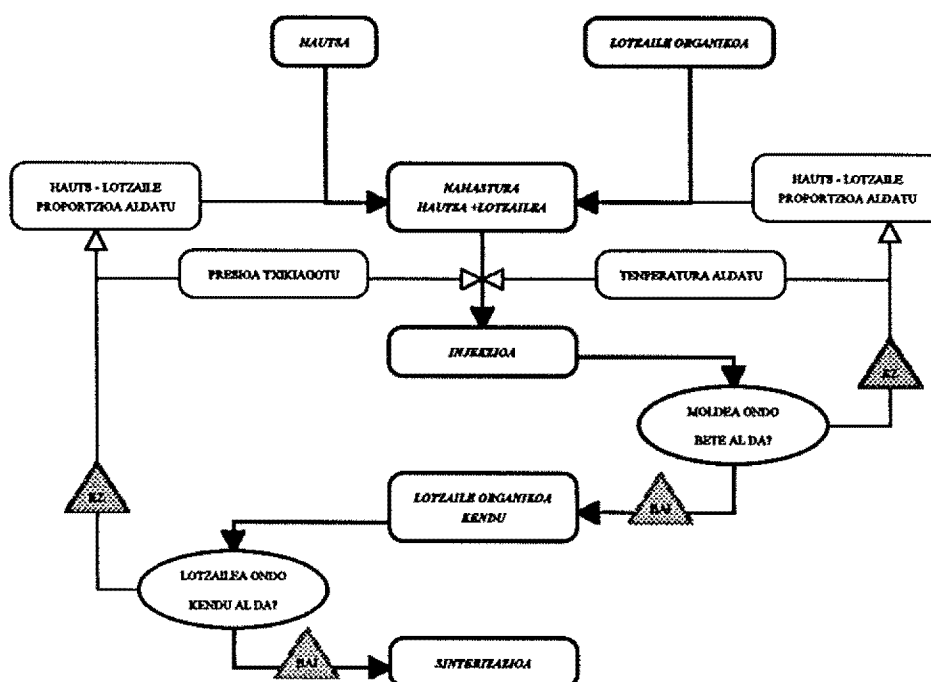
Agi denez, injekziozko moldeaketan agertzen den aldagai kopurua ikaragarri handia da. Bai presioan eta baita tenperaturan ere, une bakoitzean kontrolak oso zehatza izan behar du, eta hau da hain zuzen prozedura zailtzen duena, urrats bakoitzean garrantzi handia baitaukate.

Osagai zeramikoen injekziozko moldeaketa ere egiten ari da ^[35-39]. Kasu guztietan produzioak ohizko moduaren aurrean azaltzen dituen abantailak azpimarratzen direlarik. Modu berean, hauts metalikoekin ere ikerketak egin izan dira ^[40-42], lortutako materialearen egitura edo propietate mekanikoak zehazki aztertuz. Dena den, prozedura honek duen abantaila zera da: beti berdina dela. Hau da, teknika honen aplikazioa berdina da materiala zein motatakoa den kontutan izan gabe. Honek ez du esan nahi materiale berri baten aurrean ikerketa zehatza egin behar ez denik, eta hau da desabantaila, materiale bakoitzak bere tenperatura, presio eta proportzio bereziak dituelako.

Injekziozko moldeaketan, lehen aipatu bezala, nagusiki ondorengo urratsak jarraitu behar dira: hautsen aukera, lotzaile organikoa osatuko duten osagaien aukera, injekzioa bera eta lotzaile organikoa piezatik ateratzea, une honetan pieza sinterizatua izateko prest gelditzen delarik. Ondoren zehazki aurkeztuko den prozedura osoaren eskema 2.1 irudian azaltzen da.

2.5.1. Hautsen aukera

Injekziozko moldeaketan eta ohizko hauts metalurgian erabiltzen diren hautsek ez dute elkarrekin zerikusirik. Normalean partikula tamaina nahikoa txikia izaten da eta bere itxura esferikoa. Hauts mota hau ardatz bakarrez trinkotzea ezinezkoa denez bi



2.1 irudia.-Injekziozko moldeaketaren prozeduraren oinarritzko eskema

prozeduren arteko konparazioa egitea zaila izango da sinterizazioa egiten ez den bitartean.

Injekziozko moldeaketan erabili behar diren hautsek ezaugarri berezi batzuk bete behar dituzte. Hauetako batzuk beraieen artean aurkakoak gerta daitezke; hau da, hauts batek ezin ditu prozedura osoan egokien liratekeen propietate guztiak bete, eta une batean ona gerta daitekeena hurrengo urratsean txarra bilakatu daiteke. Honengatik derrigorrezkoa zera da: hauts batek azaltzen dituen propietateen artean oreka aurkitzea, hau da urrats batean oso ona den zerbait ondoren oso txarra izango bada erdibideko zerbait aukeratzea.

Kipphut-en ^[43] lan batean, pieza batek itxura ondo gordetzeko hasieran aukeratu beharreko hautsaren azterketa azaltzen da. Berak lau hauts metaliko oso ezberdin erabili zituen. Ezberdintasun nagusienak bi izan ziren: itxura, esferikoa edo angularra, eta tamaina $5\div 120\ \mu\text{m}$ arteko batazbesteko partikula tamaina erabiliz. Berak, lotzaile

organikoa kendu ondoren piezaren bihurtura ahalik eta gutxien izan dadin, hauts partikulen artean marruskadura handia egon behar dela dio, modu honetan pieza trinkoaren egitura mantendu ahal izateko. Berak dioenez bihurtura aurkako erresistentzia nolakoa izango den jakiteko atsedean anguloa neurtzearekin nahikoa da. Angelu hori guxtienez 40° koa izatea komenigarria da.

Germanek ^[44] hauts metaliko eta lotzaile organikoaren arteko nahasduraren eragina prozedura osoan zehar aztertzen du. Artikulo horretan hauts ideal baten definizioa aurkezten du. Definizio honetan hiru ikuspuntu ezberdin kontutan hartzen ditu: hauts partikulen tamaina, itxura eta banaketa. Hautsaren hiru ezaugarri hauek prozedura osoan zehar azaltzen dituzten abantailak eta desabantailak ondokoak dira:

- * Partikula tamaina txikia bada, abantaila argiak bi dira: sinterizazioa azkarragoa da eta moldeaketan gerta daitezkeen akatsak txikiagoak dira. Aldiz, lotzaile organikoa ateratzeko zailagoa da, zaborrak sarteagatik kontaminazioa eta sinterizazio ondorengo uzkurketa ere handiagoak gertatzen dira.
- * Partikulen itxura esferikoa bada, trinkoketa askoz onagoa gertatzen da eta nahasdura jariokorragoa bihurtzen da. Aldiz lotzaile organikoa atera ondoren pieza desegin daiteke partikula-partikula loturek oso indar txikia dutelako, eta indar horiek direlako piezaren geometria gorde behar dutenak.
- * Partikulen tamaina banaketa zabala bada, sinterizazio eta trinkoketa hobeak gertatzen dira, baina piezaren homogenotasunean eta kalitatean arazoak aurki daitezke.

Ezaugarri guzti hauek kontutan hartuz, hauts metalikoaren aukera bukaerako piezari eskatuko zaizkion propietateen menpe gelditzen da. Esaterako bilatzen dena materialaren egitura eta dentsitateak egokiak izatea bada, tamaina txiki, itxura esferiko eta tamaina banaketa zabala komenigarriak dira.

Germanen ^[44] ustez injekziozko moldeaketan erabili behar den hauts batek ondorengo zortzi ezaugarri hauek bete behar ditu:

1. Partikula tamaina banaketak zabala izan behar du, trinkoketan lortzen den dentsitatea handiagoa izan dadin, eta gainera ekonomikoki merkeago gerta dadin, partikula guztiak txikiak balira garestiago izango litzatekeelako.
2. Partikulek ez dute beraien artean elkartu behar ale handiagoak sortuz.
3. Partikulen itxurak esferikoa izan behar du, edo esferatik ahalik eta gertuen.
4. Partikulen arteko marruskadurak nahikoa handia izan behar du, lotzaile organikoa ateratzerakoan pieza desegin ez dadin.
5. Partikulen batezbesteko tamainak txikia izan behar du ($< 20 \mu\text{m}$) sinterizazioa ahalik eta azkarren gerta dadin.
6. Partikulek ez dute barne porositateirik izan behar.
7. Partikulen gainazalak ahalik eta garbien egon behar du partikulen arteko erlazioa, eta hauts partikulen eta lotzaile organikoaren arteko erlazioa errazteko.
8. Eztanda arriskurik edo toxikotasunik ez da eman behar.

2.5.2. Lotzaile organikoaren osagaien aukera

Bibliografian, puntu honetan, egileek ikaragarritzko sakabanaketa aurkezten dute. Honen zergatia argia da: prozedura guztian arazorik latzena lotzaile organikoa piezatik ateratzeko orduan aurkitzen da, eta beraz logikoa da ikerketak puntu honetan finkatzea.

Lograssó eta bere taldea ^[45] “carbonyl iron” baten injekzioan finkatzen dira. Nahasketa polietilenoz eta azido esteariko kantitate ezberdinez osaturiko lotzaile organikoekin egiten dute. Azido estearikoa, biskositatea txikiagotzeko eta lotzailearen eta hauts metalikoaren partikulen arteko erlazioa hobea izateko erabiltzen dute.

Ondorio bezala lotzailea txarra zela erabaki zuten. Hasieratik arazoak agertu ziren nahasketaren biskositatea injekzioan egoki mantentzea latza gertatu zitzaielako. Gainera osagai gehiagoko lotzailea beharrezkoa zela ziurtatu zuten, ateratzeko orduan piezaren itxura gordetzea errazagoa zelako.

Chung eta bere taldeak ^[46] lotzaile organiko batek izan behar dituen ezaugarri orokorrak aztertzen ditu. Bere biskositateak txikia izan behar du tamaina txikiko hautsekin nahastu ahal izateko. Giro tenperaturan propietate mekaniko onak izan behar ditu, modu honetan “berde” egoeran dagoen piezari erabilgarritasuna eman diezaion. Bihurdurarik sortu gabe erraz ateratzeko ahalmena izan behar du. Azken puntu honetan laguntzeko, tenperatura altuetan aterako den osagaiaren portzentai txikiagoa erabili ohi da. Azkenik termoplastikoa izatea beharrezkoa da prozesua birziklagarria suertatu dadin. Guzti honetaz gain, piezaren tamainak hormen zabalerokoak eta bere zailtasunak zeresan handia dutela lotzaile organikoaren osagaiak aukeratzerakoan ere esaten dute.

Bestalde, lotzaile organikoaren osagaiak aukeratzeko, bete behar duten funtzioa ere kontutan hartu beharreko gauza da. Nagusiki bi dira bere eginbeharrak: injekzioa egiterakoan tenperatura igotzen den neurrian bere biskositatea txikiagotu behar du, modu honetan nahasketa osoarena txikituz eta jariakor bihurtuz, injekzioa posible izanik. Bere bigarren eginbeharra piezaren itxura mantentzea da, trinkoketa presioa oso txikia baita eta partikulen artean sortzen dituen lepoen bidez eutsi behar delako itxura.

Bi funtzio hauek edozein argizari edo polimerorekin bete daitezke. Baina kontutan hartu beharreko ezaugarria beste bat da. Lotzailea ateratzerakoan, batzuetan,

hondakina uzten du piezaren barnean. Hondakin honengan kontrola izango balitz, oso baliagarria izango litzateke, ondorengo sinterizaziorako oso garrantzitsua baita, esaterako, karbono edukina modu honetan gehiagotu ahal izatea. Hondakin honen eragina sinterizazioan eta propietate mekanikoetan ere azaltzen da eta hau da hain zuzen lotzaile organikoen osagaiak bereizten dituen arrazoirik nagusienetarikoa.^[47]

Azkenik, lotzaileak piezatik ateratzeko duen erraztasuna ere oso garrantzitsua da. Ateratzerakoan porositatea gehiegi irekiko balu, ondorengo sinterizazioan istea ezinezkoa izango litzateke, dentsitate baxuko materiala lortuz. Aldiz, aurkakoa gertatuko balitz eta beraz porositatea oso gutxi irekiko balitz, lotzailearen zati handi bat barruan geldituko litzateke ondorengo sinterizazioan eztanda ugari gertatuz eta ondorioz piezaren suntsipena lortuz. Arazo hauengatik, lotzaile organikoak zenbait osagai ezberdinen nahasketa izan behar du ^[42,43,48,49], bere ezaugarrien arteko ezberdintasun nagusia irakite eta fusio puntuetan dagoelarik. Modu honetan, temperaturak gora jotzen duen moduan, fusio temperatura baxuena duen osagaia lurrintzen hasten da, materialaren porositatea pixkanaka irekiz eta kanporako bidea zabalduz. Baina beste osagaiak oraindik barruan gelditzen dira. Temperatura gehiago igotzean, bere fusio puntua harrapatzen duen osagaia, lehenengoak utzitako bidea aprobetxatuz, kanporatuko da, porositatea zertxobait gehiago irekiz. Modu berdinean irtengo dira beste osagai guztiak ere.

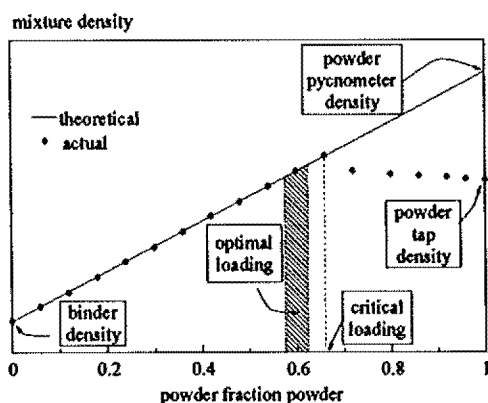
Azpitarratzeko gauza zera da: temperaturaren igoerak oso motela izan behar du ($\approx 2\text{ }^{\circ}\text{C/min}$) osagai bakoitza bere aldetik atera ahal izateko. Hau da, azkarrago egingo balitz, lehenengo osagaia ateratzen ari dela bigarrena ateratzen hasiko litzateke, modu honetan osagai ezberdinekin lortu nahi dena bertan behera geldituz. Beraz, komenigarria da hiru edo lau osagaieko lotzailea erabiltzea eta ateratzerakoan beroketa oso motela izatea.

2.5.3. Hauts metaliko eta lotzaile organikoaren arteko nahasketa.

Nahasketa egiteko modua oso erraza da. Alde batetik lotzaile organikoaren osagaien disoluzioa prestatzen da, ondoren erabakitako proportzioan hauts metalikoak gehitzen zaizkiolarik. Azkenik nahasdura homogenoa bilakatu arte nahasten edukitzen da.

Nahasketa prestatzen denean elementu ezberdinen proportzioa da kontutan hartu behar den gauza bakarra. Proportzio hau hauts metalikoen eta lotzaile organikoaren osagaien ezaugarrien funtzio da. Nahasketa honetan proportzioak bi baldintzek mugatzen dituzte: hasteko, azpiko muga, injekzio posibilitateak jartzen du; hau posible ez den bitartean lotzaile organiko portzentaiak handiagoa izan behar du. Bestalde, lotzaile proportzioa gehiegizkoa bada, prozesuaren atzerapena gertatuko litzateke ateratzeko denbora gehiago beharko litzatekeelako eta gainera ateratzean utziko lukeen porositatea handiagoa izango litzatekelako, modu honetan sinterizazioa zailagoa gertatuz. Honetaz gain, injekzioan hauts metalikoa eta lotzaile organikoa bana daitezke ezhomogenotasuna sortuz eta neurri arazoak gertatuz.

2.2. irudian ikus daitekenez, German-en ustez ^[44] hautsaren eta lotzailearen arteko karga proportzio kritikoa dentsitate teorikoa eta nahasketarena bereizten diren puntua da.



2.2 Irudia.- Konposizioaren funtzioan hauts-lotzailea nahasketaren dentsitatea, konposizio kritikoaren eta egokienaren ebaketa adieraziz ^[44]

Germanek ^[50] nahasketaren bolumen proportzioak nola kalkulatu adiezazten du, osagai bakoitzaren kantitatetik abiatuz.

$$\Phi = \left[1 + \frac{\rho_h \cdot W_l}{\rho_l \cdot W_h} \right]^{-1} \quad (2.1)$$

W -k osagai ezberdinen pisua, ρ -k dentsitate teorikoaren balioa eta “l” edo “h” azpiindizeek lotzailea edo hauts metalikoa adierazten dute hurrenez hurren. Hautsaren pisu frakzioa, X_h , ondokoa izango da:

$$X_h = \frac{W_h}{W_h + W_l} \quad (2.2)$$

Lotzailearen dentsitate kalkulua, bi osagaietako sistema batena kalkulatzeko erabiltzen den adierazpenaren aplikazio bat besterik ez da, eta ondoko formula jarraituz kalkulatzen du:

$$\frac{1}{\rho_t} = \frac{X_h}{\rho_h} + \sum_{i=1}^n \frac{X_i}{\rho_i} \quad (2.3)$$

X_i eta ρ_i lotzailearen n osagai ezberdinen frakzioa eta dentsitatea, eta ρ_t nahasdura osoaren dentsitatea direlarik. Bete beharreko baldintza ondorengoa da:

$$X_h + \sum_{i=1}^n X_i = 1 \quad (2.4)$$

Azkenik ρ_t eta Φ ren arteko erlazioa ere hautsen eta lotzailearen osagaien arteko erlazio bezala adieraz daiteke: (ρ_t lotzailearen dentsitate totala izanik).

$$\rho_t = \Phi \cdot \rho_h + (1 - \Phi) \cdot \rho_l \quad (2.5)$$

$$\rho_t = \rho_l + \Phi \cdot (\rho_h - \rho_l) \quad (2.6)$$

Modu honetan hauts eta lotzaile organikoaren osagai bakoitzaren datu zehatzak izanik, dentsitate eta “karga teorikoa” erraz kalkula daitezke, eta nahasdura ezberdinen arteko erlazioa ezartzeko ere derrigorrezko kalkuloak dira.

2.5.3.1. Nahasketa

Nahasketa egiteko modu ezberdinak egon arren, denak oso antzekoak dira, eta azken finean nahasdura homogeno bat lortzea da helburua. Nahiz eta aglomerazio edo lotzailea eta hautsen partikulen artean elkarketa eza posibleak izan, erraz gainditzen diren arazoak dira.

2.5.3.2. Nahasduraren lehorketa

Nahasdura homogenoa lortu ondoren garrantzizkoa da lehorketa ondo egitea. Argi dago, hautsaren dentsitatea lotzaile organikoarena baino askoz handiagoa dela. Beraz, gainazal zabal batean zabalduko balitz nahasdura, disolbatzailea lurrindu aurretik, (hau baita nahasdura lehertzeko modua) hauts guztia beheraldera joango litzateke bere gainean lotzailea geldituz bi geruza ezberdin osatuz, eta nahasketan zehar lortutako homogenotasuna galduz. Hau gerta ez dadin, lehorketa nahasdura mugitzen ari den bitartean egiten da, modu honetan disolbatzailea lurrintzen den moduan oraindik nahasketa gertatzen ari delarik, dena guztiz lehortu arte.

2.5.4. Injekzioa

Behin nahasdura guztiz lehorra dagoelarik, injekzioa egiten da. Injekzioa egin ahal izateko, nahasduraren biskositatea gutxiagotu egin behar da. Biskositatea tenperaturaren funtzioa da, lotzaile organikoaren osagaiak tenperatura igotzean

“biguntzen” doaz nahasdura osoa beraiekin batera pixka bat “urtzen” doalarik. Modu honetan tenperatura jakin batera iritsitakoan injekziorako prest izango da nahasdura.

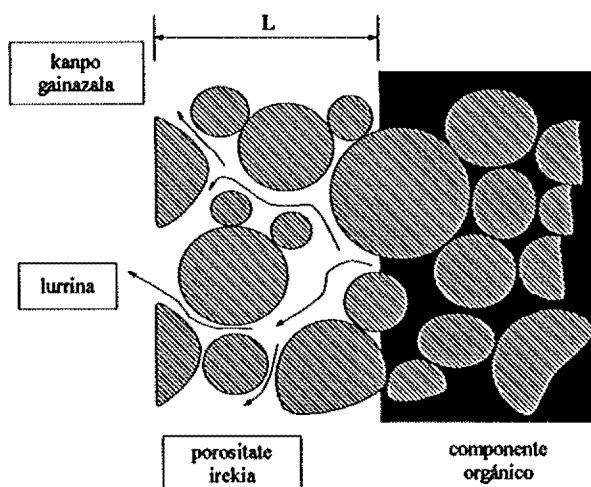
Presioa ere kontutan hartu beharreko beste parametro bat da. Jakina da Injekziozko Moldeaketan erabiltzen diren presioak oso txikiak direla. Nahasketa finko batek, tenperatura finko batean, injektatu ahal izateko gutxienezko presio bat behar du, Une horretatik aurrera ezartzen zaion presioa, trinkotze presioa da. Hau da, injektatzeaz gain, beti gainpresio bat ezartzen da, ondorengo urratsetan, lotzailea kentzerakoan hain zuzen, hauts partikula ezberdinen artean loturak egon daitezen eta modu honetan itxurak berdina izaten jarrai dezan. Dena den, hauts metalurgia normalarekin konparatuz, erabiltzen diren presioek 1/10 ordeneko erlazioa gordetzen dute.

2.5.5. Lotzaile organikoa kendu

Lotzaile organikoa kentzearen eragiketa da, dudarik gabe, injekziozko moldeaketan daudenen artean zailena eta arazo gehien ekar ditzakeena. Prozeduraren une honetan agertzen diren akats, eztanda edo pitzadurek aurreko lan guztia bertan behera uzten dute, eta derrigorrezkoa da berriz hasierara itzuli eta arazoa konpontzeko beharrezkoak diren aldaketak egin ondoren prozedura osoa errepikatzea. Zabalduen dauden tekniken artean bi dira aipagarrienak: bero bidez deskonposatu lotzailearen osagaiak, ondoren lurrintzean banan-bana kanporatzeko eta disolbatzaile baten barnean materiala sartuz lotzailea disolbatuz atera.

2.5.5.1. Bero bidez deskonposaketa

Bero bidez lotzailearen osagaia ezberdinak deskonposatzea da dudarik gabe teknika ezberdinen artean zabalduen dagoena. Teknika honetan, azaldu bezala, irakite puntu baxuen duen osagaia deskonposatu eta lurrintzen hasten da, ondorengo osagaiak urtzen hasten direnerako porositatea irekita gelditzen delarik (2.3 Irudia). Teknika honetan berotze abiadurak oso txikia izan behar du, deskonposaketa gertatzeko denbora



2.3 irudia-Bero bidez lotzaile organikoa ateratzeko moduaren eskema txiki bat

egon dadin. Batzbesteko abiadura $2\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ -ko ingurukoa izan ohi da. Abiadura honekin, lotzailea kentzeko beharrezkoa den denbora oso luzea izango dela ez dago esan beharrik, eta hau da teknika honek duen arazoetako bat. Aldiz, bere alde beste gauza batzuk ere baditu: lotzailea kentzearen kontrola handia da une

bakoitzean, aldi bakoitzean pieza ugari batera landu daitezke eta abar. Berotzearen teknika berdina erabiliz, honen antzeko bi agertzen dira: gauza bera presiopean dagoen atmosfera batean egitea eta laginaren azpitik porositate nahikoa duen beste materiale bat ipiniz kapilarizazioz lotzailea kentzea da bestea.

2.5.5.2. Disolbatzaile bidez lotzaile organikoa kendu.

Teknika honen barnean oso antzekoak diren azpitemnika batzuk azaltzen dira. Baina oinarria guztietan berdina da: pieza disolbatzaile baten barnean sartzean honek lotzailearen osagaiak disolbatu eta atera egiten ditu. Normalean teknika hau ez da bera bakarrik erabiltzen, oso zaila bait da disolbatzaile berdin bat lotzailearen osagai guztiak disolbatzeko gai izatea. Horregatik hasieran osagaien bat disolbatu, gero porositatea irekita utzi eta ondoren aurretik azaldutako teknikarekin konbinatuz gelditzen dena ateratzen da. Lan egiteko modu ezberdina disolbatzailea berotuz izan daiteke, bai likido moduan utziaz edo lurrindu arte berotu atmosfera disolbatzaile bat sortuz. Bero bidez egindakoe kin duen abantailarik nagusia azkartasuna da, baina eragozpen handi batek bere baligarritasuna dudan jartzen du, gehienetan oso toxikoa izaten baita teknika hau.

2.6. SINTERIZAZIOA

Sinterizazioaren definizioa oso erraza da: temperatura altutan gertatzen den partikulen arteko elkarketa da. Solidu egoeran atomoen garraiatzearen ondorioz fusio tenperaturaren azpitik gerta daiteke, baina batzuetan likido fase baten sorrera ere egon daiteke. Egitura mailan, sinterizazioa elkarren ondoan dauden partikulen artean lepoen sorrera eta hazketa ematen denean gertatzen da.

Hautsari dagokion gainazal energia handia murrizten duten mugimendu atomikoen bitartez ematen da partikulen sinterizazioa. Energia hau bolumen unitatearekikoa da eta partikularen diametroarekiko alderantziz proportzionala ere bai. Betidanik gainazal energia honen neurketa, gainazal azaleraren bitartez egin izan da. Modu honetan, gainazal azalera handiagoa duten partikula txikiagoek energia handiagoa dute eta horregatik azkarrago sinterizatzen dira. Hala eta guztiz ere, gainazal energia guzti hori sinterizazioan erabiltzea ezinezkoa izaten da. Edozein solido kristalinoan, partikula ezberdinen ukitze puntuetatik gertu ale muga bat bilakatuko da, berarekin elkarturik energia bat agertzen delarik. Ale muga hauek, atomoen mugimenduan oso garrantzitsuak, mugikortasun atomiko handia duten akatsdun alderdiak dira. Sinterizazio mekanismoek masa fluxua osatzen duten atomoek mugitzerakoan jarraitzen duten bidea erakusten dute. Hauts metalikoen kasuan, mekanismo hauek normalean gainazalean gertatzen den difusio prozesuak dira, bai ale mugetan edo sare kristalinoan zehar.

Sinterizazioan lepoen hazketarekin batera datozen egitura aldaketak garraio mekanismoen menpe daude. Garraio mekanismo hauek nagusiki difusio prozesuak izaten dira. Difusioa termikoki aktibatzen da, eta beraz, honek energia espezifiko hau atomoen mugimenduarako beharrezkoa dela esan nahi du. Mugimendua emateko atomo batek dagoen tokitik hutsik dagoen batera aldatzeko beharrezkoa den aktibazio energia adina

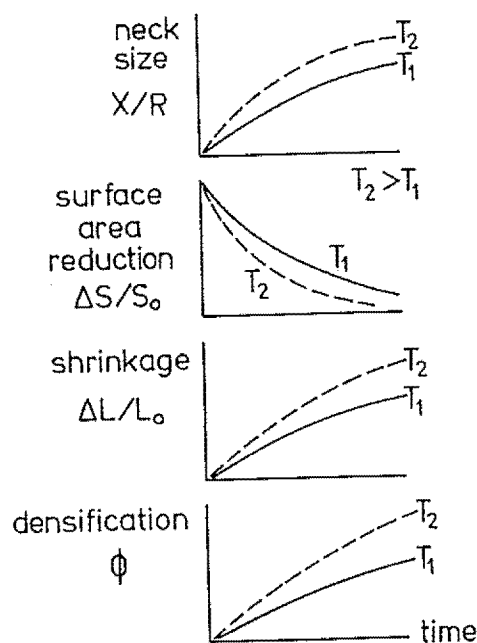
edo handiagoa izan behar du. Hutsune atomiko kopurua eta horietara mugitzeko nahikoa energia duten atomoen kopurua Arrhenius-en erlazioaren arabera aldatzen dira:

$$\frac{N}{N_0} = \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right) \quad (2.7)$$

non N/N_0 -k atomo kantitate totalarekiko aktibatuak daudenak edo egon daiteken hutsune kopurua adierazten duen, Q beharrezkoa den aktibazio energia, R gasen konstantea eta T tenperatura absolutoa diren. Sinterizazioa tenperatura altuagotan azkarrago ematen da, handiagoak baitira hutsune kopurua alde batetik eta atomo aktibatuak bestetik.

Sinterizazioa gertatzen ari den bitartean gainazal azalera azkar txikiagotzen da S_0 baliotik hasita, $\Delta S/S_0$ parametroak neurtzen duelarik, modu honetan sinterizazioaren maila adierazten duelarik. Gainazal azalera mikroskopikoki azter daiteke edo gasen iragazkortasunaren teknika erabiliz.

Densifikazioaren beste neurri bat lepoen sorreraren proportzioa izan daiteke. Proportzio hau X/D bezala defini daiteke, X lepoen diametroa eta D partikularen diametroa direlarik. Gainera lepoen haziera honek piezaren uzkurketa, densifikazioa eta erresistentziaren gehipena dakar. Dena den, haziera honek gainazal azaleraren galera ere dakar, eta propietateen hobekuntza uzkurketa gertatu gabeko trinkoetan eman daiteke.



2.4 Irudia.-Sinterizazio tenperatura eta denboraren eragina lepo tamainarekin zer ikusia duten propietateekin.

Lepoen haziera honek dakartzan zenbait aldaketa 2.4 irudian azaltzen dira bi tenperatura ezberdinentzat. AL/L_0 uzkurketa luzeraren aldaketa eta hasierako luzeraren arteko zatiketaren bidez adierazten da. Trinkoaren uzkurketa ρ_v hasierakoa aldatuz ematen da, ondorengo erlazioaren arabera:

$$\rho_s = \frac{\rho_v}{\left(1 - \frac{\Delta L}{L_0}\right)^3} \quad (2.8)$$

Dentsifikazioaren parametroa ψ ondorengo espresioaren bidez adierazten da:

$$\psi = \frac{\rho_s - \rho_v}{\rho_t - \rho_v} \quad (2.9)$$

ρ_t dentsitate teorikoa izanik. Dentsifikazioak, bukaerako dentsitateak, lepoaren tamainak, gainazal azalerak eta uzkurketak sinterizazioan porositateen desagertzea neurtzen dute.

2.6.1. Sinterizazio atmosfera

Atmosfera batek bete behar dituen ezaugarri nagusiak hiru dira: trinkoen eta labearen oxidazioa gerta ez dadin, oxidoen erredukzioa erraztu eta agertzen direnean lurrin moduan dauden lubrikanteak labetik kanporatu. Batzuetan, eta funtzio hauetaz gain, trinkoaren konposizioan eragina izatea ere beharrezkoa izaten da. Ondoren agertzen dira bi atmosfera mota nagusiak: huts ingurunea eta nitrogenoan oinarritutako atmosfera gaseoso industrialak.

2.6.1.1. Huts ingurunea

Hutsean egiten den sinterizazioan erredukzioa egiten duen gasik ez dago eta beraz hautsek duten karbonoak oxidoek duten oxigenoarekin nola edo hala elkartu behar du. Sinterizazioaren aurretik eta ondoren eginiko oxigeno eta karbono neurketak

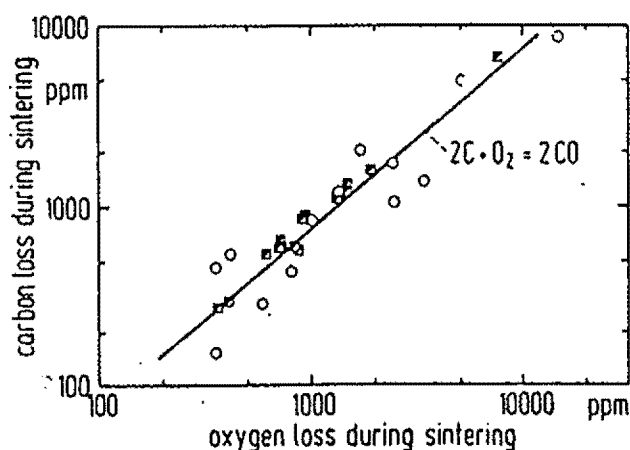
azaltzen dutenez, materialak pairatzen duen karbono galera, ondorengo erreakzioa-k CO-ren sorreran aurreratzen duena baino zerbait handiagoa da.



Karbonoaren eta oxigeno galeraren arteko erlazioa 2.5 irudian aurkezten da zenbait erreminta-altzairu lasterrentzat ^[51]. CO-ren sorrerak aurreratzen duen erlazioa zuzenaren bidez adierazten da eta ikus daitekeenez errealitatetik oso gertu azaltzen da. Erlazio hauek ere beste zenbait lanetan aurkitu izan dira^[6]. Dena den, aipatutako azken lan honetan azaltzen denez, hutsean 900÷950 °C artean oxidoak kentzeko asmoz eginiko suberaketan karbono galera CO-ren sorreraren erreakzioak aurreratzen duenaren bikoitza izan da.

2.6.1.2. N₂ - H₂ - CH₄ atmosfera gaseosoa

Nagusiki C.E.I.T. en eginiko ikerketetan ^[24,25,52] zenbait erreminta-altzairu lasterren hautsak sinterizatzea % 90 N₂-% 9 H₂-% 1 CH₄-z osaturiko atmosfera industrial batean posiblea dela aurkitu izan da. Hidrogenoak nahasketa erreduktorea bilakatzen du eta metanoa prozeduran zehar gerta daitekeen dekarburazioari aurre egiteko asmoz gehitua izan da.



Atmosfera honetan egiten den sinterizazioan altzairuaren nitrogenazioa ere ematen da. Altzairuaren gainazalaren gainean gertatzen den zurgapen mekanismoak ondorengo erreakzioa betetzen duela proposatzen da ^[53].

2.5 irudia.-Hauts metalikoak duen oxigeno edukina eta sinterizazioan gertatzen den karbono galeraren arteko erlazioa.

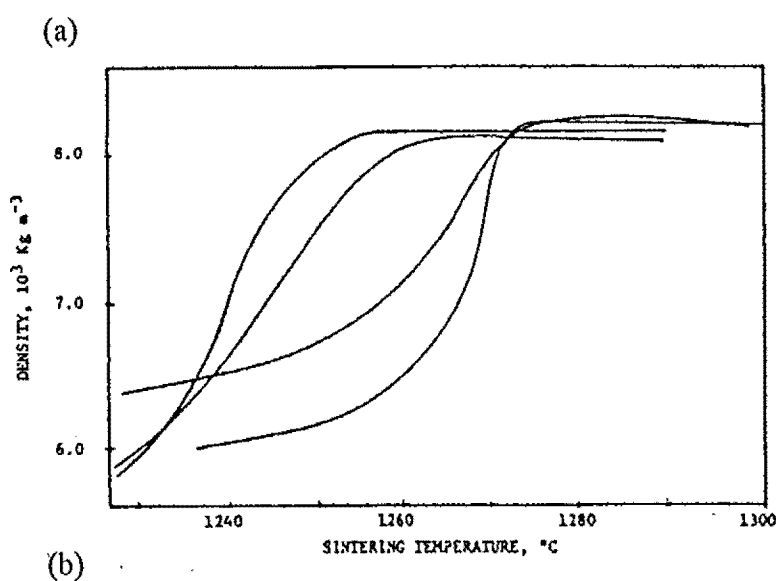
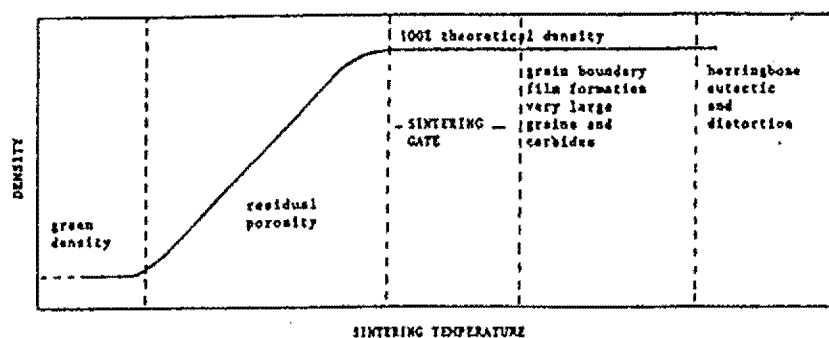


ondoren nitrogenoaren difusioa altzairuan barne gertatzen delarik. Lan berean adierazten denez, zurgatutako nitrogeno kantitatea, nitrogenoaren presio partzialaren erroarekiko proportzionala da. Era berean, altzairuak duen konposizio kimikoak zeresan handia dauka zurgatutako nitrogeno kantitatearekin. Modu honetan, burni hautsaren sinterizazioan zurgatutako nitrogeno kantitatea 200 ppm-takoa izan ohi da ^[53], baina, aldiz, altzairu austenitiko herdoilgaitzeko haritan lortzen diren kontzentrazioak %0.6 ingurukoak izan ohi dira ^[54] nitrogenoaren presio partzialaren arabera.

Aurrerago azalduko denez, altzairuak pairatzen duen nitrogenazio honek sinterizazioaren aurrean izango duen portaeran ikaragarritzko garrantzia izango du.

2.7. DENSIFIKAZIO KURBA

Dentsitateak sinterizazio tenperaturekin duen harremanaren adibide bat 2.6(a) irudian ^[55] azaltzen da. Sinterizazioan onargarri den tenperatura tartearen goi limitea bi moduz azaltzen da: mikroegituran “herringbone” itxurako eutektikoak azaltzen direnean edo piezak bere itxura galtzen duenean ertzak borobilduz. Goi muga honen azpitik kokaturik dago sinterizazio tartea eta bertan gutxienez dentsitate teorikoaren %99 lortzen da. Behe mugatik gertu aurkitzen den egituraren ezaugarri nagusiena karburoen distribuzio homogenoa da, bai ale mugetan eta baita ale barnetan ere, azken kasu honetan txikiagoak direlarik. Karburo hauek nagusiki bi motatakoak izaten dira: banadioan aberatsak diren MC motakoak (gasezko atmosferan egiten den sinterizazioan karburo hauek MX karbonitrurotan eraldatzen dira ^[24]) eta wolframio edo molibdenon aberatsak diren M₆C motakoak. Bai ale tamaina eta baita karburoen tamaina ere, sinterizazio



2.6 irudia (a) Sinterizazio kurbaren marrazkia. Bertan prozedura osoan gertatzen diren egoeretan erabiltzen den terminologia aurkezten da.

(b) Lau baldintza ezberdinetan T15 altzairuaren sinterizazio kurba arrunten adierazpena. ^[55]

temperaturak gora jotzen duen moduan handitzen dira, karburo txikien disoluzioa eta atomoen mugikortasun handiagoari esker nagusiki. T15 motako altzairuaren sinterizazioaren adierazpen grafiko arrunta 2.6(b) irudian azaltzen da.

Erreminta-altzairu lasterretan ezaugarri guzti hauek orokorrak badira ere, karburoen itxura, konposizioa eta proportzioa altzairu batetik bestera aldatzen dira. Esaterako, M2 altzairuaren ezaugarrietako bat sinterizazioaren lehen urratsetan ale mugatan azaltzen den karbuero mintz jarraia da ^[56]. T6 edo T1 ^[55] motatan oso gutxitan eta T42-ren kasuan proportzio txikiagotan eta tenperatura altuagotan azaltzen da. ^[55]

Mintz hau agertzen denean sinterizazio on baten goi muga bezala har daiteke. Modu honetan definitutako sinterizazio tartea 5°C takoa (M2ren kasua) edo 25÷30°C takoa izan daiteke zenbait T motako altzairurentzako.

Sinterizazio-tartearen barnean eginiko sinterizaziotan lortzen den egitura ale txiki ardatzkidez eta beraien mugatan edo barnean karbuero txikien banaketa homogenoz osatua dago. Tenperatura minimo honen azpitik T15 eta M2 altzairuekin eginiko sinterizazio luzeagotan, 5 ordu ^[56], karburoen eta ale tamainaren haziera izan da ondorioa, eta nahiz porositateak zertxobait behera egin, oraindik onartezineko kantitatean agertu izan da.

Aurrerago agertuko den bezala, nitrogenazio honek berarekin dakartzan egitura aldaketak, sinterizazio osoan zenbait aldaketa ere ekarriko ditu hutseko sinterizazioarekin gonbaratuz.

2.8. ERREMINTA-ALTZAIRU LASTERREN SINTERIZAZIO MEKANISMOAK

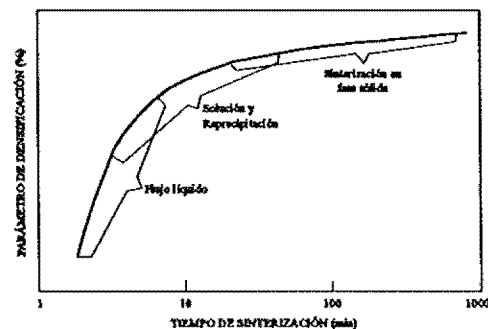
Zenbait ikertzaileen ustez, erreminta-altzairu lasterren sinterizazioa fase likido baten bitartez egiten da ^[51,57], eta proposaturiko mekanismo horietariko bat Fe-Cu sisteman onartuta dagoenaren antzekoa da.

2.8.1. Fase likidoan sinterizazioa

Mekanismo hau zenbait argitalpen ezberdinetan azaldua izan da [58,59]. Nagusiki sinterizazio denboraren menpe diren hiru urrats ezberdinetan ematen da mekanismo hau, 2.7 irudian argitzen den moduan.^[60]

Hiru urrats hauek ondorengoak dira:

- Fase likidoaren fluxua eta partikula ezberdinen birmoldaketa.
- Soluzio eta berprezipitazioa
- Berbilketa, porositatearen itxidura edo ale tamainaren haziketa. Ale mugek likidoa ordezkatzeko dute eta solido egoeran ematen den zinetikak kontrolatzen du sinterizazioa azken urrats honetan.^[60]



2.7 irudia.- Fase likidoan sinterizazioaren dentsifikazioaren eskema. Bertan gainjartzen diren hiru urratsak azalduz.

Fe-Cu sisteman sinterizazioa 1120°Ctan ematen da, Cu-aren fusio puntua (1083°C) baino tenperatura altuagoan. Sinterizazio honetan parte hartzen duten prozesuak ondorengoak dira [61].

- Kupre likidoak burdin partikulek uzten dituzten zirrikituak betetzen ditu.
- Kupre likidoa burdin partikulen ale mugatan sartzen da.
- Solido egoeran kuprearen difusioa burdinean: burni partikulen gainazaletik barnekalderantz eta ale mugetatik ale barneruntz ere.

a) urratsa kapilaritate indarren ondorio bada bakarrik, bigarrena soluzio-berprezipitazioaren kasu berezitzat har daiteke. Burdin partikulen inguruan eta barnean kupre likidoa sartzeak solido egoeran ematen den difusioa indartu egiten du.

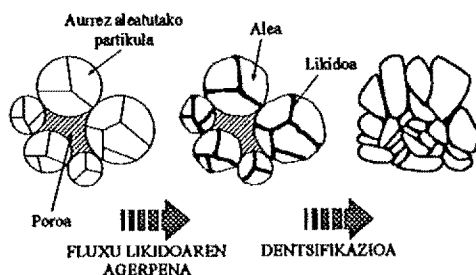
Kupre kontzentrazioa burdinean, solubilitate muga baino txikiagoa baldin bada, (9.5% 1096°C tan) fase likidoa iragankorra izango da eta bakarrik sinterizazioaren lehen urratsetan emango da.

2.8.2. Supersolidus fase likidoan sinterizazioa

Fase likidoan, bai iraunkorrean eta baita iragankorrean ere, gertatzen den sinterizazioan agertutako mekanismoak, batez ere oinarritzko hautsen nahasketatan agertzen dira,, likidoa hauts horietako baten fusioz sortzen delako edo nahasketaren osagaien artean eutektiko bat sortu delako.

Germanek, supersolidus fase likidoan sinterizazio izenez izendatu zuen ondorengo prozesua: aurrez aleatutako hautsak solidus eta likidus arteko tenperatura batetaraino berotu, modu honetan partikula batzuetan fusioa gertatuz, eta ondorioz dentsitate handiak lortuz.

Tarteko tenperatura hauetan partikula bakoitzeko ale mugatan likidoa sortzen da, modu honetan zatiketa eraginez ondoren kapilaritatez bermoldaketa emateko. Horrela oinarritzko hautsetatik abiatuz baino likido banaketa homogenoagoa lortzen da. 2.8 Irudian azaltzen dira mekanismo honekin lotuak agertzen diren urratsak.



2.8 irudia.-Aurrez aleatutako hauts bat solidus eta likidus tenperatura tartean berotzen denean gertatzen den densifikazio prozeduraren eskema.

- I. Ale mugatan likidoaren eraketa
- II. Partikulen zatiketa
- III. Zati ezberdinen bermoldaketa
- IV. Berpaketaketa eta aleen ordenazioa
- V. Loditzea
- VI. Porositatearen itxiera soluzio-berprezipitazioz.

Mekanismo honek agintzen duenean, likidoak solidoa busti egiten du, eta azken honek likidoan solubilitate handia dauka, modu honetan fase likidoan sinterizazioa laguntzen delarik.

Prozesu hau kontrolatzen duten parametro nagusiak tenperatura eta altzairuaren konposizioa dira, hauek baitira likido bolumenaren frakzioaren kontrola dutenak eta beraz dentsifikazioa bi modu ezberdinez eragiten du:

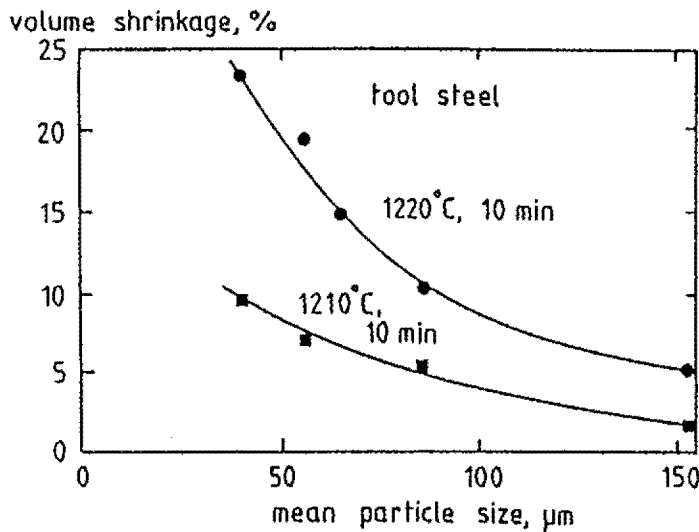
- Ale mugatan eta partikulen ikutueta eratzen da, modu honetan eskeletu zurruna desegiten duelarik.
- Bestalde likidoak beste bi gauza eragiten ditu: kapilaritate indarra eta difusiorako ingurune egokia, modu honetan ohizko fase likidoan sinterizazioan lortzen den antzeko dentsitatea lortuz.

Dentsifikaziorako garrantzitsuena likido ale mugatan sartzea da. Hain da garrantzitsua non densifikazioa, dagoen likido bolumen portzentaiarekiko proportzionala bait den. Likido kantitatea txikia baldin bada, dentsifikazioa ez da egokia piezak solido-solido lotura gehiegi dauzkalako. Aldiz, likido kantitatea handiegia balitz eskeletu zurruna desegingo litzateke eta ondorioz dentsifikazio ez uniforme, poroen elkarketa eta piezaren handiketa emango litzateke. Azkeneko hau agertuko da likidoaren frakzio bolumetrikoa %40tik gorakoa denean. Experimentalki ikusi izan da sinterizaziorako nahikoa mekanismo ona dela fluxua biskosoa izatea.

Germanen ustez ^[62], aldagaien eragina ezberdina da, prozedura dentsifikazioaren funtzio edo mikroegituraren kontrolaren funtzio bezala hartzen bada.

- Partikula tamaina

Supersolidus fase likidoan sinterizazioan erabiltzen diren hautsak nahikoa lodiak izaten dira, hau fase likidoan sinterizazioarekiko abantaila izanik, oso finak baitira kasu



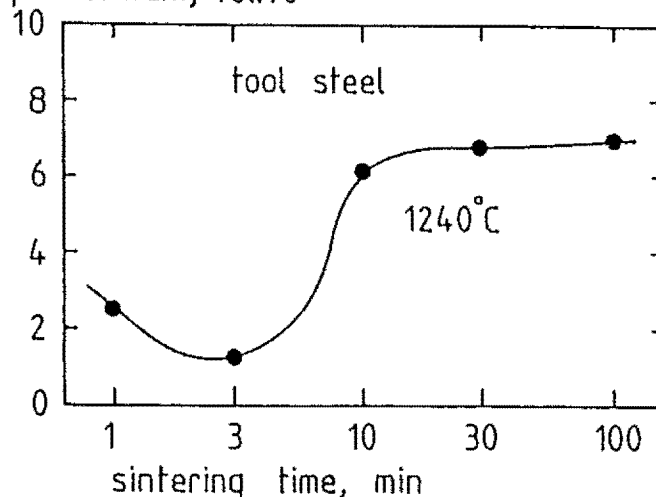
2.9 irudia - Bi tenperatura ezberdinetan 10 minutuz sinterizatutako erreminta-altzairu lastarren hautsen partikula batazbesteko tamaina eta bolumen uzkurketaren arteko erlazioa [63]

honetan. Bi abantaila nagusienak, ekonomikoak eta kontaminazioa-
rekikoak dira. 500 μm inguruko
hautsekin dentsitate totalak lortu
badira ere, normalean
batazbesteko 80 μm inguruko
hautsak erabili ohi dira.

Hauts atomizatueterako
partikula tamainaren beste
alderdi bat solidifikazio eta hozte
abiaduran datza: tamaina
txikiagoa den moduan
solidifikazio abiadura handiagoa
izango da, modu honetan

partikularen barnean ezberdintasunak gertatuko direlarik. Partikula handiek
atomizazioan hozketa motelagoa aurkezten dutenez, sinterizazioan likidoaren eraketa
txikiagoa izango da, hau dentsifikazio on baterako oinarri izanik. Beraz motelki
hoztutakoak, handiak edo liquid content, vol.%

tenplatutako hautsak ez dira
desiragarriak. Laburpen gisa
fusioa tenperatura baxuago-
tan hasten da eta likido
kantitatea handiagoa ager-
tuko da partikula tamaina
txikiagoa den moduan. 2.9
irudian altzairu laster hauts
batentzat orain esandakoa
aurkezten da.



2.10 irudia - 1240 °C-tan sinterizatutako erreminta-altzairu laster batean denboraren logaritmoak neurtutako likido kantitatearen aldaketan duen eragina. [64]

Sinterizazioan gertatzen den bolumen uzkurketa txikiagoa da partikula tamaina handitzen den moduan. Dena den, tenperaturak handiak direnean uzkurketaren garrantzia asko murrizten da.

Sinterizazio denboraren eragina sortzen den likido kantitatean 2.10 irudian aurkezten da 1240°C tan sinterizatutako erreminta-altzairu laster batentzat.

Argi ikus daiteke erreminta-altzairu lasterretan sinterizazioa 10 minututik gora denean likido kantitatea ez dela gehitzen eta kantitate hau %7 bolumen portzentaian besterik ez dela.

Hautsen hasierako mikroegiturak garrantzi handia du mekanismoa ondo ibil dadin, likido frakzioaren aldaketa bere funtzio baita. Dendritiko egitura duten hautsak berotzen badira, likidoa beraien arteko azaleratan eratuko da nagusiki, baina hauek densifikazioan ez dute eraginik ez baitute mintz jarrai bat osatzen. Zelula mikroegitura duten partikulatan aldiz, ale mugatan likido mintz jarraia eratuko da eta horregatik densifikazio egoki bat emateko beharrezkoa den likido kantitatea txikiagoa izango da.

Sinterizazioa, likido kantitate nahikoa eratzeko beharrezkoa den tenperatura baino askoz tenperatura altuago batean ematen bada, eratzen den likido kantitatea handiegia izango da eta ondorioz mikroegituraren eta ale tamainaren haziketa emango da. Tenperatura baxuegia baldin bada aldiz, sortzen den likido kantitatea ez da nahikoa eta lortzen den dentsitatea ez da onargarria.

German-en ustez ^[62] fase-diagraman azaltzen denaren arabera betebeharrak batzuk azaltzen dira:

- Solidus eta likidus lerroen arteko distantzia handiagoa gerta dadin aleazio elementu asko gehitu behar dira. Prozeduraren kontrola distantzia honen menpe dago, tenperatura jakin batean eratzen den likido frakzio bolumetrikoa berari alderantziz proportzionala baita. Praktikoki 100 K etako diferentzia beharrezkoa gertatzen da.

- Altzairuak bere konposizioan agertzen dituen gora beheren eragina ahalik eta txikiena gerta dadin, solidu eta likidu faseen arteko ezberdintasuna handia izatea gomendagarria da, nahiz eta ezberdintasun hori handiegia izatea ere ez den komeni likidoak solidoaren bustiera zaildu baitezake (bustiera hainbat hobe izango da, solido eta likido faseen arteko konposizio diferentzia txikiagoa den neurrian).
- Azkenik temperaturaren kontrolak ez du zehatzegia izan behar, bere aldaketarekin likido frakzio bolumetrikoa gehiegi aldatzen ez bada. Bi hitzetan: solidus eta likidus marren maldek handiak izan behar dute.

Sinterizazio temperaturaren eragina handia da dentsitatean, mikroegituran eta altzairuaren propietateetan. Aurrez aleatuak dauden hautsak orekan ez egoteak ondorio bezala fusioa solidus temperatura azpitik ematea dakar. Horregatik fase-diagramak bideragarriak badira ere ez dira normalean erabiltzen, ezin baitute aurrez sinterizazio temperatura egokiena asmatu.

Lehen apaitu den bezala, temperaturaz gain, prozedura honetan garrantzi gehien duena altzairuaren konposizioa da, eratzen den likido kantitatean zer esan handia duelako. Modu honetan argi dago altzairuaren konposizioa eta sinterizazio temperatura egokienaren artean erlazioa oso estua izango dela.

Germanen ustez ^[65] aurki daitezkeen arazorik nagusienak ondorengoak dira:

- i. Beroketa oso motela bada, sinterizazioa solido egoeran eman daiteke, eta beraz, sortzen diren partikulen arteko elkarketek ondoren eratuko den likidoak eragingo lukeen bermoldaketari ikaragarritzko trabak ipiniko lizkiokete.

- ii. Lehen aipaturiko sinterizazio tenperatura egokiena eta altzairuaren konposizioaren arteko erlazio estua dela eta oso zaila da bien kontrol zehatza batera izatea.
- iii. Sinterizazio abiadura oso handia bada, likidoaren eraketaren ondorioz agertzen diren dimentsio eta mikroegitura aldaketak menpe izatea zaila gerta daiteke.
- iv. Hasiera batean dentsitate handiak lortzeko poroen barnean ez du gasik geratu behar, hau da, sinterizazioa hutsean egin beharko litzateke industri mailan gasezko labe jarraiak baztertuz.

Abantaila nagusien artean, oso aleatua den altzairuetan dentsitate handiak lortzeko zaletasuna da nagusia, batez ere solidifikazio azkar baten bitartez lorturiko hautsetan, modu honetan hauts partikula handiekin mikroegitura fina lortzeko posibilitatea baitago.

2.8.3. Fase likido iragankorreko sinterizazioa.

Lehen aipaturiko supersolidus fase likidoan sinterizazioan aurrez aleatuta dauden hautsak solidus eta likidus tarteko tenperatura batean sinterizatzen dira, fase solidotik fusio partzial baten bidez fase likidoa lortuz.

Fase likido iragankorreko sinterizazioan fase likidoak solubilitate handia izan behar du fase solidoan. Ondorioz fase solidoan difusio bidez hedatzen da likidoa eta bere solidifikazioa difusio homogenotasunarengatik gertatzen da. Metodo honek duen abantailarik nagusia zera da: fase likidoaren iraupena hain motza da non modu honetan fase likidoa iraunkorragoa denean gertatzen den haziera oztopatzen den. Dena den kasu honetan prozeduraren baldintzek zeresan handia dute, esaterako berotze abiadura edo fase likidoa lortzeko erantsi diren hautsen izaera.

Aleazio gutxiko altzairu batean ere sinterizazio mekanismo hau ematen dela aurkitu izan da. Kasu honetan karburo konplexu (Cr, Mo eta Mn) asko zuen hauts bat eransten zen, modu honetan fase likidoa karburo eta aleazio elementuak altzairuaren matrizean hedatzean sortzen zelarik ^[66]. Lan honen egileek, fase likidoak partikulen arteko loturak errazten zituela aurkitu zuten eta era berean difusioa ere indartua gertatzen zela.

Burdina-metala-karbono sistemaren fase-diagrama hirukoitzek argitzen dute fase likidoaren presentzia, bertan agertzen baita fusio puntu baxuko fase likido baten eraketa. 2.2 taulan Banerjeek bere lanean azaldutako erreakzioak azaltzen dira.

2.2 taula.- Fe oinarritzat duten aleazioetan likidoaren eraketa beraiekin dakarten erreakzioak

SISTEMA	ERREAKZIOAREN OSAGIAK	TENPERATURA °C
Fe-Mo-C	$L + Cr_7C_3 \Rightarrow \gamma + Fe_3C$ (peritética)	1184
Fe-Mo-C	$Fe_3C + \gamma + Mo_2C + L$	1080
Fe-Mo-C	$Fe_3C + C + Mo_2C + L$	1120
Fe-Mo-C	$\gamma + Mo_2C + \eta + L$	1150
	$\alpha + \gamma + \eta + L$ (donde $\eta = Fe_3Mo_3C$)	1210
Fe-Mn-C	$L + \gamma + (FeMn)_3C$ (20%p Mn, 4,2%p C)	1080
Fe-Cr-Mo-C	5÷6 %a Mo + Cr	1160
	8% a Mo + Cr	1120
	20 %a Mo + Cr	1160
	con 15 %a C (≈ 3.6 %p C)	

%a = atomiko porcentaia / %p = pisu porcentaia

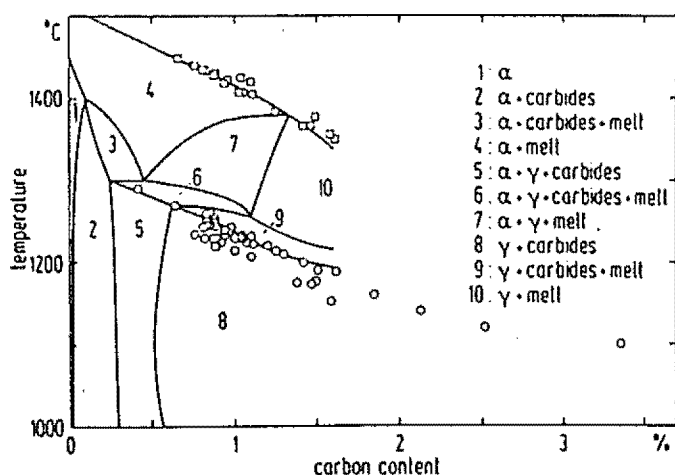
Erreminta-altzairu lastarren sinterizazioari buruzko mekanismoen inguruko lanetan, interesgarrienetarikoa Bee-k eta bere laguntzaileek ^[56] M2 eta T15 altzairuekin eginikoa da. Lan honetan fase likido iragankor baten presentzia somatu zuten, eta gainera nahiz kantitate txikian, dentsifikazio osoa osatzeko derrigorrezkoa zela ziurtatu zuten.

Lan horren ondorioetan, fase likido hori, M_6C karburoen disoluzio eta ondoren ale mugatara elementuen hedapenaren ondorioz eratzen dela esaten da. Banerjee-k ^[66] azaldutako oinarri bera erabiliz argitzen dute lan horretan, fase likidoaren sorrera M_6C karburoen disoluzioarengatik ematen dela. Hau da, karburoak parte hartzen dituzten fusio puntu baxuko faseen jatorri diren burdina oinarri duten sistema hirukoitzetan ematen diren erreakzioen izaera argitzen dute.

Erreminta-altzairu lasterren sinterizazio mekanismoa fase likido iragankorra denaren beste argumentu bat, erreminta altzairu-lasterren diagrama pseudo-bikoitzetan solidus lerroak duen posizioan oinarritzen da.

Wähling eta bere laguntzaileek ^[51] eginiko azterketen arabera, dentsitate handiak lortuz erreminta-altzairu lasterrak sinteriza daitezkeen tenperatura, aleazioak duen solidus tenperaturaren berdina dela esan daiteke. 2.11 irudian M2 altzairuaren diagrama pseudo-bikoitza azaltzen da. Bertan Wählingek lortutako solidus eta likidus tenperaturak erakusten dira, balioen sakabanatzea ikus daitekelarik. M2-rentzat argitaratutako sinterizazio tenperaturak, solidus tenperatura mugatzeko lortutako tenperatura tartean

erortzen dira, sinterizazioan bertan gertatzen den oxido erredukzioarengatik karbono galerak kontutan hartzen badira. Irudi berdinean ere, bi tenperaturek, bai solidus eta baita sinterizazio tenperaturak ere, karbono edukinarekin duten menpekotasuna agerian jartzen da.



2.11 irudia.-M2 erreminta-altzairu lasterrarentzat (S6-5-2) diagrama pseudo bikoitza ^[51]

Grinder-ek aldiz ^[67], T42 motako altzairu hauts finei (2.3 μm) karbono arrunta gehitu ondoren, solidus tenperatura azpitik sinterizatuz dentsitate handiak lortzeko posibilitatea proposatzen du erabiltzen den denbora nahikoa luzea bada, modu honetan berak dioenez, sinterizazioa solido egoeran gertatzen delarik. Dena den, sinterizazioaren hasieran karbonoaren bereizgo lokalak direla eta karbonoan aberatsa den likido fase iragankor baten eraketa ez dute aldarazten, nahiz bere ustez, porositatea solido egoeran gertatzen den sinterizazioz isten den. Bestalde, ohartaraztekoa da beste ikerketa batzuetan ^[6] dentsifikazio gorena lortzen den tenperaturaren eta altuagotan sinterizatutako laginetan, porositatea eta eutektiko osagaiak elkarrekin aurkitu izan direla. Honek esan nahi du, eutektikoen eraketak ez duela dentsitate osoaren lorpena ziurtatzen, edo beste modu batera, likido fasearen eragina dentsitatea lortzeko lanetan mugatua dela.

2.9. OINARRIZKO KARBONOAREN GEHIKUNTZA

Aurrez azaldua izan den bezala, erreminta-altzairu lasterren sinterizazioan, oxidoen erredukzioagatik karbono galerak izaten dira ^[24,51]. Honi aurre egiteko, sinterizazioaren aurretik, erreminta-altzairu lasterren hautsei oinarrizko karbonoa gehitu egiten zaie. Bukaerako karbono maila egokitzeaz gain, gehikuntza honek dentsitate handia lortzeko beharrezkoa den tenperaturaren jeitsiera ere lortzen du ^[6]. Honetaz gain, kasu batzutan sinterizazio tartea handitzen duela ere aurkitu izan da ^[8].

Banerjee-k eta Mukanda-k ^[68] hutsean edo hidrogeno atmosferan eginiko sinterizazioan, burdin hautsetan karbonoaren xurgapen mekanismoa aztertu zuten. Beraiek karbonoaren transferentzia grafito-burdin ukituetan eta ez atmosferaren medioz ematen zela aurkitu zuten. Burdinaren gaineko oxido geruzak edo grafitoak, xurgatutako oxigenoak karbonoaren sartzea eragozten dute, eta beraz gasa ateratzearen urratsa izan daiteke prozedura hau kontrolatzen duena.

Erreminta-altzairu lasterren hautsen sinterizazioan karbono galerak ez dira bakarrik gainazal oxidoen erredukzioagatik izaten (normalean oxido hauek sinterizazio aurretik egiten den suberaketan kentzen dira), baizik eta egonkorrago diren oxidoak erreduzitzean ere galerak izaten dira ^[51] (esaterako banadio oxidoak; hauengan suberaketak ez du batere eraginik).

Karbono gehikuntzaren eragina erreminta-altzairu lasterren hautsekin nahasketan gertatutako bereizketagatik ez zela, zenbait ikertzaileek aztertu zuten, sinterizazio aurretik 1000 °C tan ordu betez homogenizazio urratsa emanaz. Beraiek, modu honetan edo homogenizaziorik gabe sinterizatzean lortzen ziren mikroegiturak eta dentsitateak berdinak zirela ikusi zuten.^[6]

Palma-k ^[24] bere lanean erreminta-altzairu laster ezberdinei % 0.2 ko karbono gehikuntzaz sinterizazio tenperatura jeisten zaiela azaltzen du. Efektu hau oraindik gehiago hobetzen da sinterizazio atmosferako nitrogenoarenarekin konbinatuz, kasu honetan gainera atmosferak metanoa izatean dekarburazioa eragozten delako.

Orain arte azaldutakoaz, karbono gehikuntzak fase likido baten, ziurrena iragankorra, eraketa errazten duela dirudi. Honen zergatia erreminta-altzairu lasterren hauts partikulen gainazala karbonoz aberatsa izatean, xurgapenaren ondorioz fase likidoa tenperatura txikiagotan eratuko dela da, solidus tenperatura karbono edukina haunditzean jeisten baita. ^[51,67]

2.10. ERREMINTA-ALTZAIRU LASTERREN TRATAMENDU TERMIKOAK.

Erreminta-altzairu lasterretan erabiltzen diren tratamendu termikoak ohizko altzairuetan erabiltzen direnak baino konplexuagoak dira, bi arrazoi nagusiengatik: austenizazio tenperatura tartea oso zabala da eta tenplaketaren ondoren iraoketa

anizkoitza egin behar da. Propietate mekanikoak, ezarritako tratamendu termikoaren arabera aztertzen dira, eta nahiz ohizko altzairuetan tratamendu hauek nahikoa ondo ikasiak egon ^[28,30,69], ezin daiteke esan altzairu sinterizatuek modu berean jokatuiko dutenik. Dulis-ek eta bere taldeak ^[70], hauts metalurgiaz lortutako altzairu lasterrak termikoki tratatuak izatean, ohizko moduz lortutako altzairu berdinetan baino karburoen disoluzio handiagoa ematen zela aurkitu zuten.

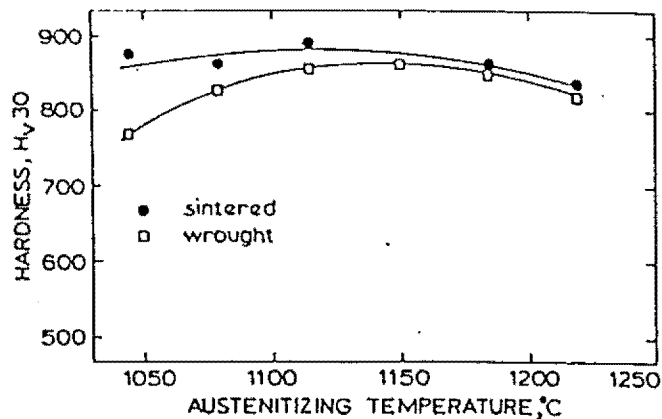
Bero-deformazioarako berotzean edo austenizazioan, berotze abiadurak txikia izan behar du, konduktibitate termikoa oso baxua baitute, honek tratamenduen zailtasuna areagotzen duelarik.

2.10.1. Suberaketa

Hau da tratamendu termikoen artean egin beharreko lehenengoa. Altzairu hauek aleazio elementu asko izateagatik ikaragarritzko tenplabilitatea aurkezten dute, eta nahiz sinterizazio tenperaturatik hozketa airean egin, mekanizazioaren aurretik duten gogortasuna oso handia da, eta suberaketaren bidez biguntzen dira. Austenizazioaren aurretik egitea ere komenigarria izaten da, tenplaketa aurreko austenita ale tamaina nabarmenki xehetzen baitu ^[5,71]. Martinez-ek ^[25] aldiz, nitrogeno atmosferan eginiko sinterizazioaren ondoren ale tamaina nahikoa xehea zela ikusi zuen (10 μm), tratamendu hau ez zela beharrezkoa adieraziz.

2.10.2. Austenizazioa eta tenplaketa

Austenizazio tenperatura igotzen den moduan (erremintaren puntan fusioa somatzen hasten den bitartean) mozte propietateak eta gogortasuna hobeak dira erreminta-altzairu lasterretan. Austenizazioa karburo mota ezberdinen disoluzio totala



2.12 irudia.- Ohizko eta sinterizatutako M2 erreminta-altzairu laster batetan austenizazio tenperaturak gogortasunean duen eragina.

edo partziala ematen delako gertatzen da, modu honetan, austenita aleazio elementuez aberasten baita [28].

Ohizko altzairu lasterra edo altzairu laster sinterizatu baten jarrera ezberdina dela tratamendu termikoen aurrean lehen azaldu da. 2.12 irudian bi modutan lortutako M2 altzairuen austenizazio tenperaturarekiko gogortasunak aurkezten dituen

aldaketak aurkezten dira. Ikus daitekeenez, sinterizatutako altzairuak, austenizazio tenperatura baxuagotan gogortasuna handiagoa lortzen du ohizko altzairuak austenizazio tenperatura altuagotan baino. Sinterizatutako altzairuak erdi gogortutako baldintza aurkezten du eratua izan denean eta modu honetan berotzean karburoen soluzioa erraztu egiten du.

Argi ikus daitekeenez, 1250 °C-tik gora berotzean bi kasuetan gogortasunak behera egiten du. Honen zergatia, dirauen austenita kantitatean handitzen dela da. ($\approx 20\%$).

Tenplaketa airean, oliotan edo airez hozketaz jarraitutako gatz bainutan. Altzairu hauetan, tenplaketan, martensitaren eraketa 200 °C inguruan hasten dela eta giro tenperaturan eraldaketa osoa ez dela ezaguna da. Eraldaketa osoa lortzeko azpizero tenplaketa egin beharko litzateke, baina normalean dirauen austenita ondorengo iraoketatan eraldatzen da.

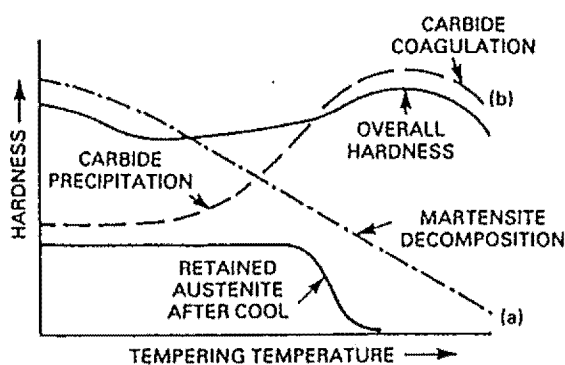
2.10.3. Iraoketa

Tenplaketaren ondoren, altzairua austenitiko-martensitiko matrize bat eta bere baitan %15÷20 bolumen portzentaian sakabanaturik dauden karburoz osaturik dago. Austenita eta martensita erlazioa aldakorra da eta altzairuaren konposizioaren, austenizazio tenperaturaren eta tenplaketa moduaren menpekoa da.

Iraoketak bi betebeharrak dauzka nagusiki:

- Martensita bigundu eta bigarren mailako gogortasuna indartuko duten karburoen prezipitazioa eragin.
- Austenita egokitu, karbonoz, nitrogenoz eta aleazio elementuz deskargatuz, ondorengo hozketan martensitan eraldatu dadin.

Hutsean eta nitrogeno atmosferan sinterizazutako laginekin aurretik eginiko lanetan [25,52], bigarren mailako gogortasun tartearen tenperatura altuagotan lortzen dela nitrogeno atmosferan sinterizatueta besteetan baino aurkitu izan da, gainera gogortasun maila altuagoa erakutsiz.



2.13 irudia.- Iraoketaren adierazpen eskematikoa. Bertan iraketa osatzen duten mekanismoak azaltzen dira.

Laburpen gisa, iraketa mekanismo osoa konplexua da eta nagusiki bi mekanismo ezberdin eta independentez osatua dago:

- Martensitaren biguntze jarraia ematen da (2.13 (a) irudia).
- Bigarren mailako gogortasuna dakarren karburoen prezipitazioa ematen da (2.13 (b) irudia).

Iraoketaren adierazpena bi hauek batzean lortzen da. Gogortasun gorenaren ondorengo jeitsiera, prezipitatuak elkartzen hasten direlako ematen da. Austenita egokitu ondoren, hozketan martensitan eraldatzen da. Baina ondoren martensita hau ere bigunduz egokitu behar da. Hau da iraoketa anitzkoitzen arrazoia.

2.11. PROPIETATE MEKANIKOAK

2.11.1. Gogortasuna

Materialaren egoera eta baldintzak jakiteko nagusiki bere gogortasunaren neurria erabiltzen da. Tenplaketa egoeran gogortasuna neurtzeko usadioz diamantezko sarkorrak erabiltzen dira, bai Vickers edo bai Rockwell sistemak erabiliz.

Tenplaketa egoeran gogortasunak altzairuaren austenizazio tenperaturaren eta dirauen austenita kantitatearen neurria eman dezake. Lehen aipatu den bezala, egoera honetan gogortasuna austenizazio tenperatura eta denboraren menpekoea da eta baita altzairuan dauden aleazio elementu ezberdinen menpekoea ere. Austenizazio denbora luzatzen den moduan, tenperatura jakin batean, gogortasunak behera jotzen du, karburoak elkartuz handitzen doazelako eta ondorioz beraien arteko distantzia handitzen delako. Honetaz gain austenita ale tamaina ere handitzen da ^[72] eta austenitan karburo gehiago disolbatzen da ^[73]. Konposizioari buruz, tenplaketa ondoren eragin handiena duten elementuak karbonoa, nitrogenoa, banadioa eta molibdenoa dira ^[74,75].

Iraoketen ondoren neurtutako gogortasuna iraoketa-tenperatura eta denboraren eta aleazio elementuen menpekoea da. Iraoketa-tenperatura jakin batean denbora luzatzen bada, gogortasunak gora jotzen du goi muga batekin topo egin arte ondoren jeisten hasteko.

Denbora askoan T1 altzairua izan zen altzairu guztietan onena mozketarako, bere gogortasuna 920 HV zelarik ^[71]. Denborak aurrera egin ahala gogortasun gorenean wolframioak, kobaltoak edo karburoak sor zitzaketen aleazio elementu ezberdinen eragina ikusten hasi zen. Honen adibide T42 eta T6 altzairuak dira termikoki tratatu ondoren 1020 HV ^[76] eta 1000 HV-ko ^[12] gogortasuna lortuz hurrenez-hurren. T6 altzairuan nabarmenena %20 wolframioa eta %12 kobalto kantitateak dira eta T42an %10 kobalto, %3 molibdeno eta % 1,3 karbono kantitateak. M motako altzairuek T motakoek baino gogortasun baxuagoa azaltzen dute; esaterako M42 ren goren gogortasuna 925 HV ^[75] da gutxi gora behera. Materiale berrien bilakaeraren barnean badago banadio karburoak erantsi zaizkion T42 altzairu lasterra. Bere gogortasunak 1100 HV ^[77] balioa harrapa dezake eta nabarmenena % 2.19 karbono, % 7,24 banadio eta % 9,1 kobalto kantitateak dira. Argi dago gogortasuna, tratamendu termikoa eta konposizioaren arteko erlazioa oso estua dela.

2.11.2. Makurdura erresistentzia

Zailtasuna kontutan hartuz, makurdura entsaiua, hiru edo lau puntutako motatan, informazio gehien eta hobearen ematen duena bezala onartuta dago. Entsaiaitu beharreko probetak prestatzea konplexua da, tratamendu termikoan bihurtura pairatu dezaketelako. Piezek ebaketa karratua edo laukizuzen itxurakoa dute eta batez ere trakzio esfortzua jasango duen aurpegiak ispilu moduan leundua egon behar du, modu honetan bertan ager daitezkeen pitzadurak ikusi ahal izateko.

1948. urtean, Grobe-k eta Roberts-ek ^[78] orduan mozketarako erabilienak ziren T1 eta M42 altzairuen makurdura erresistentzia neurtu zuten. Deformazio plastikoaren aztarnik aurkitu ez zuten, materialak hauskortzat hartu zituzten eta makurdura elastikotasunaren teoria jarraituz kalkulatu zen makurdura erresistentzia. T1 altzairuaren kasuan zeharkako hausturarekiko erresistentzia 4.1 GPa-tatik 4.4 GPa-tara aldatu zen austenizazio tenperatura 1100 °C-tik 1260 °C-tara igotzerakoan. Modu berean,

austenizazio tenperaturaren igoerarekin elastikotasun-muga ere aldatzen zela ikusi zuten, bere baliorik gorena 3.2 GPa-takoa izanik tenperatura 1290 °C zenean . Elastikotasun mugaren eta makurdura erresistentziaren igoeraz gain gogortasunak ere iraoketaren ondoren 60 tik 65 HRC ra jo zuen. M2 altzairuak antzeko efektua erakutsi zuen. Bere zeharkako hausturarekiko erresistentzia 3.0 tik 4.5 GPa-tara igo zen eta elastikotasun muga 1.6 tik 3.2 GPa-tara. T1-en kasuan elastikotasun-moduloa 220 GPa-etakoa gertatu zen.

Ondoren eginiko lanen artean azpimarragarria Hamker eta laguntzaileena da ^[79]. Bertan diotenez, lau puntutan makurdura entsaiua hiru puntutakoa baino hobea da, tratamendu termikoak sor ditzaketen ezberdintasunak hobeto erakusten baititu.

1959. urtean Hoylek eta Ineson-ek ^[80] ordurarte erabilitakoak baino probeta txikiagoak erabili zituzten lau puntutako makurdura entsaiutan. Lan honetan plastikotasuna agertu zitzaien eta beraz kalkuloetan zuzenketa bat ezarri behar izan zuten. Honela lortutako zeharkako hausturarekiko erresistentzia balioa M2 ren kasuan 2.2 GPa-tatik 2.7 GPa-tara igo zen. Balio hauek lehen aipaturiko Grobe-renak ^[78] baino baxuagoak dira baina ezberdintasun nabarmenena zera da: haiek ez zuten plastikotasunik kontutan hartu.

Takigawak eta bere laguntzaileek ^[81] KHA prozedura erabiliz eratutako zenbait altzairu lasterretako probetak hiru puntutako makurdura entsaiu bidez puskatu zituzten. Hauts metalurgia bide honek dentsitate osoa lortzeko berotako trinkotze isostatikoa erabiltzen du. Beraien azterketaren ondorioz ohizko altzairuan, banadio kantitatea igotzen zen moduan zeharkako hausturarekiko erresistentzia gutxitzen zela ziurtatzen zuten. M2-ren kasuan banadio edukina %2 da eta bere zeharkako hausturarekiko erresistentzia 4.5 GPa-takoa da. T15-aren kasuan banadio edukina %5-era aldatzen da eta bere erresistentzia aldiz 2.5 GPa-tara jeisten da. Lan berean ikusten denez, hauts metalurgiaz lortutako altzairu berdinetan ezberdintasuna txikiagoa agertzen da.

Gogortasuna 65 HRC ingurukoa zen eta erresistentzia M2-rentzat 5.0 GPa-tan zegoen bitartean T15-aren kasuan 4.5 GPa-tan zegoen. Balio hauen zergatia, hauts metalurgiaz lortutako altzairuak karburo banaketa homogeno eta xeheagoa dutela ohizko altzairuak baino zela ziurtatzen zuten. Bestalde, ohizko altzairuen makurdura erresistentziaren jeitsieraren zergatia MC karburo haundiagoen presentziaren ondorio zela esan zen, banadio edukina handiagoa zelako.

Haswell-ek eta bere laguntzaileek ^[82] ohizko T15 eta CPM (Crucible Partide Metallurgy) metodoa jarraituz lortutako antzeko konposizioa duen beste baten arteko makurdura erresistentziaren balioak gonbaratu zituzten. Austenizazio tenperatura - 1232°C - eta denbora - 4 min - berdinak ziren iraoketetan bezalaxe - 3 aldiz 550 °Ctan - eta ondorioz 66 eta 67 HRCko gogortasuna lortu zuten hurrenez hurren. Bigarrenaren erresistentzia, 4.7 GPa, ohizkoarena baino askoz handiagoa gertatu zen - 2.2 GPa -. Gonbarazio honetan hirugarren altzairu bat sartu zuten; T15-ean oinarritutako REX 25-a hain zuzen. Aldaketa nagusiak karbonoa % 1.55-tik % 1.8-ra, molibdeno % 6,5 gehitu zitzaion eta kobaltoa kendu egin zen. Aldaketa hauekin wolframio baliokidea parekatua mantendu zen, baina altzairuaren prezioa handitzen duen kobaltoa alde batera utziz. Gogortasun maila antzekoa gertatu zen, 66 HRC, eta erresistentzia CPMT15-rena baina zerbait txikiagoa bada ere 4,3 GPa, ohizko altzairua baino dexente handiagoa.

Antzeko lana argitaratu zuten Kasak-ek eta Dulis-ek ^[83]. Ohizko T15 eta CPMT15 antzeko konposiziozko bi altzairuen arteko konparazioa egin zuten. Emaizak Haswell-ek ^[82] argitaratutakoen antzekoak izan ziren: 2,2 GPa-etako zeharkako hausturarekiko erresistentzia ohizko T15-aren kasuan eta 4.8 GPa CPMT15-rentzat. Hauen ustez, porositate edo inklusio eza zela eta, karburoen banaketak eta tamainak, batez ere MC karburoak, hausturaren sortzaile bezala ikaragarritzko garrantzia azaltzen zuten. Bi altzairuek batazbesteko karburo bolumen portzentaia antzekoa zutela aurkitu zuten, %12,8, baina aldiz portzentaia hau mugitzen zen tartea oso ezberdina zen, CPMT15 altzairuan %12.2÷13.4 ko bitartekoa izan zelako eta ohizko altzairuan % 6.3÷20.8 bitartekoa.

Martinez-ek ^[25] T15 altzairuarekin haustura erresistentzian sinterizazio atmosferaren eragina lau puntutan makurdura entsailuaren bidez aztertu zuen. Hutsean sinterizatutako probeta guztiak modu hauskorrean puskatu ziren, eta baita atmosfera industrialean sinterizatutakoak ere, dirauen austenita % 10-ekoa baino gutxiago zen bitartean. Austenita edukina handiagoa zenean aldiz, hausturaren aurretik plastikotasunaren aztarnak nabariak izan ziren. Hausturarekiko erresistentziaren balioak kasu guztietan $1.0 \div 1.6$ GPa tartekoak izan ziren.

Kar-k eta bere laguntzaileek ^[84] hutsean eta hidrogenoan sinterizatutako T15 eta T42 bi altzairuen zeharkako hausturarekiko erresistentzia aztertu zuten. Sinterizatutako Altzairuak emandako balioak 1.5 GPa eta 1.8 GPa-etakoa izan zen hurrunez hurren, eta iraoketa hirukoitz baten ondoren 1.95 GPa eta 1.3 GPa-etakoa. T42-ek pairatutako jeitsiera hau kobaltoaren edukinean oinarritu zuten (% 10.6 T42-rentzat eta % 4,95 T15-rentzat). Kobaltoak karburoen prezipitazio xeheak dislokaziotan nukleatzea errazten du, eta era berean dirauen austenitan eta martensitan, modu honetan dislokazioen azpiegitura mantentzea errazago gertatzen delarik.

Oliveira-k eta bere laguntzaileek ^[85] hañts metalurgiaz sinterizatutako super aleatutako altzairu laster batekin hiru puntutan makurdura entsaiuak egin zituzten. Erabili zuten konposizioa %2 C, %4 Cr, %12 W, %10 Mo, %4,5 V eta %12 Co izan zen. Beraien helburua konposizio kimikoak, prozeduraren aldagaiek eta mikroegiturak propietate mekanikoetan izan zezaketen eragina aurkitzea izan zen. Zeharkako hausturarekiko erresistentziaren balioak $1.4 \div 1.9$ GPa artekoak izan ziren, gogortasuna $1040 \div 907$ HV30 artekoa izanik hurrenez hurren eta ezarritako tratamendu termiko ezberdinen arabera: austenizazio tenperaturak 1200 °C eta 1150 °C izan ziren, iraoketa tenperaturak 525 °C eta 560 °C. Ohizko metalurgiaz lorturiko altzairu beraren erresistentzia 2.8 GPa-takoa izan zen 1000 HV gogortasun baterako eta antzeko ezaugarriak T15 batentzat 2.0 GPa. Ezberdintasun hau M_6C karburoen loditasunean eta bere itxura angeluarrean oinarritzen zuten, hauek izan bait zitezkeen hausturaren hasieraren zergatia.

Beste ikasketa ezberdin batean, Oliveirak eta laguntzaileek ^[86] gutxiago aleatua dagoen uretan atomizatutako eta ondoren sinterizatutako altzairua (%2.3 C, %4.0 Cr, %7.0 Mo, %10.5 Co, %6.5 V eta %6.5 W) gasean atomizatutako eta ondoren HIP bitartez sinterizatutako ASP60 altzairuarekin konparatzen dute. Gogortasuna bi kasuetan antzekoa bada ere - 960 eta 1030 HV30 hurrenez hurren -, zeharkako hausturarekiko erresistentziaren balioak berriz antzekoak dira, lehenengo kasuan ($1.5 \div 2.0$ GPa tartekoak) baina askoz altuagoak bigarrenean ($3.5 \div 4.3$ GPa artekoak). Azken kasu honetan aldaketa nagusienak tratamendu termikoetan eta barren zuzenbidean somatu ziren. ASP60-ren kasuan haustura oxido motako inklusioengatik sortzen zen, eta beraiek saiatzeko zuten altzairuan aldiz, inklusio hauek sortzen zituzten pitzadurak hazteko beharrezkoa litzatekeen tentsioa baino gutxiagora hazi eta hedatzen ziren pitzaduren ondorioz gertatzen zen haustura.

Santos-ek eta laguntzaileek ^[87] hutsean sinterizatutako T15 altzairu batekin prozeduran aldagaien eraginaren ikasketa egin zuten. Aztertutako aldagaiak trinkotze presioa eta sinterizazio denbora alde batetik eta HIP-aren eragina bestetik izan ziren. Honetaz gain trinkotze modua ere aztertu zen: ardatz bakarrekia edo isostatikoa. Aldagai guztiak aztertu ondoren lortutako ondorioa zera izan zen: hiru puntutan zeharkako hausturarekiko erresistentzia hiru gauzen menpe dago: Porositatea eza, ale mugatan sortzen den karburo mintzen eza (hau da gainsinterizatuta dauden probeten hausturaren jatorria) eta karburoen banaketa fina ($< 10 \mu\text{m}$). Lortutako emaitzak aztertu ondorengo ondorioak hauek izan ziren:

- Bakarrik sinterizatuak daudenak, gainsinterizatuak baino ZHE (zeharkako hausturarekiko erresistentzia) handiagoa azaltzen dute. Beste aldagai denak berdinak mantentzen badira lortutako balio gorenenak 3.5 GPa eta 2.0 GPa dira hurrenez hurren.
- HIP-a ezarri zaien azpisinterizatutako ZHE handia da baldin eta porositatea guztiz itxita gelditzen bada. Arazo hau dela eta balioak 2.0 GPa eta 3.5 GPa tartekoak izan ziren.

- HIP-aren eragina sinterizatutakoetan porositatea itxiz eta beraz ZHE handituz itxurazkoa da bakarrik, aldaketa gehiegirik ez bait da somatzen ezarri edo ez ezarritako sinterizatuetan.

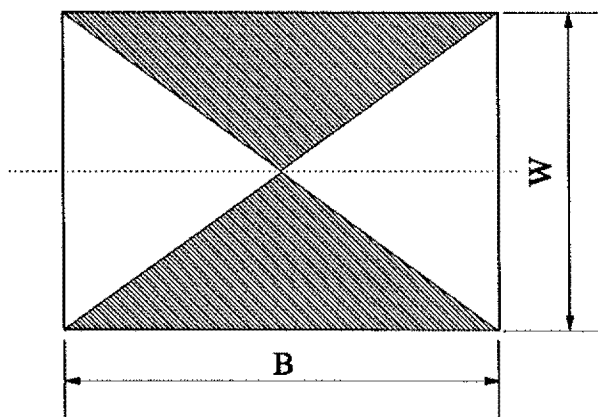
Arakapenezko mikroskopio elektronikoz begiratutako haustura gainazalen azterketaren ondorioz, erreminta-altzairu laster mota ezberdin eta eraketa modu ezberdinentzat, haustura puntu bakar batean ez zela sortzen ziurtatu zuten, trakzio gainazaletik gertu aurkitzen ziren zenbait ez homogenotasunen eragina zela baizik. Sinterizatutako altzairuetan azalera zati hauek porositatea edo partikulen arteko lepo osagabeak izaten dira. Ohizko altzairuetan aldiz inklusioak edo tamaina handiko karburoak izaten dira. Azpimarratzeko gauzarik nagusiena zera da: askotan hausturaren jatorria aurkitzea ezinezkoa izaten da eta bakarrik jatorriaren ingurunea asma daiteke. Akatsaren hedapena normalean konposatua izaten da, hau da, aleen eta karburoen ingurutik batzuetan, eta beraien zehar besteetan.

Azkenik, zenbait lanetan ^[13,14], entsaiu tenperaturaren eragina makurduran ikasten da. Emaizten arabera 0÷300 °C artean erresistentziak gora jotzen du, baina 300÷600 °C tartean aldiz narbarmenki behera jotzen du. Honen adibide gisa ohizko T6 altzairua agertzen da. Laminazio zuzenbide elkartzutetik lortutako probetetan 300 °C-tan eginiko entsaiuan makurdura erresistentziak 2.2 GPa-ko balioa du, eta aldiz 600 °C-tan 1.5 GPa-takoa. Elastikotasun muga ere entsaiuaren tenperaturaren menpe aurkitzen da, giro tenperaturan 2.3 GPa balioa, 0.9 GPa bilakatzen baita 600 °C-tan.

2.12. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA SAIAKUNTZA EGOERA ELASTIKO ETA PLASTIKOAN

2.12.1. Makurdura egoera elastikoan

Makurdura elastiko saiakuntza batean, saiaturako probetaren kanpoko gainazalean gertatzen da tentsio gorena, linealki gutxiagotuz zuntz neutrorantz hurbiltzen den neurrian, 2.14 irudian zeharkako sekzioan erakusten den bezala.



2.14 Irudia.- Makurdura elastikoan probeta batek duen tentsio banaketa.

Hiru edo lau puntutako makurdura saiakuntza batean, normalean hausturarekiko erresistentzia sekzio karratu edo lauki zuzen itxurako probetak erabiliz neurtzen da. Barraren gainazaleko trakzio-tentsio gorena materialen erresistentziaren ekuazio tradizionala erabiliz aurki daiteke ^[88]:

$$\sigma_{\max} = \frac{M \cdot b}{I} \quad (2.11)$$

non M makurdura momentua, $b = W/2$ kanpoko gainazaletik zuntz neutroarekiko distantzia eta I inerti momentua baitiren:

$$I = \frac{(\text{zabalera}) \cdot (\text{altuera})^3}{12} = \frac{B \cdot W^3}{12} \quad (2.12)$$

M makurdura momentua, barne arrabolen arteko edozein puntutan, ezarritako karga (L) eta barne eta kanpo arrabolen arteko distantziaren (A) arteko biderkadura dela kontutan hartuz, frakzio-tentsio gorena ondorengo ekuazioaren bidez kalkula daiteke.

$$\sigma_{\max} = \frac{3 \cdot L \cdot A}{B \cdot W^2} \quad (2.13)$$

Ekuazio honen lorpenerako zera suposatzen da: saiakuntzaren aurretik laua den sekzioak ondoren laua dirau (Bernouilli-Euler printzipioa) eta materialaren portaera elastiko-lineala dila [88].

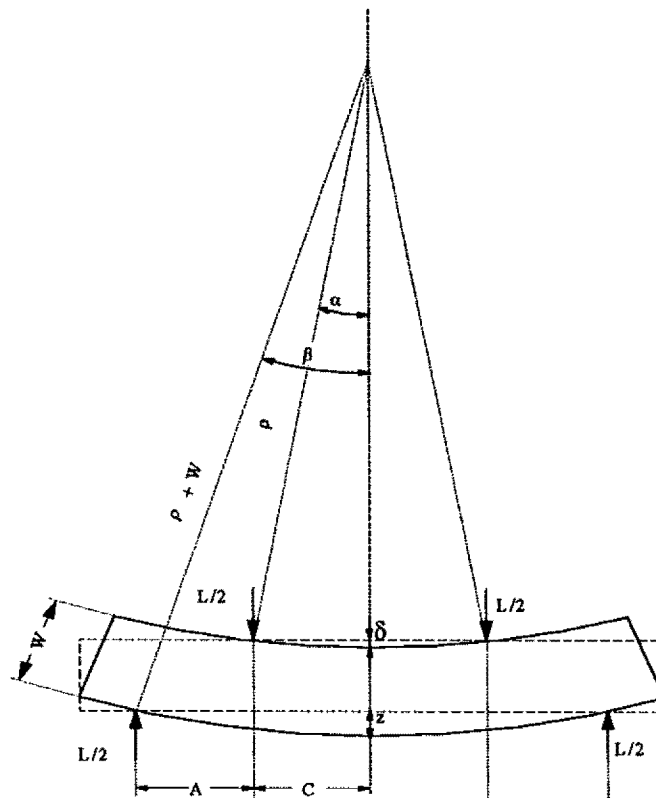
Karga deformazio grafikaren zati linealean teoria elastikoa aplikatzen bada, Young moduloa ondoko espresioari esker kalkula daiteke:

$$E = \frac{L \cdot A \cdot [3 \cdot (A + C)^2 - A^2]}{B \cdot W^3 \cdot z} \quad (2.14)$$

non C barne-arrabolen arteko distantziaren erdia eta z kanpo arrabolen arteko zuzenarekiko gezi handiena baitiren. (2.15 irudia)

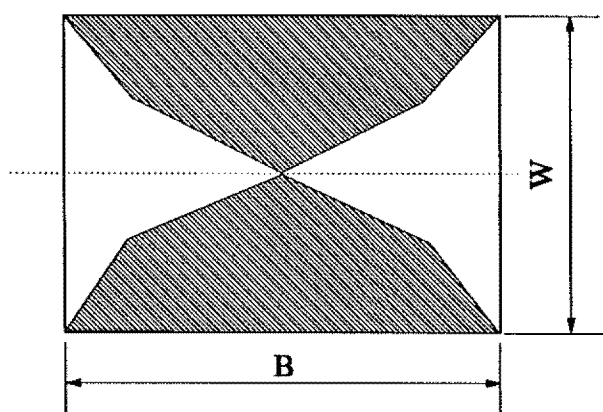
2.12.2. Makurdura egoera plastikoan

Teoria elastikoarekin deformazio plastikoa agertzen denean haustura tentsioaren gainestimazio bat egiten da. 2.16 irudian ikus daitekenez, tentsio banaketa, deformaziozko gogordura lineala kontsideratzen denean, ez da kasu elastikoan bezala linealki gutxiagotzen kanpoko gainazaletik zuntz neutrorantz. Beraz kasu elastikoan baino material kantitate handiagoa ari da karga altuagoa jasaten kanpo gainazaletik urrutit. Hortaz, haustura eragiten duen tentsioa, deformazio elastikoa bakarrik kontsideratzen denean baino txikiagoa da.



2.15 irudia.- Lau puntutan makurdura saiakuntzaren geometria

Baldintza hauetan, deformazio plastikorik ez dagoenaren hipotesiarekin lortzen den hausturarekiko erresistentziari "makurdurarekiko" azken erresistentzia deritzaio. Termino hau trakzio saiakuntzetan kalkulatzen den U.T.S. edo trakzioarekiko erresistentziaren baliokidea da, muga elastikoa bitartean bakarrik onargarria den tentsio-banaketa kontutan hartuz. "Makurdura azken tentsioak" aldez, benetako tentsioa gain-estimatzen du, tentsio banaketa makurdura elastikoaren teoria erabiliz lortzen denaren ezberdina baita.



2.16 irudia.- Makurdura plastikoan probeta batek duen tentsio banaketa.

Materialaren deformazio-gogorketa lineala dela, eta era berean barraren sekzio lanek lau dira kontutan hartuz (onargarria den hipotesia ^[89]), zuntz neutrotik y distantzia batera ε deformazioaren balioa honela kalkula daiteke:

$$\varepsilon = \frac{y}{\rho} \quad (2.15)$$

non ρ barne arrabolen arteko kurbadura-erradioa den (2.15 irudia) eta ondorengo ekuazioa erabiliz kalkula daiteken:

$$\rho = \frac{\delta^2 + C^2}{2 \cdot \delta} \approx \frac{C^2}{2 \cdot \delta} \quad (2.16)$$

Ekuazio honetan agertzen den δ , barne-arrabolak elkartzen dituen zuzenarekiko neurtutako gezi maximoa da (2.15 irudia). Deformazioak txikiak badira eta elastikotasun mugatik aurrera erorketarik somatzen ez bada, $d\sigma/d\varepsilon$ gogorketa abiadura lineala kontsidera daiteke. Nadai-k ^[89] proposaturiko analisiari jarraituz ondorengoa lor daiteke:

$$\sigma = \sigma_y + H \cdot (\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \text{baldin} \quad \varepsilon < -\varepsilon_y \quad (2.17)$$

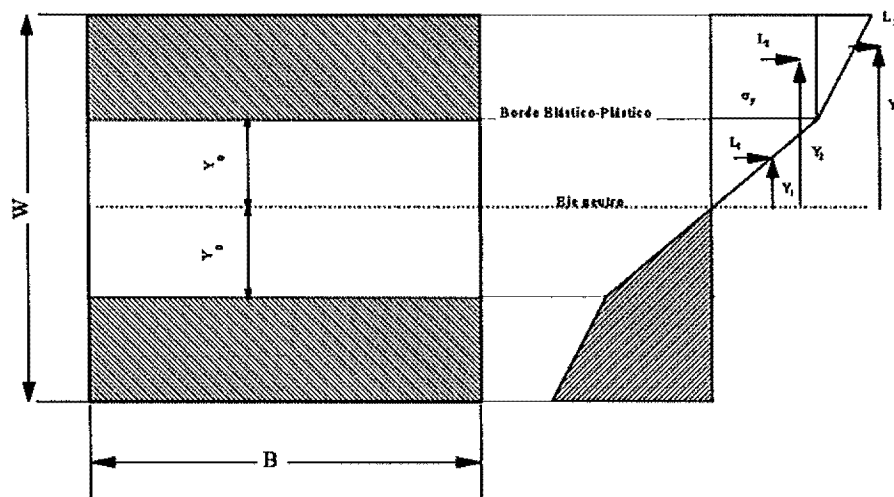
$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad \text{baldin} \quad -\varepsilon_y < \varepsilon < \varepsilon_y \quad (2.18)$$

$$\sigma = \sigma_y + H \cdot (\varepsilon - \varepsilon_y) \quad \text{baldin} \quad \varepsilon > \varepsilon_y \quad (2.19)$$

non: $\varepsilon_y \equiv$ makurduran elastikotasun mugan agertzen den deformazioa da.

$H \equiv$ Deformaziozko gogordura modulua da.

$E \equiv$ 2.14 ekuazioz definitutako elastikotasun-muga da.



2.17 irudia.- Makurdura plastikoan tentsioen banaketa

2.17 irudian makurdura plastikoan barra batean zeharkako sekzioan tentsio banaketa erakusten da. Modu honetan, makurdura momentua, M , ondoren azaltzen den moduan kalkulatu da.

$$M = 2 \cdot (L_1 \cdot y_1 + L_2 \cdot y_2 + L_3 \cdot y_3) \quad (2.20)$$

Nadai-k^[89] zera lortzen du:

$$\begin{aligned}
 L &= \frac{\sigma_y \cdot B \cdot y_0}{2} & y_1 &= \frac{2}{3} \cdot y_0 \\
 L &= \sigma_y \cdot B \cdot \left[\frac{W}{2} - y_0 \right] & y_2 &= \frac{1}{2} \cdot \left[\frac{W}{2} + y_0 \right] \\
 L &= \frac{\sigma_y \cdot B \cdot H}{2 \cdot E \cdot y_0} \cdot \left[\frac{W}{2} - y_0 \right]^2 & y_3 &= \left[\frac{W + y_0}{3} \right]
 \end{aligned} \tag{2.21}$$

eta 2.20 ekuazioan ordezkatzuz, beraz:

$$M = \sigma_y \cdot B \cdot \left[\frac{2 \cdot y_0^2}{3} + \left[\frac{W}{2} \right]^2 - y_0^2 + \frac{H}{E} \cdot \left[\frac{W}{2} - y_0 \right]^2 \cdot \left[\frac{W + y_0}{3 \cdot y_0} \right] \right] \tag{2.22}$$

Elastikotasun mugan, $y_0 = W/2$ eta beraz 2.22 ekuazioa berriz 2.13 ekuazioan bilakatzen da.

$$\sigma_{\max} = \frac{3 \cdot L_y \cdot A}{B \cdot W^2} \tag{2.23}$$

Modu berean y_f distantzian haustura-karga L_f dela kontutan hartzen bada, ondorengoa lortuko da:

$$\frac{L_f}{L_y} = 6 \cdot \left[\frac{1}{4} - \frac{1}{3} \cdot \left[\frac{y_f}{W} \right]^2 + \frac{H}{E} \cdot \left[\frac{1}{2} - \frac{y_f}{W} \right]^2 \cdot \left[\frac{W + y_f}{3 \cdot y_f} \right] \right] \tag{2.24}$$

Haustura unean, zuntz-neutrotik elastiko-plastiko mugarainoko distantzia $y_0 = y_f$ izango da eta 2.15 ekuazioa erabiliz kalkula daiteke:

$$\rho_f = \frac{y_f}{\varepsilon_y} = \frac{E \cdot y_f}{\sigma_y} \quad (2.25)$$

y_f -ren balioa 2.24 ekuazioan ordezkatu daiteke eta ondorioz deformazioz gogordura moduloa (H) ere kalkulatu daiteke. Beraz, 2.19 ekuazioa erabiliz plastizitatea agertzen denean haustura tentsioa kalkulatzeko posible bilakatzen da.

$$\sigma_f = \sigma_y + H \cdot (\varepsilon_f - \varepsilon_y) \quad (2.26)$$

3. TEKNIKA EXPERIMENTALAK

3.1. HAUTSEN KARAKTERIZAZIOA	3.1
3.2. OHIZKO HAUTS METALURGIA PROZEDURA	3.3
3.3. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA	3.4
3.4. SINTERIZAZIOA	3.8
3.5. TRATAMENDU TERMIKOAK.....	3.9
3.6. MIKROEGITURAREN BEHAKETA	3.11
3.7. X-IZPIEN DIFRAKZIOA.....	3.12
3.8. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA SAIKUNTZAK	3.15
3.9. ZAILTASUNA.....	3.17

3. TEKNIKA EXPERIMENTALAK

Sarrera bertatik azaldu den bezala, lan hau bi atal nagusitan zati daiteke: injekziozko moldeaketarekin zerikusia duen atala alde batetik (trinkoen lorpena eta sinterizazioaren aurrean hautsek azaltzen duten jokaera), eta bestetik ohizko hauts metalurgiaz lortutako trinkoekin sinterizazio, tratamendu termiko eta propietate mekanikoen azterketarekin zerikusia duen atala.

3.1. HAUTSEN KARAKTERIZAZIOA

Bi T15 erreminta-altzairu laster hauts mota erabili izan dira:

- Aurrez aleatutako uretan atomizatutako hautsak. Powdrex Ltd.-k (Tonbridge, U.K.) banatutakoak. Beraien itxura edonolakoa da eta ohizko hauts metalurgian erabiltzen da.
- Gasean atomizatutako hautsak. Osprey Metals Ltd.-k (U.K.) banatutakoak. Beraien itxura guztiz esferikoa da eta injekziozko moldeaketan erabiliko dira.

3.1 eta 3.2 tauletan beraien konposizio kimikoa eta partikula tamainaren banaketa ikus daitezke hurrenez hurren. Bertan konposizio kimikoa konparagarria dela ikusten da, baina partikula tamaina askoz txikiagoa dela injekziozko moldeaketan erabiltzen den hautsean ere ikus daiteke.

3.1 taula.- Hautsen analisi kimikoa (pisu %)

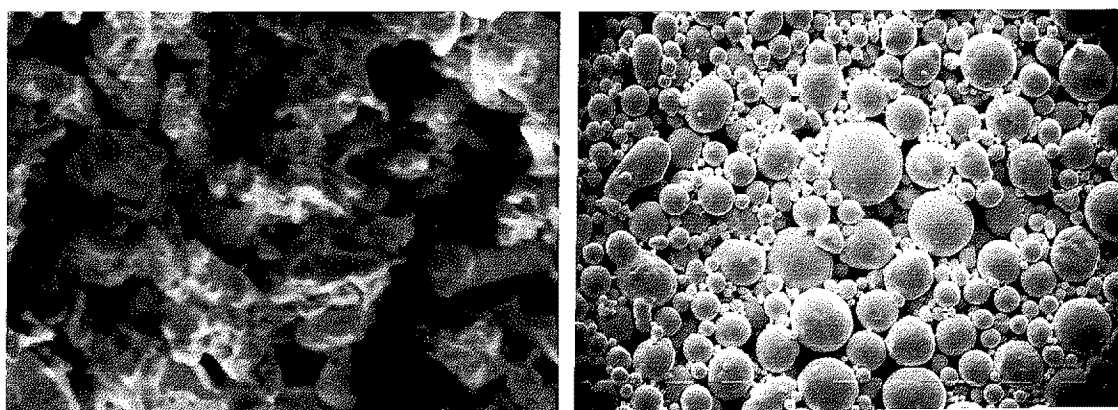
	C	Si	Mn	Cr	W	Mo	V	Co
T15(P)	1.64	0.25	0.24	4.37	12.40	0.56	4.70	4.99
T15(O)	2.26	0.46	0.28	5.50	12.00	2.30	5.80	7.30

3.2 taula.- Hauts partikula tamainaren azterketa (%)

	>150 μm	>106 μm	>75 μm	>45 μm	<45 μm
T15(P)	0.12	8.50	20.70	37.10	33.60

	<22 μm	<16 μm	<10.5 μm	<5.3 μm
T15(O)	80.1	59.0	32.6	8.7

3.1 Irudian lehen aipatutako hautsen argazkiak aurkezten dira. Bertan beraien artean dauden bi ezberdintasun nagusienak oso ondo antzematen dira: itxura eta tamaina.



30 μm

3.1 irudia.- T15 altzairu lasterren hautsen morfologia

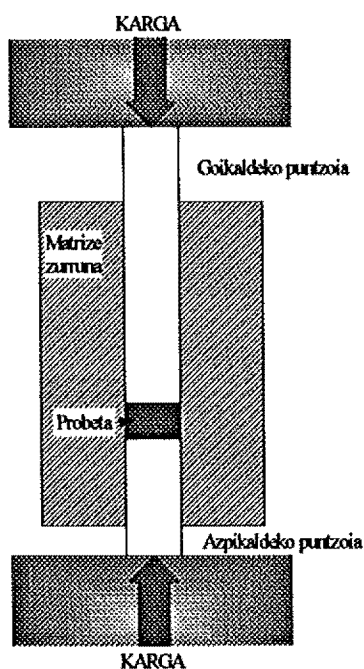
- a) Uretea atomizatutakoak (Powdrex)
- b) Gasean atomizatutakoak (Osprey).

3.2. OHIZKO HAUTS METALURGIA PROZEDURA

3.2.1. Oinarrizko karbonoarekin nahasketa

Karbonoaren gehikuntzaren eragina ikusi ahal izateko, 15 μm tako batazbesteko partikula tamaina duen karbonoa Powdrex hautsei %0,2 pisu proportzioan erantsi zaie. Nahasketa hau lau orduz turbula batean egin zen. Nahasduraren homogenotasuna nolanahi hartutako hauts erakusgarri ezberdinen karbono edukina aztertuz egin zen. Edozein modutan ez zen multzoketarik ikusi eta ezta sinterizatueta heterogenotasunik ere.

3.2.2. Trinkadura



3.2. Irudia.- Ardatz bakarreko trinkadura

Trinkadura ardatz bakarrekoa izan zen. Lan honetan trinkadura presioa 500 MPa-tan konstante mantendu zen. Bera bi puntzoi erabiliz eta biengan karga ezarriz egin zen, modu honetan matrizea airean zintzilikatuta gelditzen zelarik (3.2 Irudia). Eragiketa hau 30 Tntako Tinius Olssen prentsa batean egin zen. Dentsifikazio Kurba lortzeko asmoz trinkatutako laginek 16 mmko diametroa, 3.5 mmko altuera eta 4 gr. inguruko pisua azaltzen zuten. Lau puntutako makurdura entsaiurako barrek aldiz 100 Tn tako Mega prentsa batean modu berdinean trinkotu ziren. Bere dimentsioak 8x9x60 mm. dira. Kasu guztietan berde egoeran lortutako dentsitatea teorikoaren % 65 ÷70 bitartekoa izan da.

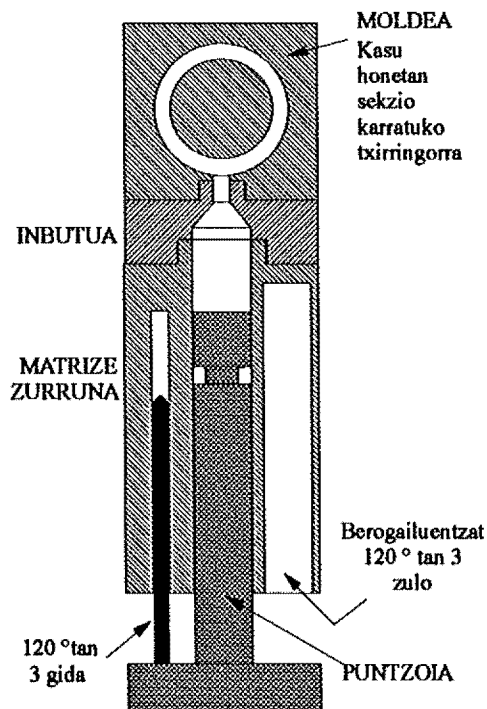
3.3. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA

3.3.1. Nahasketa eta lehorketa

Lotzaile organikoaren osagai guztiak disolbatzaile batean disolbatuz egiten da nahasketa. Beharrezkoa balitz bero bidez energia eman dakioke sistemari disoluzioa egin ahal izateko. Hautsa eta lotzailearen arteko nahasketa “Turbula” izeneko nahasgailuan egin ohi da 8 orduz. Disolbatzailea lurrintzeko egin beharrekoa “Rota-vapor” izenekoan egiten da. Lehortzeko modua oso erraza da: nahasdura mugitzen ari den bitartean (gogoratu geldirik gelditzen bada dentsitateen ezberdintasunagatik ezhomogeneotasuna sortuko litzatekela), berotu egiten da; berotzerakoan disolbatzailea lurrintzen den moduan “hutsune ponpa” bat erabiliz urez hoztuta dagoen hodi batetara pasatzen da, bere tenperatura berriz jeitsiz eta ondorioz urtuz, baina ontzi ezberdin batean jasoz.

3.3.2. Injekzioa

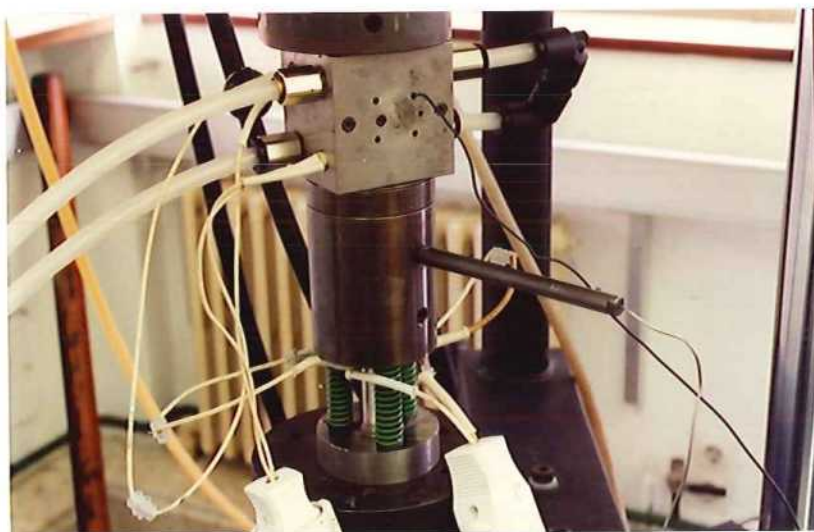
Hauts-lotzaile nahasduraren injekzioa, kargaren kontrola onartzen duen Instron 8562 makina batean egin da. Prozedura osoan zehar parte hartzen duten aldagai kopurua oso handia denez gero, injekziorako presioa izan da finkatu den lehena. Erabilitako presioa 20 MPa takoa izan da egindako edozein saiakuntzan. Horretaz gain, bai matrizearen eta bai moldearen tenperatura, nahasdura finko batentzat ere, zenbait saiakuntza egin ondoren finkatu egiten dira. Injektagailua ez da plastikoak injektatzeko erabiltzen den horietarikoa, baizik eta, CEIT en



3.3 irudia.-Laborategi mailan lan egiteko eratutako injektorearen eskema.

asmatutako tresna bat erabili da (3.3 Irudia). Oinarri bezala biek - egitazkoak eta gureak-funtzio berdina betetzen dute; hau da nahasdura berotu, presio bidez molde bat bete eta ondoren piezaren gain presio txiki bat ezarri.

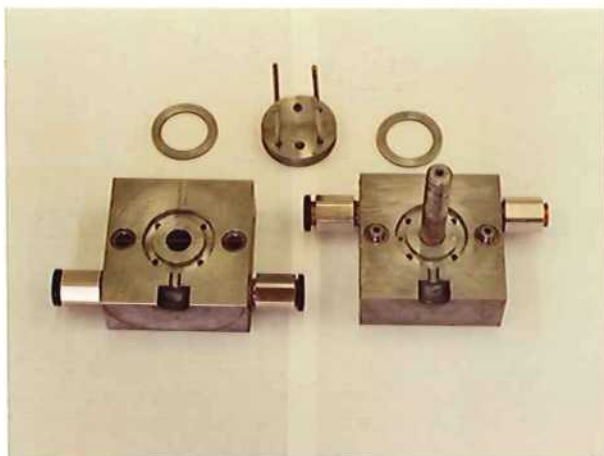
3.4 irudian tresna osoa lanerako prest dagoenean ikus daiteke. Tenperaturaren kontrol zehatza azpimarratzekoa da, ikus daitekeenez bi puntutan neurtzen bait da. Injekzioa hasteko, nahasketak tenperatura jakin bat harrapatu behar du, eta hori bat zenbakiaz izenpetutako “termopar”arekin lortzen da. Bi zenbakiarekin izendatutakoak puntu guztien artean arazo larrien sor dezakeen puntuan neurtzen du tenperatura; moldeak duen punturik hotzena hain zuzen. Argi azaltzen dira berogailuak bai moldean eta bai matrize trinkoan ere. Era berean aipatu beharrekoa da moldeak nahitaezkoa duen hozketa sistema.



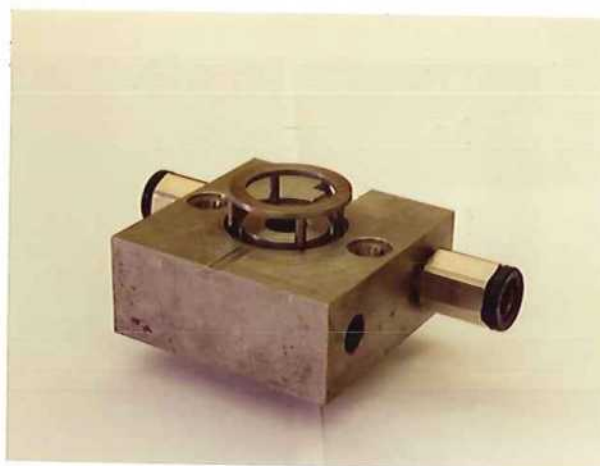
3.4 irudia.- Laborategian erabilitako Injektorea

3.3.3. Moldetik piezaren ateratzea

3.5 Irudian moldeak bere osotasunean zatitua ikus daiteke. Agertzen diren bi xaflek zuloan sartuak egon behar dute, eta 3.6 irudian erakusten den moduan txirringorra ateratzean minik jasan ez dezan erabiltzen dira.



3.5 Irudia.- Moldearen zatiketa

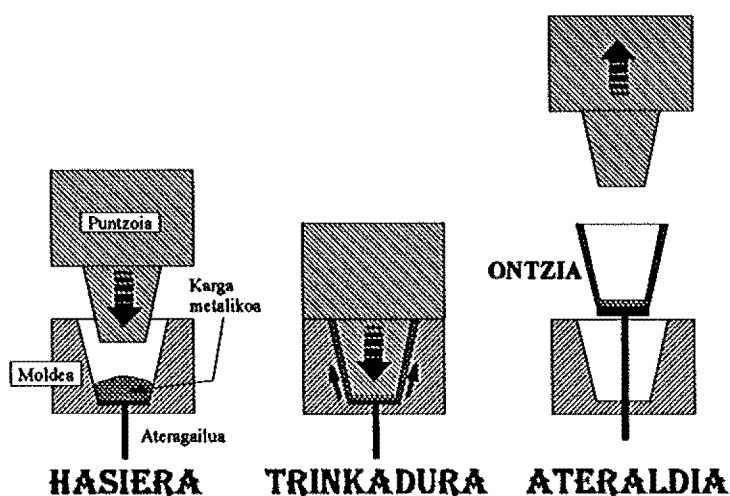


3.6 Irudia.- Txirringorraren ateratzearen zehaztasuna

3.3.4. Pareta estuko ontzien eraketa

Ontzi hauen eraketa ez da injekziozko moldeaketaren aplikazio zuzena. Hemen sartzen badira, eraketa ondoren ontziek prozedura bera jarraitu behar dutelako da. Ontziak I.Q.U. (Industrias Químicas del Urumea) enpresan egin izan dira, 10 Tn tako karga maximoa duen prentsa batean. Teknika honetan, materialearen karga moldearen alde finkoan jartzen da, ondoren alde mugikorrarekin presioa ezarriz aldi berean berotzen delarik. Karga hau berotzean biskoso bihurtzen hasten da eta alboko paretatik kapilaritatez igoz moldeen arteko zirrikitua betez doa. Injekziozko moldeaketarekin konparatuz agertzen diren ezberdintasun nagusienak, sistema ezberdina izateaz gain, nahasketaren ezaugarriak ere oso ezberdinak direla da.

Prozedura honetan lotzaile organikoak berotzean gogortu egin behar du, moldetik pieza beroa atera behar baita eta horretarako piezak guztiz zurruna behar du izan. Baldintza hau betetzen duen nahasdura bat, eta honekin saiatu egin da lan honetan, nobolakan oinarritzen dena da, hexaaminarekin nahasten denean beroarekin gogortzen baita. Azaldutako prozeduraren eskerra bat 3.7 irudian aurkezten da.



3.7 irudia.- Pareta estuko ontzi baten eraketaren prozeduraren eskema

3.3.5. Lotzaile organikoa piezatik ateratzea

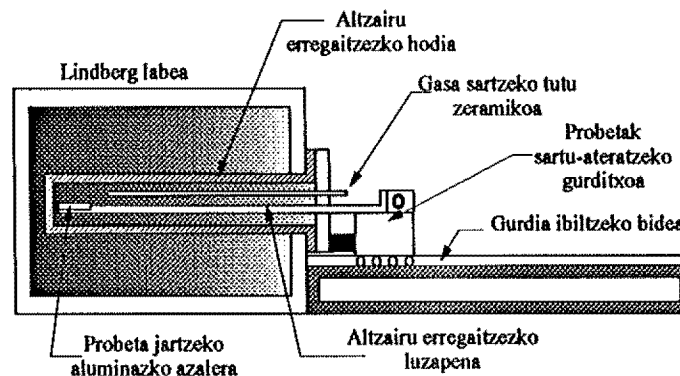
Lotzaile organikoa silizio karburozko sei berogailuz osaturiko Lindberg labe batean ateratzen da piezatik. Berotze abiadura $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ -koa izan da $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ -tara iritsi arte, tenperatura honetan pieza 8 orduz mantenduz. Piezak alumina hauts oso finez eratutako ohe baten gainean jarri izan dira, goialdetik eta azpikaldetik ateratzea homogenoa izan dadin. Erabilitako atmosfera nitrogenoa izan da eta hozketa labe barruan egin da ondorengo sinterizaziorako baliogabe utziko lituzkeen oxidazioa ager ez dadin.

3.4. SINTERIZAZIOA

Dentsifikazio punturik egokiena aurkitzeko asmoz, bai hutsean eta baita industrial atmosferan eginiko sinterizazioak, 1500 °C ko tenperatura lor dezakeen silizio karburozko sei berogailu dituen Linberg labe batean egin dira. Labe-ganbara moduan altzairu herdoilgaitz erregaitzeko hodiak erabili izan dira, hutsa egiteko edo atmosfera bat sartzeko prestatuak daudelarik.

Labearen tenperaturaren kontrola oso maiz egiten da modu honetan bere zehaztasuna eta baita berotze abiadura ere ziurtatzen direlarik. Labe barruan $70 \div 100$ mm. arteko alderdi egonkorra aurkitu da bertan tenperatura aldaketa ± 2 °C koa delarik. Era berean tenperaturara heltzeko beharrezkoa den denbora 15 minutukoa dela kalkulatu da. Azken datu honek, batez ere austenizaziorako, sekulako garrantzia du, hau oso motza baita behin pieza tenperaturan dagoen unetik.

Huts-sinterizazioaren kasuan, hodiaren barnean 10^{-5} bar-etako huts maila ezartzen da sinterizazioaren aurretik, baldintza hau nahitaezkoa bilakatzen delarik. Beroketa gertatzen ari denean huts-maila 10^{-3} bar-etara jeisten da, ondoren piskanaka hasierako balio berdinerara itzuliz.



3.8 Irudia.- Sinterizazio labearen eskema. Bertan probetak sartu eta ateratzeko modua erakusten da.

Sinterizazioan erabiltzen den atmosfera gaseoso industrialak $90\% \text{ N}_2$ - $9\% \text{ H}_2$ - $1\% \text{ CH}_{4-z}$ osatuta dago. Sinterizazioan hodi erregaitza finko mantentzen da eta piezak barrukaldera garraiatzen dira tenperatura iraunkorreko alderarte. Beroketa gertatzen ari den bitartean gas fluxua nahikoa handia da, barruan gera zitekeen oxigenoa lehenbaitlehen kanporatzeko asmoz. Ondoren erabiltzen den fluxua 2 l/min koa da gutxigorabehera. Gehienetan piezaren hozketa airean egiten da nahiz batzutan oliotan tenplaketa egin izan den. 3.8 irudian gasezko sinterizaziorako prest dagoen moduan erabilitako labearen eskema ageri da.

Muestra guztien dentsitatea merkuriotan Arkimedes-en barruratzeko metodoa jarraituz neurtu da.

3.5. TRATAMENDU TERMIKOAK

Sinterizazioaren ondoren austenita ale tamaina nahikoa txikia denez, tratamendu termikoak hiru urratsez osatuta daude: austenizazioa, tenplaketa eta iraketa anizkoitzak. Altzairu mota hauetan usadioz ale tamaina txikiagotzeko egiten den suberaketa ez da kasu honetan egin (3.9 Irudia).

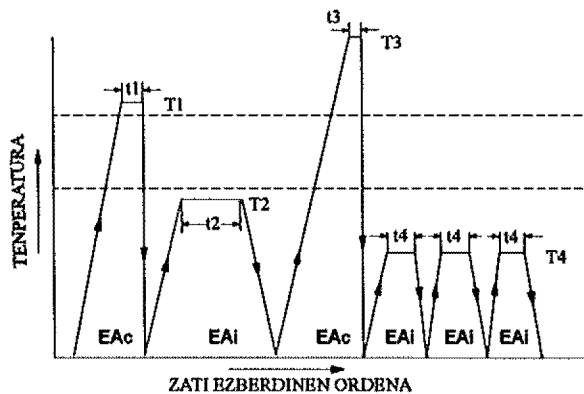


Figura 3.1.-Altzairu lasterretan tratamendu termikoek jarraitu behar duten bidea

Tratamendu termikoen baldintza ezberdinak ondoren propietate mekanikoak aztertze-ko erabiliko diren pieza mota berdinean aztertu dira. Kasu guztietan sinterizazioa tenperatura egokienean egin da. Austenizazioa lehen deskribatutako labe berdinean egin da erabilitako atmosfera argoia izan delarik

kasu guztietan. Tenplaketa oliotan edo nitrogeno likidotan egin da pieza labetik atereaz eta zuzenean berehala bertara boteaz. 3.8 irudian agertzen da erabilitako sistema. Iraoketetan erabilitako labea txikiagoa da eta airean egiten dira, hozketak airean edo nitrogeno likidotan egiten direlarik.

Kontutan hartu diren aldagaiak ondorengoak izan dira: austenizazio tenperatura, tenplaketa bidea eta iraoketa tenperatura. 3.3 taulan erabilitako tratamendu ezberdinen baldintzak laburbiltzen dira.

3.3 taula.- Tratamendu termiko ezberdinen baldintzen bilduma

(a) Austenizazio tenperatura egokiena aurkitzeko eginak

MATERIALA	SINTERIZAZI ATMOSFERA	HIP	AUSTENIZAZIO TENPERATURA	TENPLAKETA INGURUNEA	AUS⇒REV DENBORA	IRAOKETA TENPERATURA
T15	HUTS	-	1150,1200,1250,1270	OLIOA	-	475,500,525,550,57
T15	GAS	-	1150,1200,1210,1225	OLIOA	-	525,550,575,600,62

(b) Entsalu mekanikoen ondoren ikerketa egin ahal izateko eginak

T15C	GAS	-	1190	OLIOA	-	460,500,540,580,620
				OLIOA	24 ordu.	
				NITRÓGENO LÍKIDO	-	
		-	1140	OLIOA	-	
		1100 °C 200 MPa	1100	OLIOA	-	

Tenperatura guztiak °C-tan.

3.6. MIKROEGITURAREN BEHAKETA

3.6.1. Mikroskopia optikoa

Lagina edo pieza ezberdinen prestaketa usadioz altzairu mota hauekin egiten dena da. Hau da, arbastu, leunketa arrunta, leunketa fina, ultrasoinutan garbiketa eta azkenik eraso kimikoa. Ezberdintasun bakarra altzairu hauetan ultrasoinutan garbiketa beharrezkoa dela da. Honen zergatia leunketan porositatean sar daitezken inklusioak ateratzea da, modu honetan, zenbatzean, akatsak sor dezakeen ikusmen okerra eragotziz.

Mikroegitura ikusi ahal izateko nagusiki %5eko nitala erabili izan zen. Ikusketa eta mikroargazkiak Leitz mikroskopia batean egin ziren, faseen bereizketarako kontraste tresneria erabiliz olioizko objetiboarekin bat.

3.6.2. Metalografia kuantitatiboa

Teknika hau jarraituz austenita ale tamaina eta tratamendu termikoen baldintza ezberdinetan karburoen frakzio bolumetrikototala kalkulatu ziren. Lehenengo kasuan batzbesteko ebakidura linealezko metodoa 650 ebaketetan erabili zen^[90]. Batzutan eraso Vilella-z egin izan da martensita ez ikusteko eta ale mugak hobeto zehazteko. Neurketa guztiak mikroskopiaaren pantailan egin izan dira.

Karburoen frakzio bolumetrikoa neurtzeko puntuen frakzioaren metodoa erabili da^[90]. Neurketa hauek mikroskopia optikoaren pantailan egin dira, gasean sinterizatutakoetan nitalaren erasoz karburo ezberdinak nahikoa ondo bereizten direlako. Hutsezko sinterizazioaren kasuan neurketa arakapenezko mikroskopia elektronikoaren

bitartez egin behar da, optikoan M_6C eta MC karburoak bereiztezinak direlako. Arakapenezko mikroskopioan kontrastea zenbaki atomiko ezberdinez gertatzen da eta M_6C karburoak wolframioz aberatsak eta MC karburoak banadioz aberatsak izatean beraien nabardura guztiz ezberdina da. Kasu guztietan 500 puntu neurtu dira gutxienez.

3.6.3. Arakapenezko mikroskopia elektronikoa

Karburo eta karbonitruoen konposizio kimikoa EDAX 9100 X-izpien energia dispersiboaren analisiarako sistema baten bidez neurtzea posible izan da. Sistema hau Philips 501B arakapenezko mikroskopio elektroniko bati itsatsia dago. Altzairuaren baldintzaren arabera aztertutako karburoak M_6C , MC eta MX karbonitruoak izan dira.

Teknika bera lau puntutan makurduraz hautsitakoen gainazalak aztertzeko erabili da. Hausturaren sorrera non eta zerk eragin duen miatu izan da. Trakzio gainazalak ere begiratu izan dira zabaldu ez diren mikropitzadurak aurkitzeko asmotan.

3.7. X-IZPIEN DIFRAKZIOA

Dirauen austenitaren neurketa Philips PW 1825/00 batean X izpien difrakzioz egin da. Konputadorez kontrolatuta, APD 1700 datu tratamendurako sistemaren laguntza erabiltzen du. Gauzak honela, difraktograma bakoitzean agertzen diren tontor ezberdinen azpiko azalera neurtzen da. Kuprearen $K\alpha$ erradiazioa erabiltzen da, bere uhin-luzera $\lambda = 1.542 \text{ \AA}$ da grafitozko monokromadore bat erabiliz ($2\theta = 26^\circ$).

Araketa 30° eta 105° tartean egin izan da $0.01^\circ/\text{s}$ ko abiaduraz. Maederek eta bere laguntzaileek ^[26] proposatutako modeloa jarraitzen da. Modelo honetan fase bakoitzaren tontor ezberdinen azpiko azalerak neurtuz fase bakoitzaren frakzio

bolumetrikoa kalkula daiteke berretze ezberdinen ondoren. Berezitasunik nagusia, nahasturik dauden fase ezberdinen tontorren azalera ere kontutan hartzen dela da.

Fase ezberdinen frakzioak (austenita (γ), martensita (α), M_6C karburoak eta MX partikulak (MC karburoak hutsean eta MX karbonitruroak gasean)) ondoren adierazten den moduan kalkulatzeko dira:

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

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

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

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

non A_q , B_q , C_q eta D_q berretze ezberdinen ondorioz lortutako koefizienteak dira, eta ondorengo ekuazioa erabiliz kalkulatzeko dira:

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

II termikoak ondorengo batuketara adierazten duelarik

$$\begin{aligned} II = & \sum \frac{I_{\alpha}}{R_{\alpha}} + \sum \frac{A_n \cdot I_{\alpha\gamma}}{A_n R_{\alpha} + B_n R_{\gamma}} + \sum \frac{A_n \cdot I_{\alpha M_6C}}{A_n R_{\alpha} + C_n R_{M_6C}} + \sum \frac{A_n \cdot I_{\alpha MX}}{A_n R_{\alpha} + D_n R_{MX}} + \\ & \sum \frac{A_n \cdot I_{\alpha\gamma M_6C}}{A_n R_{\alpha} + B_n R_{\gamma} + C_n R_{M_6C}} + \sum \frac{A_n \cdot I_{\alpha\gamma MX}}{A_n R_{\alpha} + B_n R_{\gamma} + D_n R_{MX}} + \sum \frac{A_n \cdot I_{\alpha M_6C MX}}{A_n R_{\alpha} + C_n R_{M_6C} + D_n R_{MX}} + \\ & \sum \frac{A_n \cdot I_{\alpha\gamma M_6C MX}}{A_n R_{\alpha} + B_n R_{\gamma} + C_n R_{M_6C} + D_n R_{MX}} \end{aligned}$$

eta berdin fase bakoitzarentzat.

I_{ij} , i eta j faseen bi tontor nahastuak aurkitzean elkarrekin osatzen duten tontorraren azpiko azaleraren balioa da, eta N_{ij} da bi fase horien arteko tontor nahasketa kopuru totala. Era berean I_{ijk} eta N_{ijk} nahasketa hiru faseen tontorren artekoa denean edo I_{ijkl} eta N_{ijkl} lau faseen tontorren arteko kasuan.

R_i fase bakoitzaren egituraren eta difrakzio plano multzoen menpe dagoen faktore bat da eta ondoren adierazten den bezala kalkulatu da:

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

F = egitura faktorea

$$PL = \frac{1 + \cos 2\alpha \cdot \cos 2\theta}{\sin \theta \cdot \sin 2\theta} \quad \text{Loretzen faktorea, non } \alpha \text{ eta } \theta \text{ monokromadorearen}$$

Braggen angelua eta kontutan hartutako lerroaren angelua dira hurrenez hurren.

M = Anizkotasun faktorea.

$$TF = \left[\exp \left(\frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2 \right]^{(0.29 + 10^3 T)} \quad \lambda = \text{iristen den radiazioaren uhin-luzera}$$

T = tenperatura °C-tan

v = kontutan hartutako fasearen gelaska elementalaren bolumena

μ = kontutan hartutako fasearen zurgatze koefizientea.

Koefizienteen hasierako balioak ondokoak dira:

$$A_0 = (KV_\alpha)_{i,r} = \frac{1}{I} \sum_{i=1}^I \left[\frac{I_i^\alpha}{R_i^\alpha} \right] \quad \begin{array}{l} r \text{ indizea bereizturiko tontorrei dagokie,} \\ I\text{-k hauen kopurua adierazten duelarik. Fase} \end{array}$$

guztietan prozedura berdina da. Erabilitako

softwarea C.E.I.T.-eko Materiale Sailean garatua izan zen [91].

3.8. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA SAIKUNTZAK

Lau puntutako makurdura saiakuntzetarako 8 x 9 x 60 mm tako barratxoak sinterizatu ziren, tratamendu termikoa azken mekanizazioaren aurretik pairatu zutelarik. Bukaerako dimentsioak 5 x 6 x 50 mm. izan ziren.

Azken mekanizazioaren ondoren, gainazalak leundu egiten dira, entsaiuaren ondoren trakzio gainazala ondo ikusteko asmoz. Horretarako 220, 320, 400, 600, 800 eta 1200-eko lijak erabili ziren, ondoren 6 eta 1 μm tako diamantearekin leunketa finagoa eginez.

Barratxoak Instron 4505 makina batean erantsitako lau puntutako makurdura gailua erabiliz entsaiatu ziren. Barne arrabolen arteko distantzia 20 mmkoa da eta 40 mmkoa kanpokoen artekoa. Burukoaren abiadura 1 mm/min da. Gezia barne eta kanpoko arrabolen artean neurtu da. Kanpoko gainazalekoa 1 volt. = 0.25 mm. kalibrazioa duen extensometroa erabiliz neurtu da. Aldiz, barneko gainazalean era berean kalibratutako L.V.D.T. bat erabili da. Datuak "Note Book" programa erabiliz hartu dira, 10 datuko maiztasunez. Haustura unean karga eta deformazioa makinak berak duen funtzio bidez eskuratzen dira, eta elastikotasun mugako balioak aldiz % 0.2 deformazioa duen puntuan kalkulatzen dira lortutako adierazpen grafikoan.

Makinaren zurruntasuna zuzendu ahal izateko bere elastiko deformazioa neurtu da wolframio karburozko 20 x 80 $\varnothing$ mm lagin bat entsaiatuz. Berari 2000 Kg-ko karga ezarri zaio, altzairuaren edozein barrek jasango duena baino askoz handiagoa. Entsaiuetan neurtutako barne eta kanpo geziak, karga berean lortutako azken balio hauekin zuzendu dira (barnekaldekoari gehituz eta kanpokaldekoari kenduz) modu honetan ondorengo kalkuloetan erabiliko diren z (kanpoan) eta x (barnealdean) balioak lortzen direlarik.

Probetaren azken dimentsioak, hausturatik gertu, entsaiua bukatu ondoren neurtzen dira.

Youngen modulua kalkulatzeko:

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

$A \equiv$ Barne eta kanpo arrabolen arteko distantzia.
 $C \equiv$ Barne arrabolen arteko distantziaren erdia.
 B eta $W \equiv$ Barraren dimentsioak (2.15 Irudia)
 $L_y \equiv$ % 0.2 ko deformazioa agertzen den puntuan karga. Alderdi plastikorik agertuko ez balitz haustura karga erabil daiteke baina azpihurbilketa bat besterik ez litzateke.
 $z \equiv$ Kanpoko arrabolekiko gezia, lehen aipatutako kargaren une berean neurtuta.

Tentsio elastikoa ondorengo ekuazioz kalkulatzen da:

$$\sigma_y = \frac{3 \cdot L_y \cdot A}{B \cdot W^2}$$

Gogorketa ezagutzen bada, zuntz neutrorantz kanpokoetatik deformazio plastikoa hedatzean tentsioaren kalkuloa egin daiteke. Deformazioak txikiak direnean, Nadaien ustez gogorketa lineala kontsidera daiteke $d\sigma/d\varepsilon$:

$\sigma = \sigma_y + H \cdot (\varepsilon - \varepsilon_y)$	baldin	$\varepsilon < -\varepsilon_y$
$\sigma = E \cdot \varepsilon$	baldin	$\varepsilon_y < \varepsilon < \varepsilon_y$
$\sigma = \sigma_y + H \cdot (\varepsilon - \varepsilon_y)$	baldin	$\varepsilon > \varepsilon_y$

Gogorketa moduloa, H , Shelton eta Wronskik lortutako ondorengo expresiotik aska daiteke ^[14]:

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

Zuntz neutrotik muga elastiko-plastikorako y_f distantzia ondorengo expresiotik lor daiteke:

$$\rho_f = \frac{y_f}{\epsilon_y} = \frac{E \cdot y_f}{\sigma_y}$$

ρ_f haustura unean barrak duen makurdura erradioa delarik

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

Beraz, deformazio plastikoa dagoenean, hausturarekiko erresistentzia ondorengo ekuazioz kalkulatu da:

$$\sigma_f = \sigma_y + H \cdot (\epsilon_f - \epsilon_y)$$

non:

$$\epsilon_y = \frac{\sigma_y}{E} \qquad \epsilon_f = \frac{W/2}{\rho_f}$$

Hausturan plastizitaterik agertuko ez balitz:

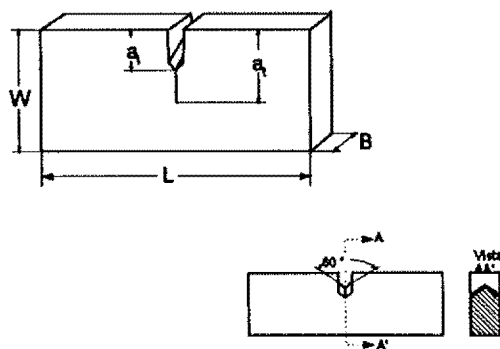
$$\sigma_f = \frac{3 \cdot L_f \cdot A}{B \cdot W^2}$$

3.9. ZAILTASUNA

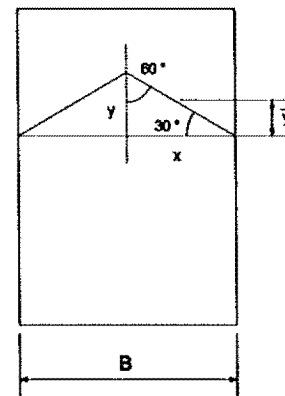
Hiru puntutako makurdura entsaiuaren bitartez zailtasuna neurtzeko erabilitako probetak, tenperatura egokienean sinterizatu eta Azpizero tratamenduaz termikoki

tratatuak izan dira. Hau da tenplaketa eta iraoketa ondorengo hozketa nitrogeno likidoan egin da. Erabilitako probeten geometria 3.10 irudian azaltzen da.

Pitzadura Rumul erresonantzia makina batean egin da. Karga erlazioa $R = 0.08$ izan da. Pitzaduraren luzera optikoki neurtu da ($\times 40$). Entsaiaututako probeten neke eta haustura gainazalak arakapenezko mikroskopio elektronikoaz aztertu dira.



3.10 irudia.-Nekez pitzadura lortu eta ondoren zailtasuna hiru puntutan makurdura entsaluaren bidez neurtu zaien piezen geometria eta eskema. (ASTM E399 ARAUA)



3.11 irudia.-Kalkulu geometrikoak egiteko eskema erraza.

Kalkulu erraz batzuren ondoren, ASTM E399 arauetan beharrezkoak diren zenbait parametro lor daitezke. 3.11 iruditik zera lor daiteke:

$$\bar{y} = \frac{B}{4 \cdot \sqrt{3}}$$

Beraz kalkuloak egiteko orduan pitzadurak izango duen benetako balioa:

$$(a_{\text{benetazkoa}})_{\text{hasierakoa}} = a_{\text{entaila}} - \bar{y}$$

Zailtasuna eta karga, probetaren geometriaren menpe dagoen biderkagai batez erlazonaturik daude:

$$\Delta K = \Delta P \cdot f\left(\frac{a_0}{W}\right)$$

osagai geometrikoa ondorengoa izanik:

$$f\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{S}{B \cdot W^{\frac{1}{2}}} \cdot \frac{3 \cdot \left(\frac{a_0}{W}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot \left[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right) \cdot \left(1 - \frac{a_0}{W}\right) \cdot \left(2.15 - 3.93 \cdot \frac{a_0}{W} + 2.7 \cdot \left(\frac{a_0}{W}\right)^2 \right) \right]}{2 \cdot \left(1 + 2 \cdot \frac{a_0}{W}\right) \cdot \left(1 - \frac{a_0}{W}\right)^{\frac{3}{2}}}$$

Aipatutako arauak dioenez $R = K_{\min}/K_{\max} < 0.1$. Horregatik erabili da $R = 0.08$ eta ondorioz.

$$K_{\max} = \frac{\Delta K}{0.92}$$

4. EMAITZAK

4.1. INJEKZIOZKO MOLDEAKETAZ TRINKOEN LORPENA	4.2
4.2. SINTERIZAZIOA	4.9
4.3. TRATAMENDU TERMIKOAK.....	4.21
4.4. DIRAUEEN AUSTENITA.....	4.30
4.5. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA ENTSAIUA	4.35
4.6. ZAILTASUNA.....	4.62

4. EMAITZAK

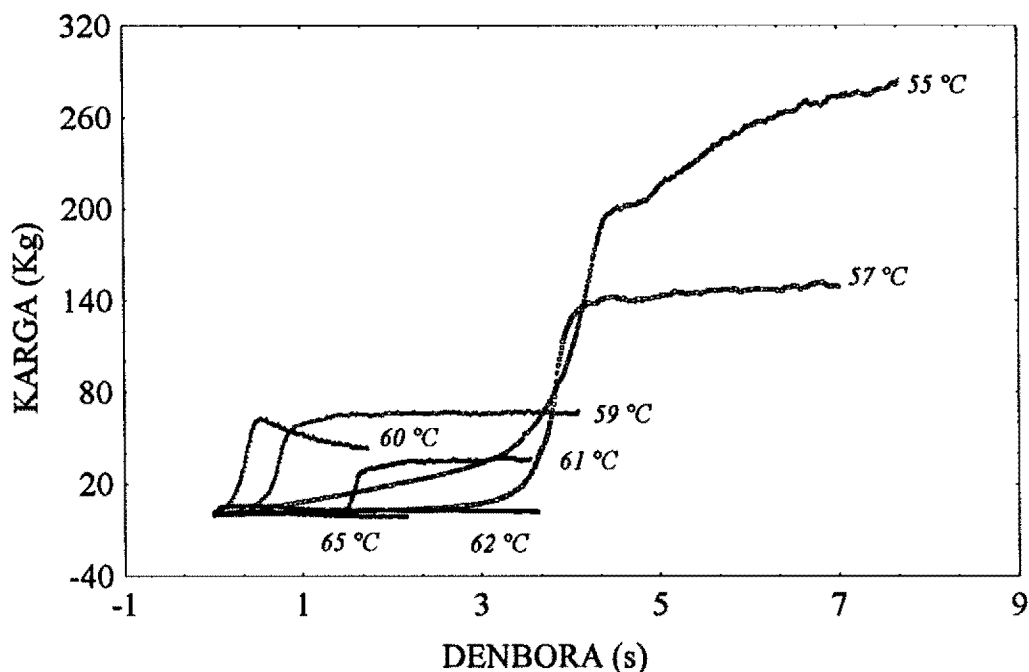
Emaitzak aurkezteko orain arte erabilitako modu berdina jarraituko da. Hau da: hasieran injekziozko moldeaketan lorturikoak eta ondoren ohizko hauts metalurgiaz lorturikoak.

Lehenik trinkoen lorpena nola egin den aztertuko da. Gai hau injekzio moldeaketan finkatuko da nagusiki, ohizko metalurgian ardatz bakarreko trinkaduran ez baita arazorik aurkitu, ikertu zitekeen aldagai bakarra, hau da presioa, konstante mantendu delako. Ondoren sinterizazioa aztertuko da. Kasu guztietan denontzat berdina baita. Azkenik propietate mekanikoak ohizko metalurgiaz lorturiko probetatan bakarrik aztertu dira, tratamendu termiko ezberdinen eragina ere aztertuz.

4.1. INJEKZIOZKO MOLDEAKETAZ TRINKOEN LORPENA

Sinterizaziorako prest dagoen trinkoa lortu aurretik zenbait urrats eman behar dira teknika honetan eta hori da hain zuzen zehatz mehatz egingo dena. Puntu honen ondoren era berean lehen aipaturiko pareta estuko ontzien lorpenaren inguruan eginikoa azalduko da.

Lehen urrats bezala hautsaren jariotasuna aztertu zen. 4.1 irudian injezio presioaren gain tenperaturak duen eragina azaltzen da. 55°C tan injezioa egiteko 300Kg tik gorako karga beharrezkoa da, baina nahasketa berarekin tenperatura 10°C igotzean beharrezko karga hau praktikoki balio gabe gelditzen da 81 Kg). Hau da, 10°C-tan, jariotasun gabeko nahasketa izatean injeziorik egitea ezinezkoa izatetik jariotasun gehiegizko egoera batera pasatzen da. Egoera honetan moldeak betetzeak ez badu arazorik azaltzen, hauek berehala agertzen dira: nahasdurak edozein zirrikitutik ihes egiten du eta ezinezkoa bilakatzen da trinkadura on bat egitea.

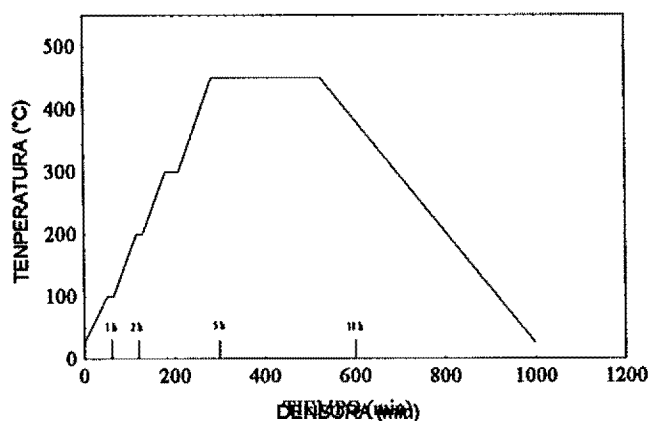


4.1 irudia .- Injezioarako beharrezkoa den kargaren tenperaturak duen eragina.
Nahasdura % 27 (bol) lotzale organikoa eta hauts metalikoa.

Beraz, argi dago injekzio egokiena tarteko temperatura batean emango dela. Temperatura hau moldearen alderdirik hotzenean nahasturaren elkarketa on bat ematen den temperatura baxuena izango da. Temperatura honen azpitik moldeak ez da ondo beteko, tenperaturak behera jotzen duen moduan jariotasunak ere behera jotzen baitu, puntu batean geldituz eta ondorioz hutsune handiak utziz. Moldea ondo betetzen den temperatura baxuenari injekzio egokienaren temperatura deritzaio. Propietate hau nahasketa bakoitzarena dela ez da ahaztu behar, eta bere parametroetako edozein aldatuko balitz (hautsa, lotzaile organikoa, beraien arteko proportzioa ...) berriz aurkitzea derrigorrezko hasierako pausua izango litzateke.

Behin temperatura hau finkaturik gelditzen denean, probetak aurkezten duen egitura ondo aztertu behar da, lotzaile organiko gehiegizko kantitate batek ondoren konpon ezinezko bi akats eragingo lituzkeelako: hasteko lotzailea ateratzeko beharrezko denbora asko luzatuko litzateke eta bigarrenaz gelditutako porositatea gehiegizkoa izango litzateke eta nekez itxiko litzateke ondorengo sinterizazioan.

Baldintza hauek direla eta, saiakuntzak arazo hauek gutxiesten dituen nahasdurarekin egin dira. Txirringolen injekzioa, bolumen portzentaian % 27,5 eko

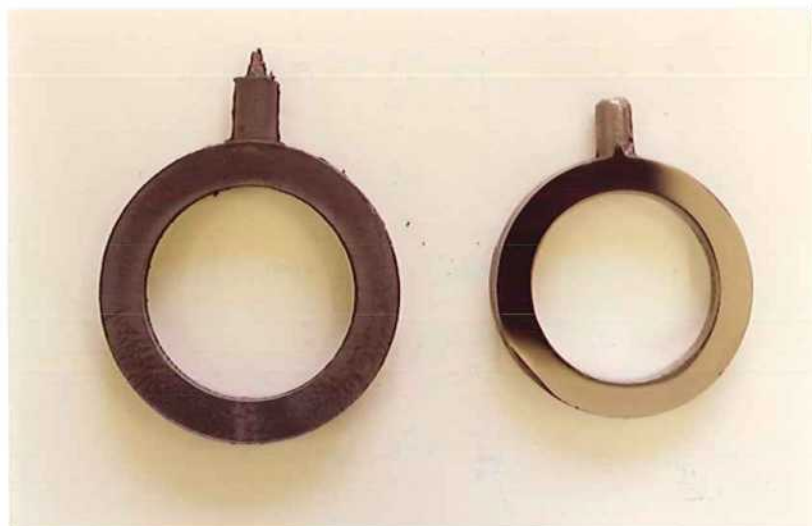


lotzaile organikoa zuen nahasdura batekin egin izan da. Erabilitako lotzaile organikoaren osagaiak eta bere ehuneko besteak (pisuan) ondorengo hauek izan dira: %29 parafina, %7 PEG eta %1 azido estearikoa.

4.2 irudia.- Lotzailea ateratzerakoan temperatura eta denboraren arteko erlazioa

4.2 irudian lotzailea piezatik ateratzeko jarraitu izan den zikloa irudikatzen da. Ateratzea nitrogeno atmosferan egin da eta emaitza, nahastutako kantitatearen % $90 \div 100$ ateratzea lortu dela izan da.

4.3 irudiko argazkian bi txirringorra aurkezten dira: (a)z markatutakoa hasierako egoeran agertzen den moduan dago, hau da, moldetik ateratzen den moduan, eta (b)z markatutakoa sinterizatu ondoren gelditzen den bezala. Argi ikus daiteke batetik bestera uzkurketa gertatu dela, baina aldiz itxurak eta proportzioek ez dute inolako aldaketarik pairatu. Hau da, ez lotzailea ateratzerakoan eta ezta sinterizazioan ere, ez da inolako bihurturarik gertatu.

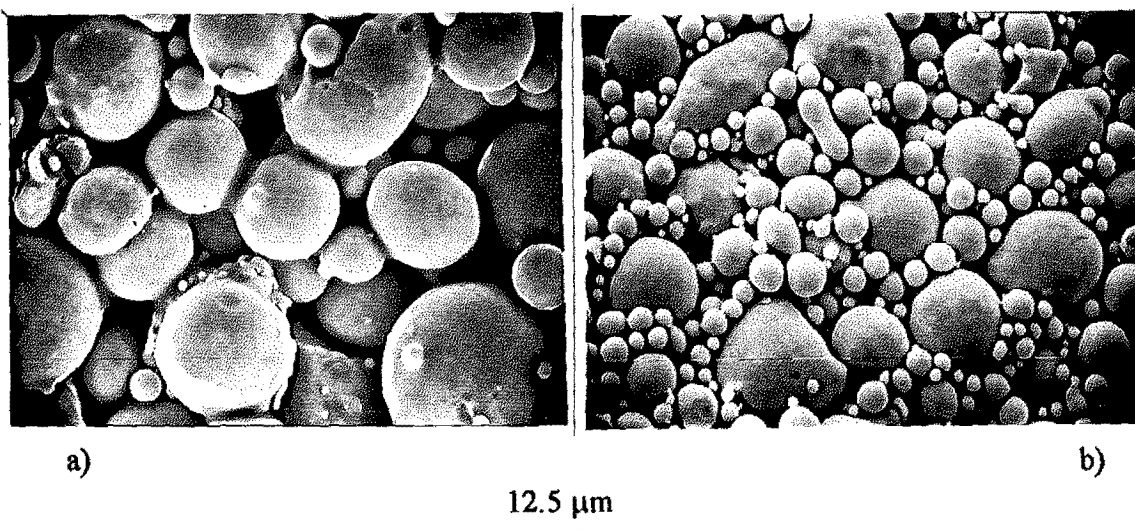


8.75 mm

4.3 irudia.- Injekziozko moldeaketaz lortutako txirringorrak
(a) Moldetik atera berria
(b) Lotzaile organikoa atera eta 1150 °Ctan sinterizatu eta gero

4.4 irudiko mikroargazkietan injekzio prozeduraren bi puntu ezberdinetan trinkoek aurkezten duten mikroegitura aurkezten da. Bietatik ezkerrekoan, (a), lotzaile organikoa partikula ezberdinen inguruan eta baita beraien artean lepoak sortuz ere (xeheetasuna 4.5 irudian) azaltzen da, modu honetan partikulak elkarrekin lotuak daudelarik. Hau da lotzaileak bete behar dituen funtzioetariko bat betetzen: injekzioaren

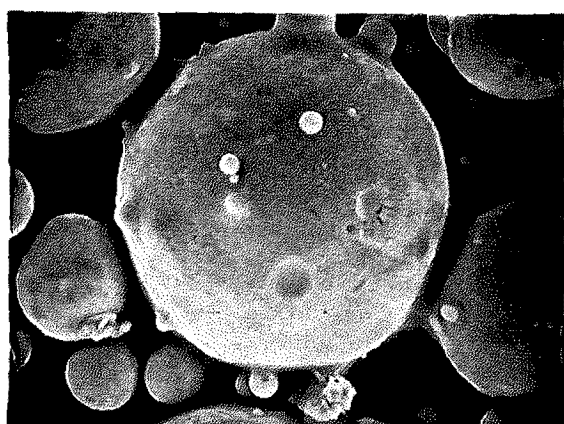
ondoren piezek eskuragarri izan behar dute. Eskubikoan (b) lotzailea kendu ondoren gelditzen den mikroegitura aurkezten da. Hondar moduan puntu batzutan ager daiteke baina nagusiki bere arrastorik ez da nabari. Piezari itsaspena partikula-partikula loturek ematen diote soilik. Puntu honetan da dudarik gabe pieza ahulen agertzen dena eta errazen puska edo desegin daitekeena. Arazo honengatik, urrats hau eta ondorengo sinterizazioa jarraiak izatea komeni da pieza ikutu gabe, akats hori ekiditzeko modua izanik.



4.4 irudia.- Injekziozko moldeaketaz lortutako txirringorren mikroegiturak

(a) Moldetik zuzenean

(b) Sinterizazioaren aurretik lotzalle organikoa atera eta gero



4.5 irudia- Hauts metaliko partikula ezberdinen artean lotzalle organikoak sortzen dituen lepoen zehaztasuna.

25 μ m

4.1.1. Pareta meheko ontzien lorpena

Experimental prozeduran azaldu denez, teknika hau ez da zehatz-mehatz injekziozko moldeaketa. Kasu honetan, lotzaile organikoa eta hauts metalikoaren arteko nahasdura, moldearen barnean berotu egiten da, eta moldearen beste aldeaz presioa ezartzean kapilaritatez bi zatien arteko zirrikitua bete egiten da.

Kasu honetan erabilitako lotzaile organikoa lehen aurkeztutakoarenaren ezberdina da, bete behar dituen funtzioak ere ezberdinak direlako. Kasu honetan entsaiua gertatzen den tenperaturan lotzaileak piezari zurruntasuna eman behar dio, eta hau termoplastikoeekin ez da gertatzen (termoplastikoak dira injekziozko moldeaketan erabili beharreko polimeroak). Erabili izan dena nobolaka izeneko resina fenolikoa izan da, hexametiltetraaminaren presentzian berotzean gogortu egiten baita, hau da, termoeгонkorra bilakatzen da. Dena den, erabilitako lotzaile organikoa osagai ezberdinez eratua izan da, lehen injekziozko moldeaketan azaldutako arrazoi berberengatik: %74 nobolaka, %9 hexaamina, %9 parafina eta %9 azido estearikoa. (% pisuan). Hauts metalikoa eta lotzailearen arteko proportzio egokiena %40 bolumen portzentaian izan da (lotzailea hautsarekiko). Kantitate honen azpiko nahasdurekin kapilaritatez zirrikitua betetzea ezinezkoa gertatu da, eta nahiz %38 proportzioarekin hau lortu den oso hauskor gertatu zen ontzia.

Behin ontziak lortu direnean ondorengo urratsak injekziozko moldeaketaz lorturiko txirringorrek jarraitu dituztenen berdinak dira: hau da, lotzaile organikoa atera 4.2 irudian aurkeztutako ziklo bera jarraituz ondoren sinterizazioa egin ahal izateko.

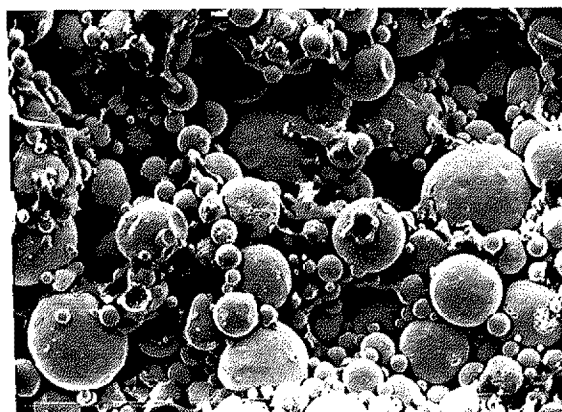
4.6 irudian teknika honen medioz lorturiko T15 altzairu lasterreko bi ontzi aurkezten dira. (a)z markatutakoa lehen bezala moldetik ateratzen den bezalako ontzia da, eta ikus daiteke hasieratik itxura eta dimentsio jakin batzuk dituen ontzi batetaz hitzegin daitekeela. (b)z markatutakoa prozedura osoa bete duen antzeko ontzi bat da.



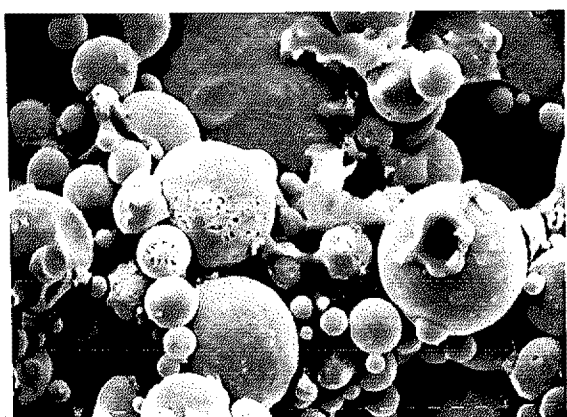
4.6 irudia.- Erreminta-altzairu lasterreko hautsez enbutizio sakonaz lortutako ontziak
 (a) Moldetik zuzenean aterata
 (b) Lotzaile organikoa atera eta ondoren sinterizatua izan dena.

Lehen 4.3 irudian azaldutako txirringorren modura, kasu honetan ere ez da bihurtzarik ikusten. Beraz hauts metalurgiaz zuzenean eta ondorengo mekanizaziorik gabe lortutako ontzi batetaz hitzegin daiteke.

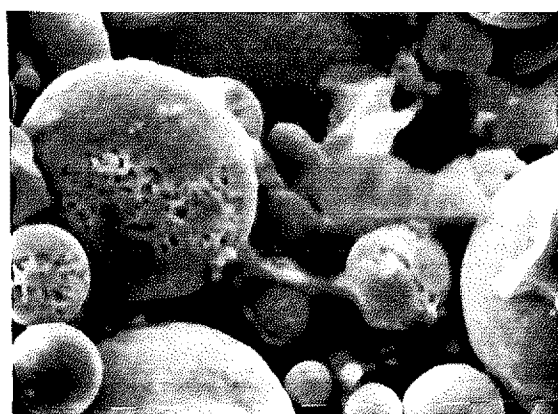
4.7 irudian nahasdura honekin eginiko enbutizio sakonaren ondoren lortzen diren mikroegiturak aurkeztzen dira. Lehen txirringorren egiturekin konparatuz lotzaile kantitatea handiagoa dela ikus daiteke, baina lehen esan den bezala prozedura, teknika eta lotzaile ezberdinak direla kontutan ere hartu behar da.



12.5 μm



6.25 μm

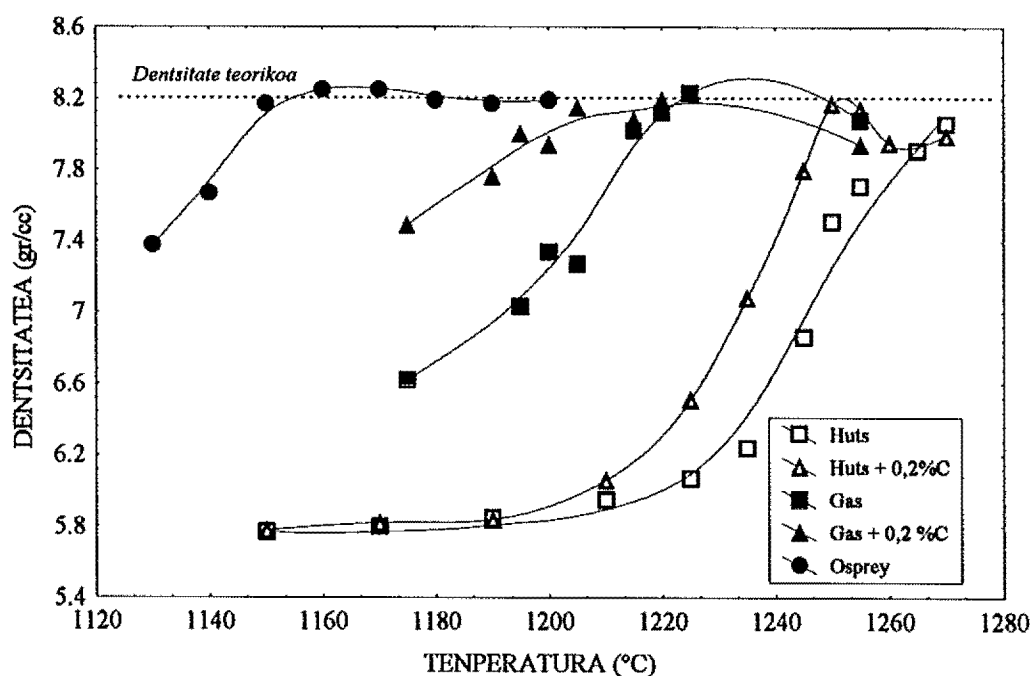


3.12 μm

4.7 irudia.- Erreminta-altzairu lasterreko hautsak eta nobolaka oinarri duen lotzaile organiko baten nahastura erabiliz enbutizio sakonez lorturiko ontzien mikroegiturak

4.2. SINTERIZAZIOA

Sinterizazioa trinkoak lortzeko dauden teknika ezberdinak elkartzen diren puntua da. Ardatz bakarreko matrizean trinkatutakoak, hau da, ohizko hauts metalurgiaz lortutakoak, hutsean eta gasezko atmosfera industrialean egindako sinterizazioaren artean dauden ezberdintasunak ikusteko erabili dira. Azalduko den bezala emaitzarik onenak gasezko sinterizazioak agertu zituenez, injekziozko moldeaketaz lortutakoak modu honetan bakarrik sinterizatu ziren.



4.8 irudia.- Dentsitate eta sinterizazio tenperaturaren arteko erlazioa. Hutsean eta gasezko atmosfera industrialean egindako grafitoa gehituz eta gehitu gabeko sinterizazioak.

4.8 irudian azaltzen dira oraintxe aurkeztutako baldintzetan lortutako dentsifikazio kurbak, ohizko metalurgiaren kasuan gehikuntzaren eragina ere aztertu nahi delarik. Azterketa, dentsifikazio tenperatura onenean (dentsitate teorikoaren %99 lortzen den tenperaturarik baxuena) oinarritzen da. Bi arrazoi ezberdinengatik jeisten da: %0,2 karbono arrunta gehitzean hutsean eta gasean 15 eta 20 °C tako jeitsiera ematen da hurrenez hurren, eta bestalde hutsean egindako sinterizazioaren aldean gasezko

atmosfera industrialean egindakoan lortutako emaitzek 45 eta 50°C tako jeitsiera izan dute, bata karbonorik gehitu gabe eta bestea karbonoa gehitu zaien hautsak sinterizatzean hurrenez hurren. Bi efektu hauen eragina elkartzean, beraz, hobekuntza 65°C takoa da sinterizazioa hutsean egitetik, hauts berari %0,2 karbono gehitu eta sinterizazioa $N_2-H_2-CH_4$ motako atmosferan egiten denean. Injekziozko moldeaketaz, hau da, hauts esferiko fina erabiliz, lortutako txirringorrek gasezko atmosferan sinterizatzean dentsifikazio tenperatura onena lehen lortutako onena baino 55°C beherago lortzen da, beraz hobekuntza totala 120°C takoa izanik.

4.1 taulan kasu bakoitzak azaltzen duen dentsifikazio tenperatura onena aurkezten da dentsitate gorenarekin batera. Taula berean baldintza ezberdinetan sinterizatutakoetan analizatutako C,N eta O edukinak ere azaltzen dira.

4.1 taula.- Baldintza ezberdinetarako dentsitatea eta densifikazio tenperatura egokienaren balioak. C, N eta O analisisen emaitzak ere aurkezten dira.

	C	N	O	Dentsitatea	DTE
HT15	1.55	0.012	0.0078	8.04	1270
HT15C	1.74	0.013	0.0108	8.09	1255
GT15	1.56	0.78	0.1000	8.23	1225
GT15C	1.76	0.72	0.0500	8.15	1205
OT15	2.29	0.98	0.1000	8.17	1150

H = Hutsean eginiko sinterizazioa (uretan atomizat.)

G = $N_2-H_2-CH_4$ atmosferan eginiko sinterizazioa (ur.at)

O = $N_2-H_2-CH_4$ atmosferan eginiko sinterizazioa (Osprey hautsak)

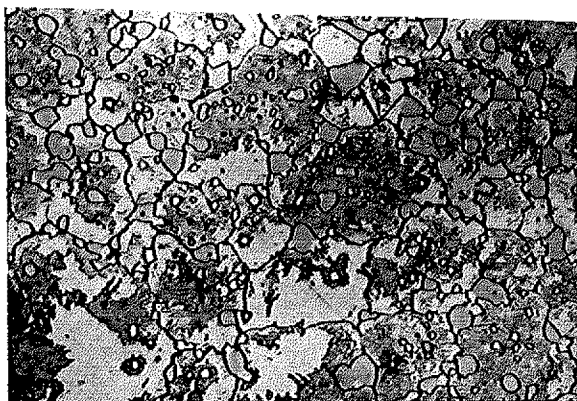
C = % 0.2 karbono gehitutakoak

C,N,O (%)

Dentsitatea (gr./cc)

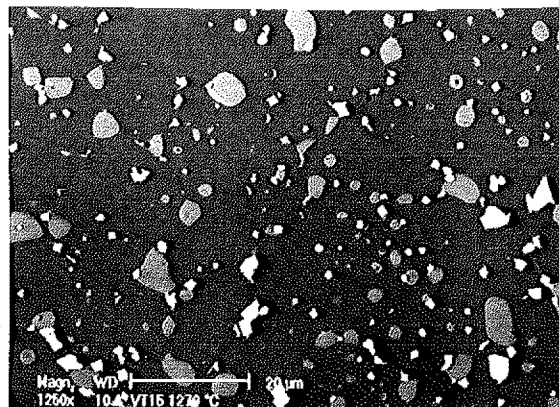
Temperatura (°C)

Industrial atmosferan sinterizatutakoetan nitrogenu edukinean gehikuntza nabaria somatzen da hutsean sinterizatutakoekiko. Lortzen diren balioak % 0.72 eta 0.78 dira hutsean lortutako %0.01 baino askoz handiagoa. Zentzu berean Osprey hautsak sinterizatzean nitrogenu edukina % 0.98 ra iristen da.



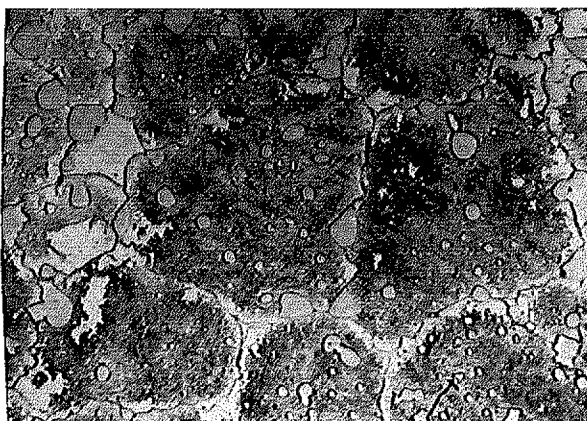
a)

12.5 μm



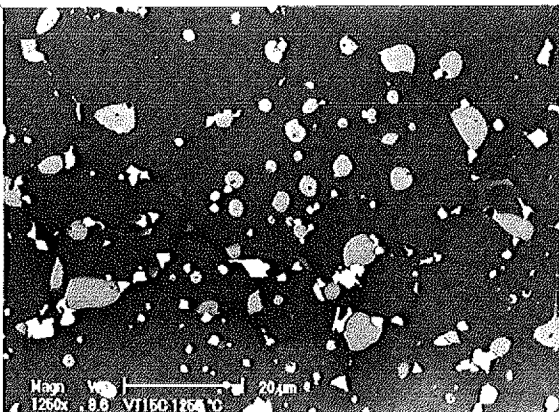
c)

12.5 μm



b)

12.5 μm



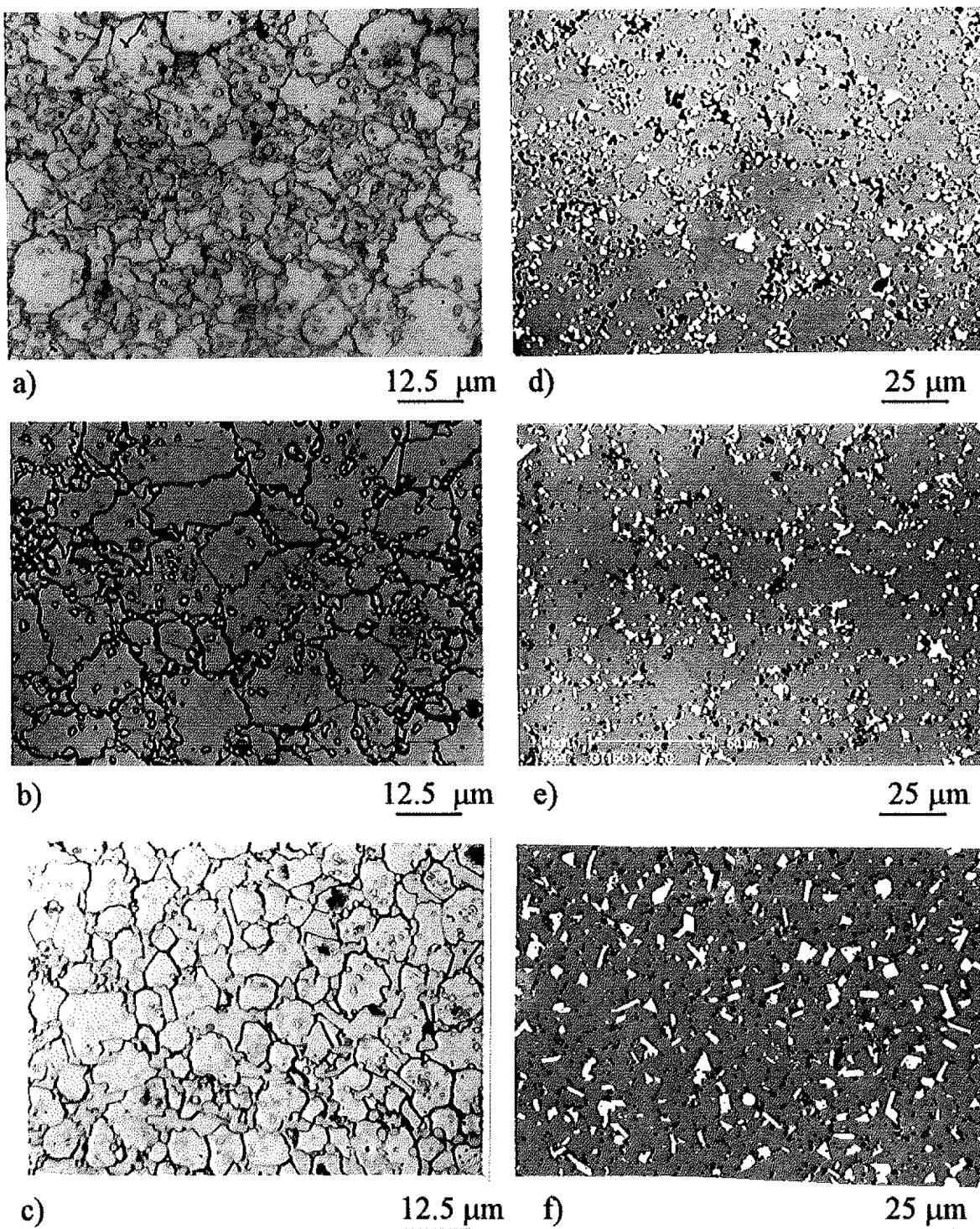
d)

12.5 μm

4.9 irudia.- Hutsean sinterizatutako altzairuaren mikroegitura.

(a) HT15, (b) HT15C, Mikroskopia optikoan egindako mikroargazkiak. Erasoan Nital %5.

(c) HT15, (d) HT15C, Arakapenezko mikroskopia elektronikoan egindako mikroargazkiak. Erasorik ez.



4.10 irudia.- $\text{N}_2\text{-H}_2\text{-CH}_4$ atmosferan sinterizatutako altzairuaren mikroegitura

(a) GT15, (b) GT15C, (c) OT15 Mikroskopia optikoan egindako mikroargazkiak. Eraso %5.

(d) GT15, (e) GT15C, (f) OT15. Arakapenezko mikroskopia elektronikoan egindako mikroargazkiak. Erasorik ez.

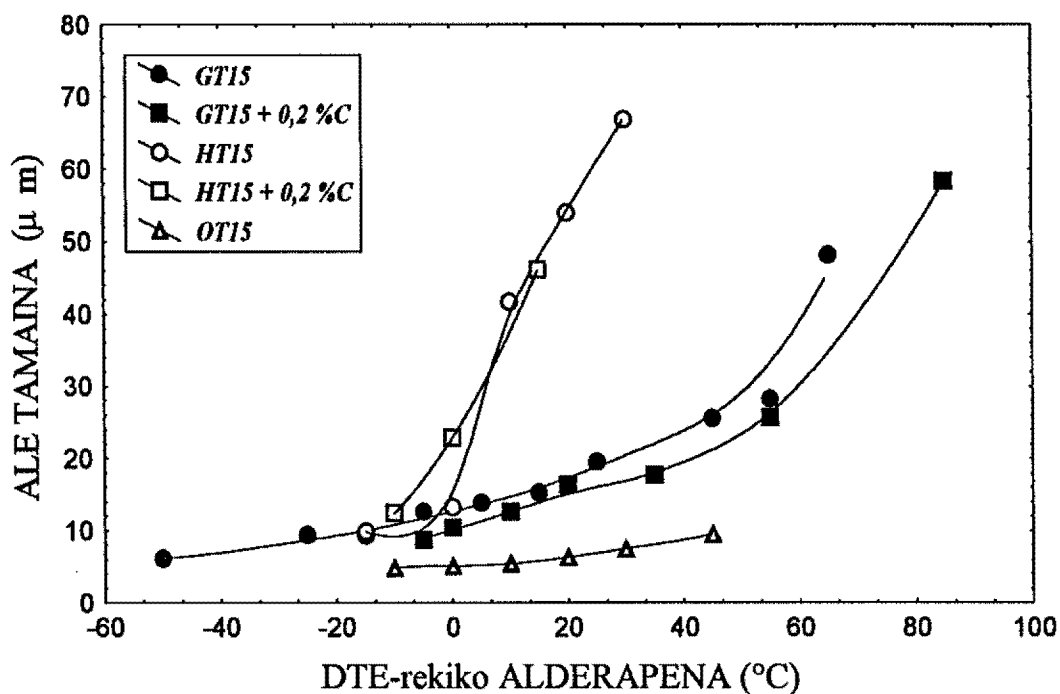
4.9 irudian, hutsean sinterizazio tenperatura onenean karbono gehikuntza eta gehikuntzarik gabeko sinterizatutakoen mikroegiturak aurkezten dira. Austenitaren deskonposaketak mikroegituran duen eragina argia da, bai ale mugatan eta baita aleen barnean ere. Aztertutakoetan, dirauen austenita kantitate txiki bat ere aurkitu izan da. Lehen mailako karburoak MC eta M_6C motatakoak dira. Lehenengoak nagusiki ale mugatan aurkitzen dira eta bere itxura puntu hirukoitzetan edo ale mugatan likidotik sortutakoen antzekoa da, eta beraien ezaugarrietako bat normalean $5\mu m$ koak baino handiagoak direla da.

Industrial atmosferan eginiko sinterizazioen kasuan (4.10 irudia ikusi) 4.1 taulan agertutako nitrogeno gehikuntzak mikroegituran aldaketa nabarmena eragiten du. Hasteko dirauen austenita kantitatea %20 tik %70 era aldatzen dela ikusten da. Horretaz gain MC karburoak MX karbonitrurotara eraldatzen dira. Hauek besteak baino txikiagoak dira, frakzio bolumetrikoki handiagoan azaltzen dira eta homogenoago sakabanaturik aurkitzen dira. (c) eta (f) mikroargazkiek injekziozko moldeaketaz lorturiko trinkoak sinterizatzean lorturiko mikroegitura aurkezten dute. Hasierako hautsen itxura, tamaina eta konposizioa uretan atomizatutakoenen oso ezberdina izan arren, atmosfera berdinean sinterizatzean lortzen den mikroegitura, nahiz tenperatura ezberdinetan, oso antzekoa da. Aipagarri izan daitekeen ezberdintasun bakarra ale tamaina txikiagoa dela da eta karburoen proportzioa zerbait handiagoa dela. Ondorengo taulan (4.2 taulan hain zuzen) baldintza guztietan aurkitzen diren mikroegitura parametroak aurkezten dira: dirauen austenita kantitatea (frakzioa bakarrik matrizearekikoa da, karburoak alde batera utziaz), austenita ale tamaina eta M_6C eta MX karburoen kopurua (frakzio hauek material osoarekikoak dira). Hutsean sinterizatu ordez nitrogeno atmosferan sinterizatzean lortzen den ale tamaina txikiagoa dela ikusten da, eta zentzu berean dirauen austenita kantitatea aldiz askoz handiagoa da eta baita karburoen kopurua ere. Efektu guzti hauek gasean atomizatutako Osprey hautsak nitrogeno atmosferan sinterizatzean aurkitutako emaitzetan areagotu egiten dira.

4.2 taula.-Baldintzen arabera T15 altzairuaren ezaugarri mikroegituralak :ale tamaina, lehen mailako karburo eta austenita kopuruaren portzentaiak.

Sinterizazio mota	Karbono gehikuntza	Ale tamaina (μm)	Austenita (%)	MC(H)/MX(G) (%) / (μm)	M ₆ C (%) / (μm)
HUTSA	---	13.2	12.7	6.6 / 2.8	6.2 / 1.9
	0.2 %	26.9	18.8	8.5 / 3.1	6.0 / 2.0
GAS	---	13.3	58.3	7.4 / 1.4	10.9 / 1.6
	0.2 %	10.4	70.0	8.5 / 1.4	13.2 / 1.8
	OSPREGY	5.4	95.0	10.9 / 1.3	12.5 / 2.0

4.11 irudian dentsifikazio tenperatura hobearen aldarapenarekiko austenita ale tamainaren aldaketa irudikatzen da. Sinterizazioa hutsean egiten denean, tenperatura hoberena gairatzen den une berean, ale tamainak sekulako gorakada pairatzen du.



4.11 irudia- DTE-rekiko alderapenak ale tamainan duen eragina.

Gasezko atmosferan egiten denean aldiz, ale tamainaren haziketa askoz txikiagoa da tenperaturaren aldarapen berdinerako. Propietate honetan sinterizazio atmosferak soilik du eragina, kasu honetan karbonoaren gehikuntzak inolako eraginik azaltzen ez duela (ikusi 4.11 irudia).

Ondorengo taulan (4.3 taulan) karburoen elementu metalikoekiko konposizioa aurkezten da.

4.3 taula.- Lehen mailako karburoetan elementu metalikoak.

		Mo	V	Cr	Fe	Co	W
M ₆ C	HT15	6.8	3.4	3.0	26.8	1.4	58.7
	GT15	5.8	1.9	2.2	26.4	1.3	62.5
	OT15	5.6	2.5	2.6	25.8	1.2	62.3
MX	HT15	5.7	44.7	3.5	2.8	0.0	43.1
	GT15	1.3	72.0	4.4	6.2	0.1	16.2
	OT15	3.3	70.0	3.8	5.6	0.1	17.2

Sinterizazio atmosferak ale mugatan eutektiko fase baten sorrerarako beharrezkoa den gainsinterizazioan sekulako garrantzia azaltzen du. 4.4 taulan eutektiko ezberdinak azaltzen diren tenperatura baxuenak azaltzen dira.

4.4 taula- DTE eta eutektikoen agerpena ematen den tenperatura.

	DTE	EUTEKTIKOEN AGERPEN TENPERATURA		
		EM ₆ C	EORRATZA	EMC
HT15	1270	1285	1290	1300
HT15C	1255	1275	1280	1290
GT15	1225	1275	-	-
GT15C	1205	1260	-	-
OT15	1150	1260	-	-

Tenperatura guztiak °Ctan

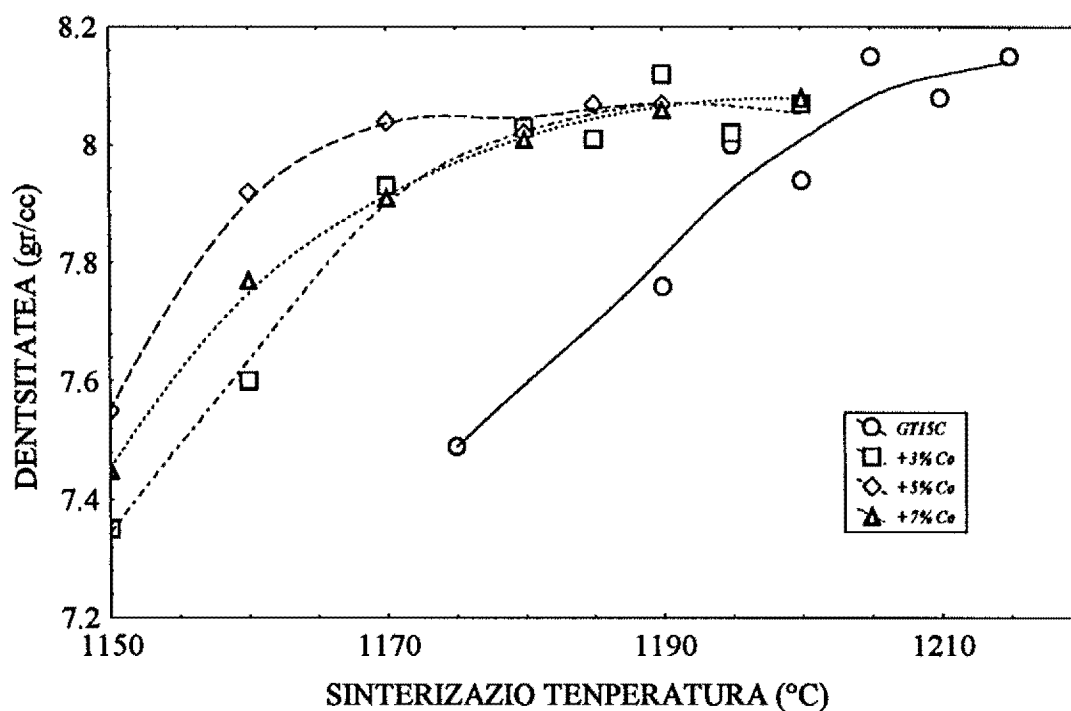
Hutsean sinterizatzen denean, 15÷20°C ko gainsinterizaziotan M₆C motako eutektikoak azaltzen dira, baina sinterizazioa gasezko atmosferan ematen denean behar den gainsinterizazioak 50 edo 55°C takoa izan behar du. Azpimarratzekoa da beste

eutektiko motak ez direla aurkitu 80 edo 100°C tako gainsinterizazioetarako. Efektu hau, lehen gertatu den moduan, Ospreyko hauts esferikoaren kasuan haregotu egiten da, M_6C karburo eutektikoak agertzeko 90°C tako gainsinterizazioa behar izan delako, temperatura honetan bestelakorik aurkitu ez delarik.

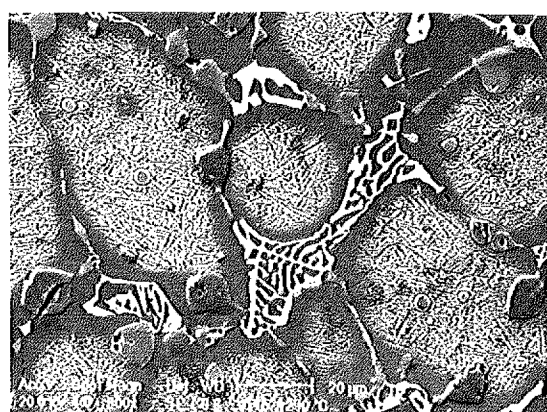
4.13 irudian M_6C eutektikoa agertzen denaren tenperaturaren altzairuak baldintza ezberdinetan duen mikroegituraren mikroargazkiak azaltzen dira.

4.2.1. Sinterizazioan kobaltoaren eragina

4.12 irudian 0.2% gehikuntza duen T15 altzairuaren dentsifikazio kurba eta %3.5 eta 7 Co gehitzean lortutakoak ere azaltzen dira. Kurba hauek gasezko atmosferan lortuak izan dira.



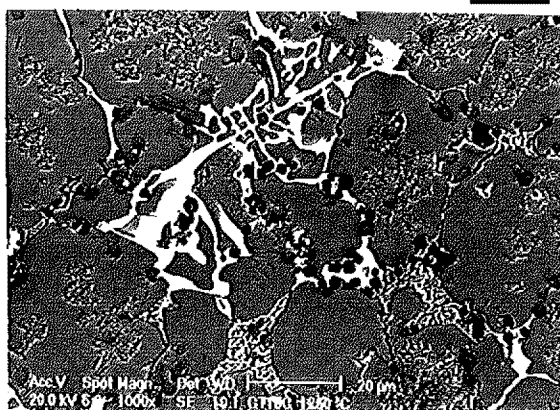
4.12 irudia.- Kobaltoaren gehikuntzak sinterizazio tenperatura egokienean duen eragina.



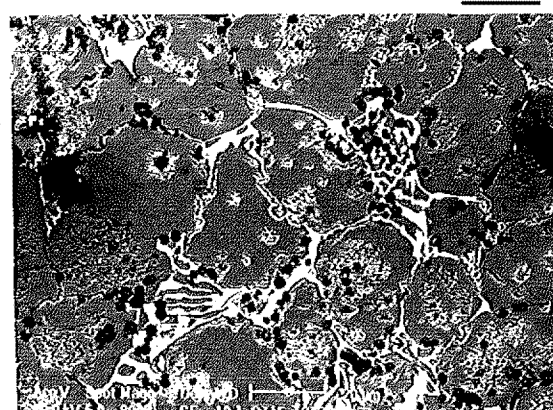
a) 20 µm



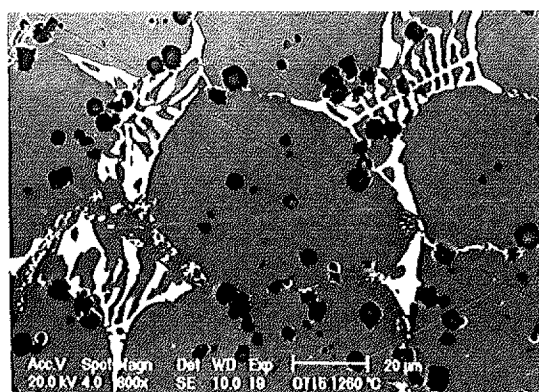
b) 20 µm



c) 20 µm



d) 20 µm



e) 20 µm

4.13 irudia.- Eutektikoak agertu diren temperaturatan altzairuak baldintza ezberdinetan azaltzen duen mikroegitura:

(a)	HT15	⇒	1285 °C
(b)	HT15C	⇒	1275 °C
(c)	GT15	⇒	1275 °C
(d)	GT15C	⇒	1260 °C
(e)	OT15	⇒	1260 °C

4.5 taulan dentsifikazio tenperatura onena eta C, N eta O edukinak orain aipatutako lau kasuetarako. % 0,2 karbono gehikuntzak tenperatura onena 20°C-tan jeisten duela lehengo atalean agertu da. Modu berean kobalto % 3,5 eta 7 gehitzean, 15, 25 eta 25°C tako jeitsiera somatzen da dentsifikazio tenperatura onenean hurrenez hurren. Tenperatura onena hautsa iritsi den moduan 1225°C takoa da baina karbonoa eta kobaltoa eranstea 1180°C tako tenperatura lortzen da. Tenperatura %5 kobalto eranstea egonkortzen dela argi dago %7 eransterako jeitsierarik nabari ez delako.

4.5 taula.- % 3,5, eta 7 Co eta karbono gehikuntza pairatu dutenentzat demsitatea, densifikazio tenperatura egokiena eta C, N eta O edukina.

BALDINTZA	C	N	O	DENTSITATEA	DTE
T15C	1.76	0.72	0.05	8.15	1205
T15C+3%Co	1.80	0.70	0.08	8.12	1190
T15C+5%Co	1.90	0.65	0.07	8.04	1180
T15C+7%Co	NE	NE	NE	8.03	1180

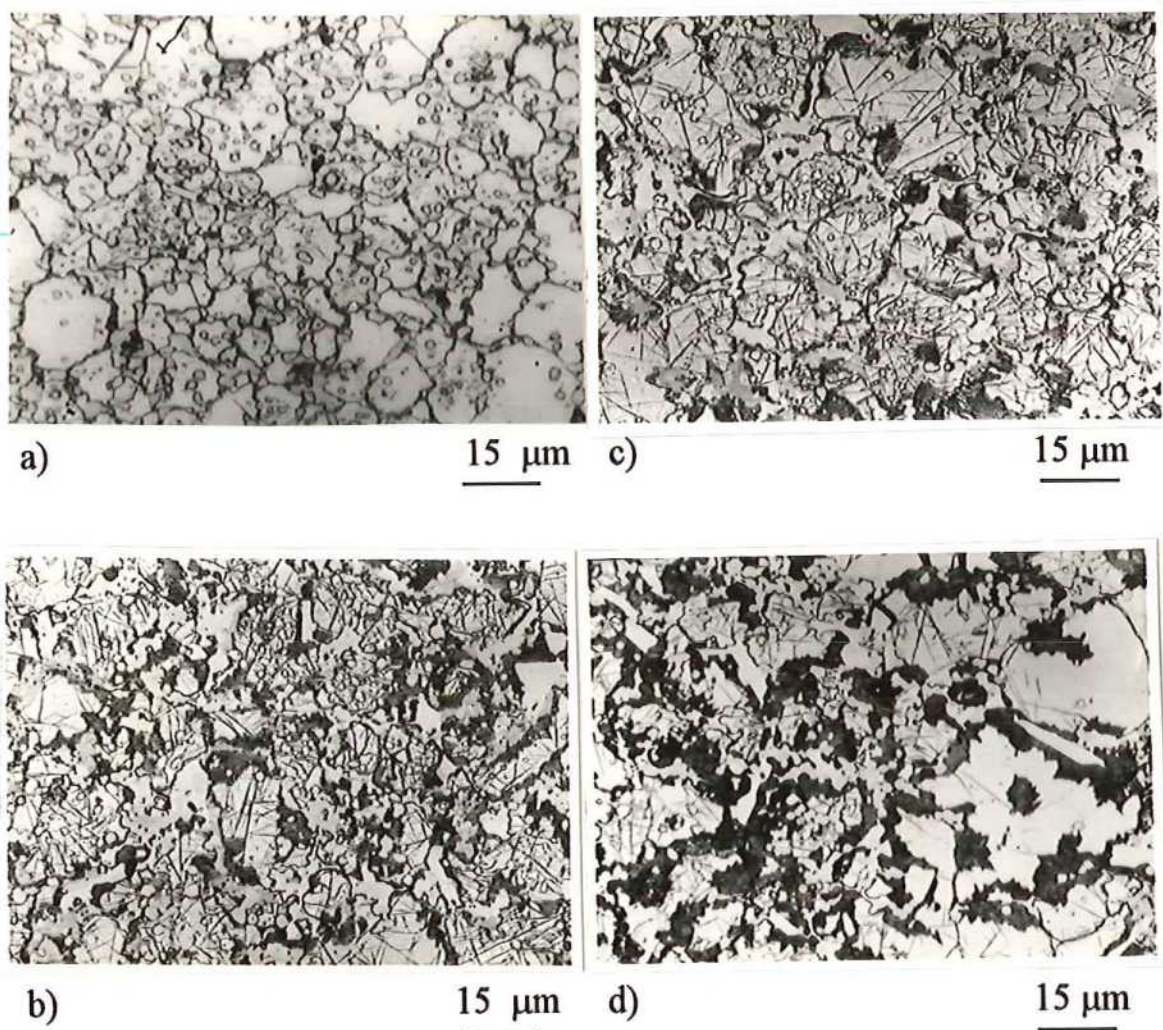
C, N, O ≡ %

Dentsitatea ≡ gr/cc

DTE ≡ °C

4.2.1.1. Metalografia

4.14 irudian kobalto gehikuntza gertatu diren altzairuen mikroegitura ezberdinak sinterizazio tenperatura onenean aurkezten dira. T15 ÷ %0,2 C altzairuan matrizea nagusiki austenitikoa da, ale mugatan M_7C_3 motako fase perlitikoa agertzen delarik. Kobalto edukina handitzen doan moduan, fase perlitikoa handitzen doa tenperatura onena jeisten doan moduan. Matritzearen austenita edukinak era berean behera jotzen du berdin jokatzen bada.



4.14 irudia.- $N_2-H_2-CH_4$ atmosferan sinterizatutako altzairuaren mikroegitura.

(a) GT15C, (b) GT15C + %3 Co, (c) GT15C + %5 Co, (d) GT15C + %7 Co. Mikroskopia optikoan egindako mikroargazkiak. Eraso Nitral %5.

4.6 taula.- Co gehikuntza ezberdintzat lortutakoetako ale tamaina eta dirauen austenita kopurua

BALDINTZA	ALE TAMAINA	DIRAUEEN AUSTENITA
T15C	10.4	70
T15C+3%Co	12.4	75
T15C+5%Co	15.5	50
T15C+7%Co	13.8	15

Ale tamaina (μm)

Dirauen austenita (%)

Azken kasu hauetan lorturiko austenita frakzio bolumetrikoa eta ale tamaina 4.6 taulan biltzen dira. Ale tamainak iraunkor dirau $10 \div 15 \mu\text{m}$ tartean, baina dirauen austenita %7 ingurutik %15 era pasatzen da kobaltoa gehitu zaion neurrian.

4.2.1.2.Karburoen konposizioa

M_6C eta MX karburo eta karbonitruoen elementu metalikoen portzentzaia 4.7 taulan azaltzen da.

4.7 taula.- M_6C y MX karburoetan elementu metalikoen batzbesteko konposaketa

M_6C	Mo	V	Cu	Fe	Co	W
T15C	2.4	3.4	3.5	31.9	2.7	56.1
T15C+3%Co	9.9	2.2	3.7	31.7	4.0	48.5
T15C+5%Co	7.6	2.4	3.9	26.5	4.7	54.9
T15C+7%Co	NE	NE	NE	NE	NE	NE

MX	Mo	V	Cu	Fe	Co	W
T15C	5.6	72.3	7.8	4.6	0.0	9.7
T15C+3%Co	6.9	70.1	7.1	4.1	0.7	11.0
T15C+5%Co	5.4	57.4	8.3	14.1	2.0	12.8
T15C+7%Co	NE	NE	NE	NE	NE	NE

Argi ikus daitekeenez, kobaltoaren gehikuntzak nagusiki karbonitruroen konposizioan dauka eragina, beraien banadio kantitateak behera jotzen baitu. M_6C karburotan W edukinak behera jotzen duela badirudi ere, $W + Mo$ bikotea kontutan hartzen bada ehuneko besteak praktikoki konstante dirau.

4.3. TRATAMENDU TERMIKOAK

Tratamendu termikoak ohizko metalurgiaz lorturiko probetetan bakarrik egin dira, hau da, ardatz bakarreko trinkaduraz eta ondoren sinterizazio egokienez lorturiko probetak. Lehen aipatu bezala, tratamendu termiko osoa austenizazio, tenplaketa eta iraoketa anizkoitzez osatua dago.

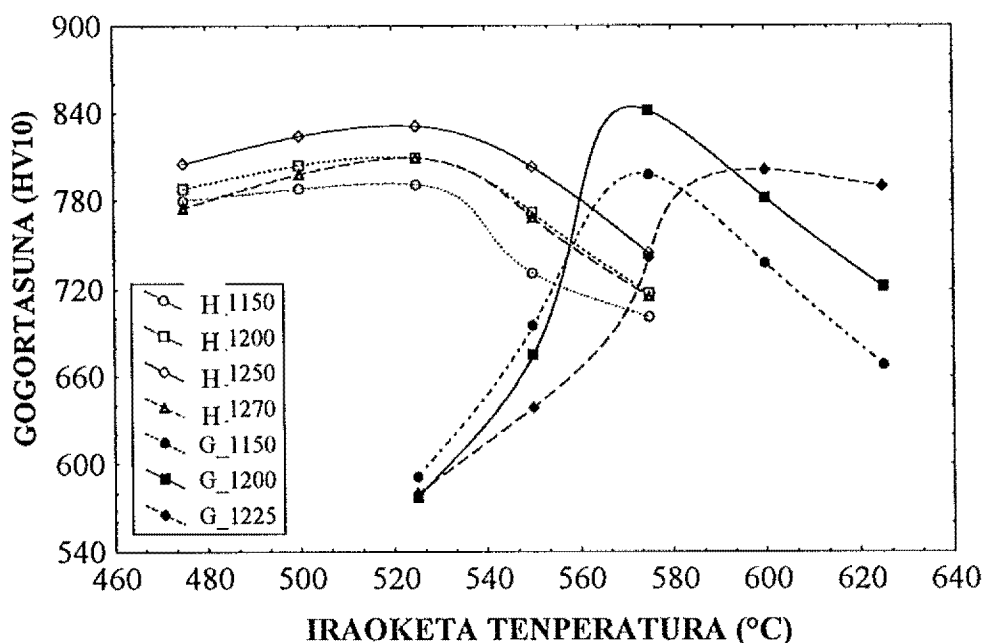
Lehenengo urratsean iraoketa tenperaturak aldatu gabe gogortasun handiena emango zuen austenizazio tenperatura, bilatu nahi izan zen. 4.15 irudian, T15 altzairuaren kasua aurkezten da. Hutseko sinterizazioarako 1150, 1200, 1250 eta 1270°C ko austenizazio tenperaturak saiatu dira, eta gasezko sinterizazioan aldiz tenperaturak 1150, 1200 eta 1225 °C izan dira. Ohartzekoa da erabilitako austenizazio tenperaturen artean gorenena dentsifikazio tenperatura egokiena dela bi kasuetan. Kasu guztietan iraoketa tenperaturak 460 eta 620 °C artekoak izan dira, modu honetan austenita edukin ezberdineko mikroegiturak lortuz. Agi denez, gogortasun gorenena ematen den kasua sinterizazio tenperatura egokienaren azpikoa da.

Gasezko atmosferan sinterizatutako probeten tratamendu termikoak emaitz onenak azaltzen zituztenez, austenizazio tenperatura modu zehatzago batez aurkitu nahi izan zen. Honen ondorioz tenperatura egokiena 1210°C zela aurkitu zen, hau da, sinterizazio tenperatura egokiena baino 15°C gutxiago. Karbonoa gehitu zitzaient probeten tratamendu termikoen joera sinterizazio tenperatura egokienarekiko berdina izan zen. Hau da, aurkitutako sinterizazio tenperatura egokiena 1205°C izan zen karbonoa gehiagotu eta gasezko atmosferan sinterizatzean, eta hortik lortutako probetak tratatzean lortutako austenizazio tenperatura egokiena 1190°C izan zen.

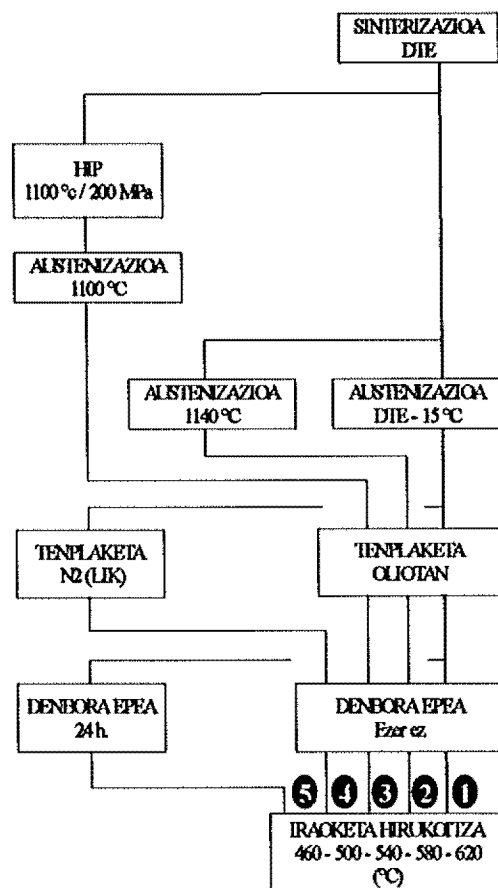
Behin austenizazio temperatura egokiena aurkitu zenean, hau finkatu egin zen propietate mekanikoak aztertzeko, lehen aipaturiko kasu onenean bakarrik aztertuz. Iraoketa temperaturak $460 \div 620$ °C tartean 40°C ka aldatu ziren hiru mikroegitura oso ezberdinen propietateak aztertu nahirik:

- Egitura ia guztiz austenitikoa, oso biguna.
- Gogortasun gorenena aurkezten zuen egitura.
- Gogortasun gorenena aurkezten den temperaturaz gainezko iraoketa temperaturan lortutako egitura. Kasu honetan ere biguna izaten da baina matrizea martensitikoa da.

Tratamendu termikoak aztertzeko beste aldagai batzuk ere kontutan izan dira: tenplaketa oliotan edo nitrogeno likidoan egin da, bigarren kasu honetan austenita-martensita eraldaketa lehenengoan baino handiagoa gertatzen delarik 77 K taraino hozten



4.15 irudia.- Gasean edo hutsean sinterizatutakoentzat, austenizazio temperatura ezberdinetan, gogortasuna eta iraoketa temperaturen artean azaltzen den erlazioa

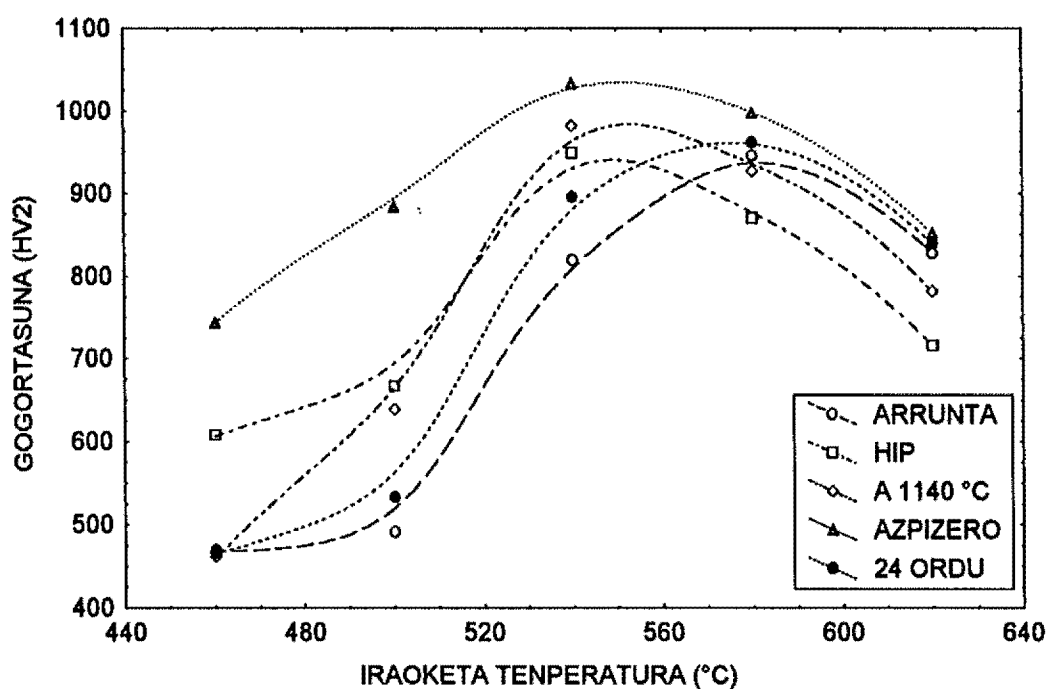


4.16 Irudia - Tratamendu termikoen eskema orokorra

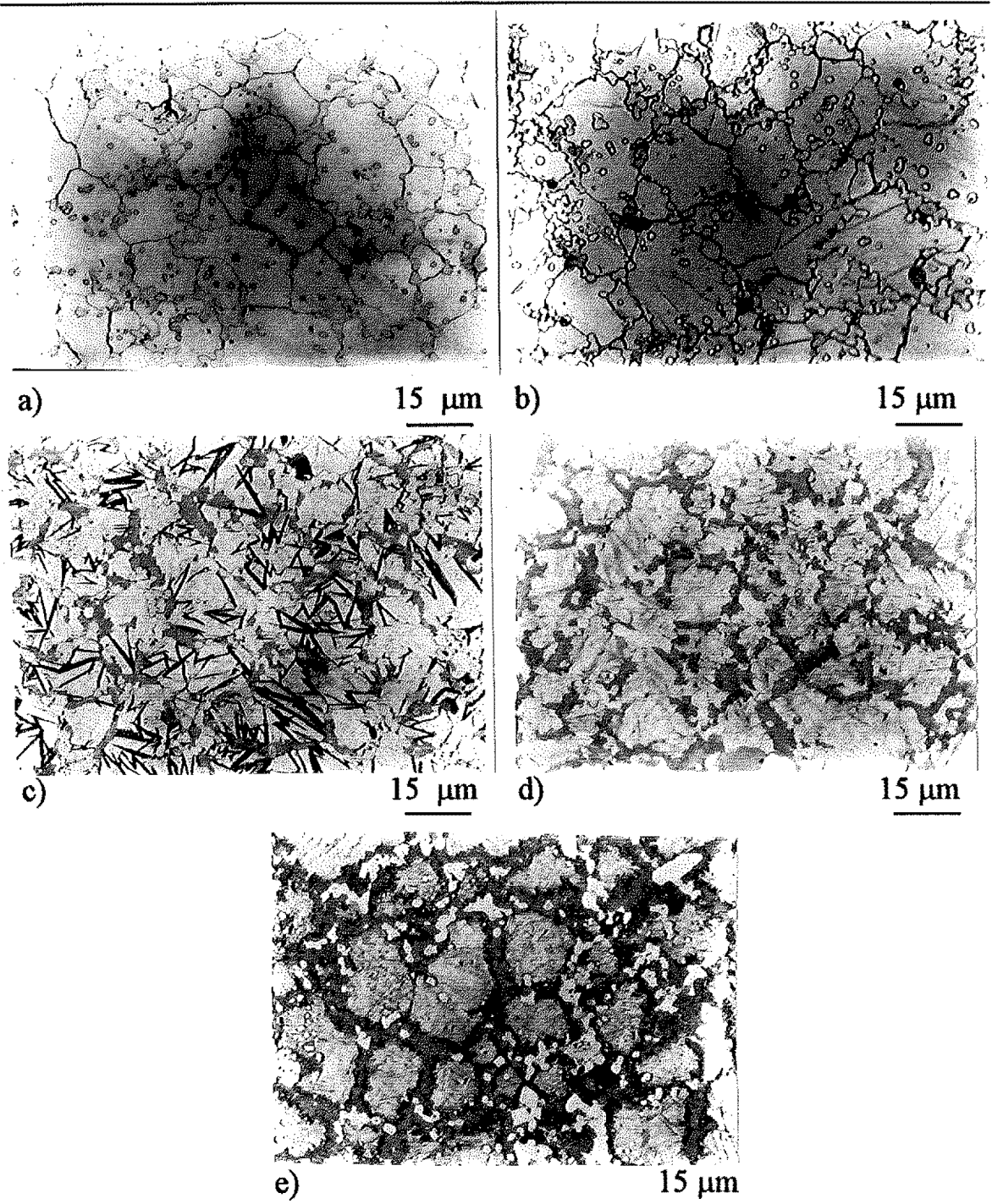
baita. Kontutan izandako beste aldagai bat tenplaketatik lehen iraoketa bitarteko denbora izan da, austenitaren egonkortasuna aztertu nahirik. Azkenik, sinterizazioaren ondoren geldi daitekeen porositatea kentzeko asmoz, probeta batzutan tratamenduaren aurretik HIP (Berotze isostatiko trinkadura) prozedura ezarri zaie. 4.16 irudian laburbiltzen dira entsaiatutako bost tratamendu termiko ezberdinen baldintzak.

Tratamendu hauen baldintzen ondorioz, mikroegitura, gogortasuna eta propietate mekaniko ezberdinak lortu izan dira. Beraien arteko konparazioa “arrunta” deituko zaion tratamenduarekiko egingo da. Hau da, sinterizazioa 1205°C tan, austenizazioa 1190°C tan, tenplaketa oliotan, iraoketa bitarteko denborarik ez eta azkenik bost temperatura ezberdinetan iraoketa anitzkoitzak. 4.18 irudian baldintza hauetan lortutako mikroegituren mikroargazkiak aurkezten dira eta 4.19-4.22 bitartekoak beste lau baldintza multzo ezberdinen ondorioz lortutakoak.

4.17 irudian termikoki tratatutako probeten gogortasunean iraoketa temperaturak duen eragina. Gogortasun gorenena 580°C inguruan aurkitzen da arrunta eta 24 ordu izeneko tratamenduetan, eta beste hiru kasuetan aldiz, puntu hau 540°C inguruan aurkitzen da. Gogortasun balio altuenak azpizero tratamenduak aurkezten ditu, zentzu honetan beste guztien joera oso antzekoa delarik.

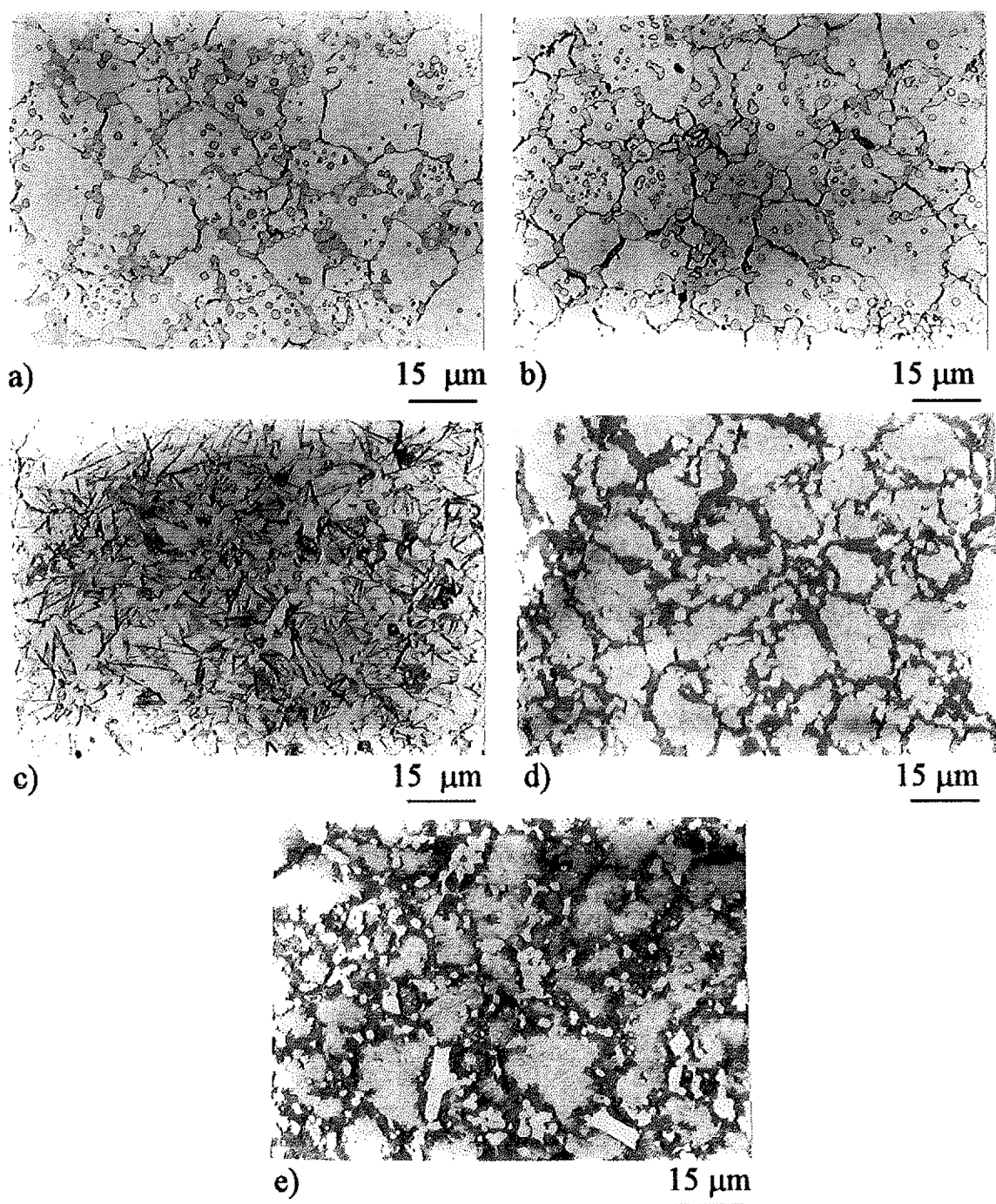


4.17 irudia.- 4.3 puntuan azaldutako tratamendu termikoak aplikatu zaien muestratan neurtutako gogortasuna eta iraoketa temperaturaren arteko erlazioa.



4.18 irudia.- 1190 °C-tan austenizatutako eta olotan tenplatutako T15 EALaren mikroegitura.

- a) 460 °C-tan iraotutakoa
- b) 500 °C-tan iraotutakoa
- c) 540 °C-tan iraotutakoa
- d) 580 °C-tan iraotutakoa
- e) 620 °C-tan iraotutakoa



4.19 irudia.- 1190 °C-tan austenizatutako eta oilitan tenplatutako T15 EALaren mikroegitura. Austenizazioa eta iraoketaren artean 24 ordu igaro dira

- a) 460 °C-tan iraotutakoa
- b) 500 °C-tan iraotutakoa
- c) 540 °C-tan iraotutakoa
- d) 580 °C-tan iraotutakoa
- e) 620 °C-tan iraotutakoa



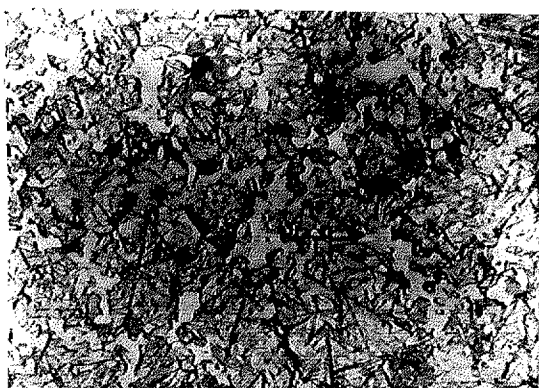
a)

15 μ m



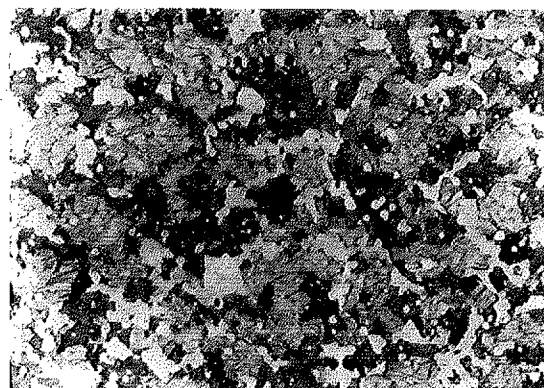
b)

15 μ m



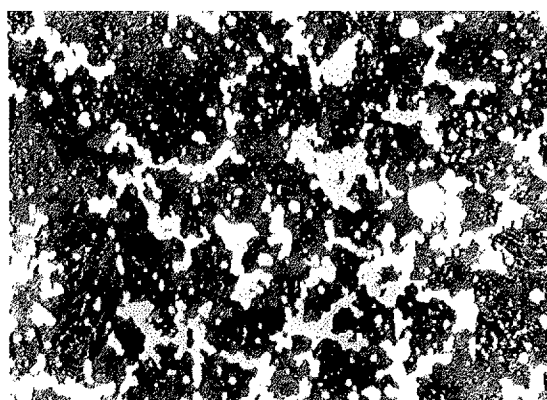
c)

15 μ m



d)

15 μ m



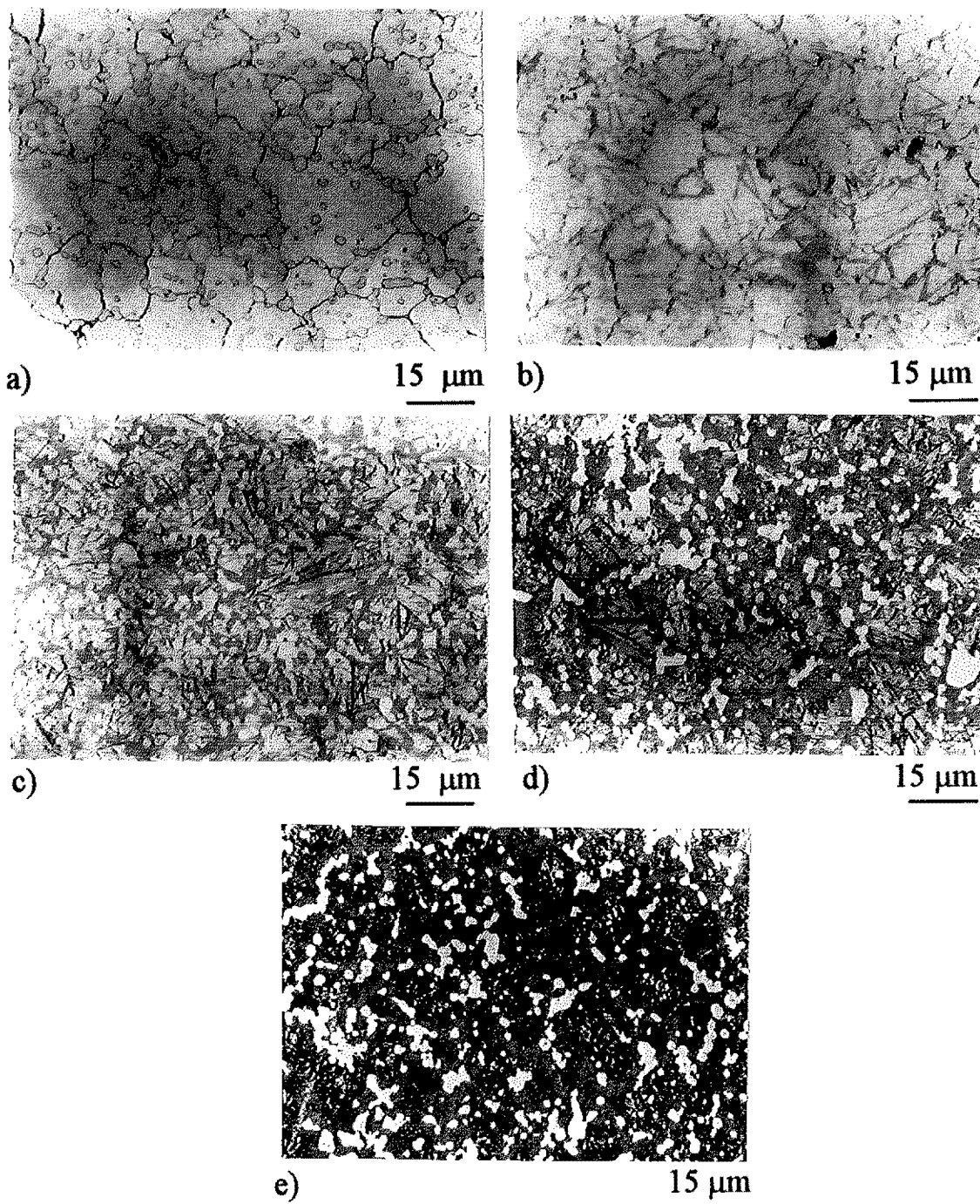
e)

15 μ m

4.20 irudia.- HIP 1100 °Ctan eta 200 MPa-tan, 1100 °C-tan austenizatutako eta oliotan tenplatutako T15

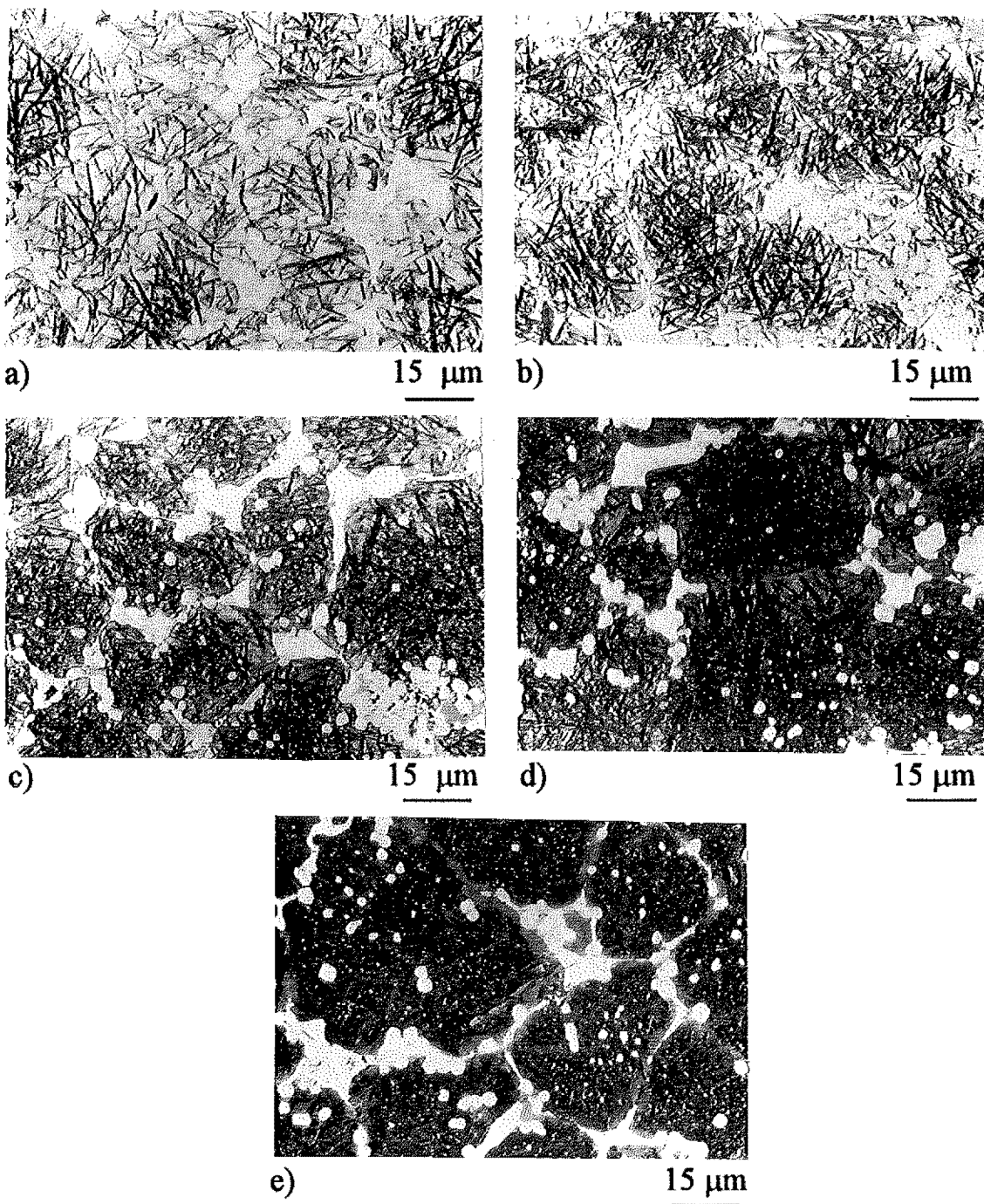
EALaren mikroegitura.

- a) 460 °C-tan iraotutakoa
- b) 500 °C-tan iraotutakoa
- c) 540 °C-tan iraotutakoa
- d) 580 °C-tan iraotutakoa
- e) 620 °C-tan iraotutakoa



4.21 irudia.- 1140 °C-tan austenizatutako eta oillotan tenplatutako T15 EALaren mikroegitura.

- a) 460 °C-tan iraotutakoa
- b) 500 °C-tan iraotutakoa
- c) 540 °C-tan iraotutakoa
- d) 580 °C-tan iraotutakoa
- e) 620 °C-tan iraotutakoa



4.22 irudia.- 1190 °C-tan austenizatutako eta nitrogeno likidotan tenplatutako T15 EALaren mikroegitura.

- a) 460 °C-tan iraotutakoa
- b) 500 °C-tan iraotutakoa
- c) 540 °C-tan iraotutakoa
- d) 580 °C-tan iraotutakoa
- e) 620 °C-tan iraotutakoa

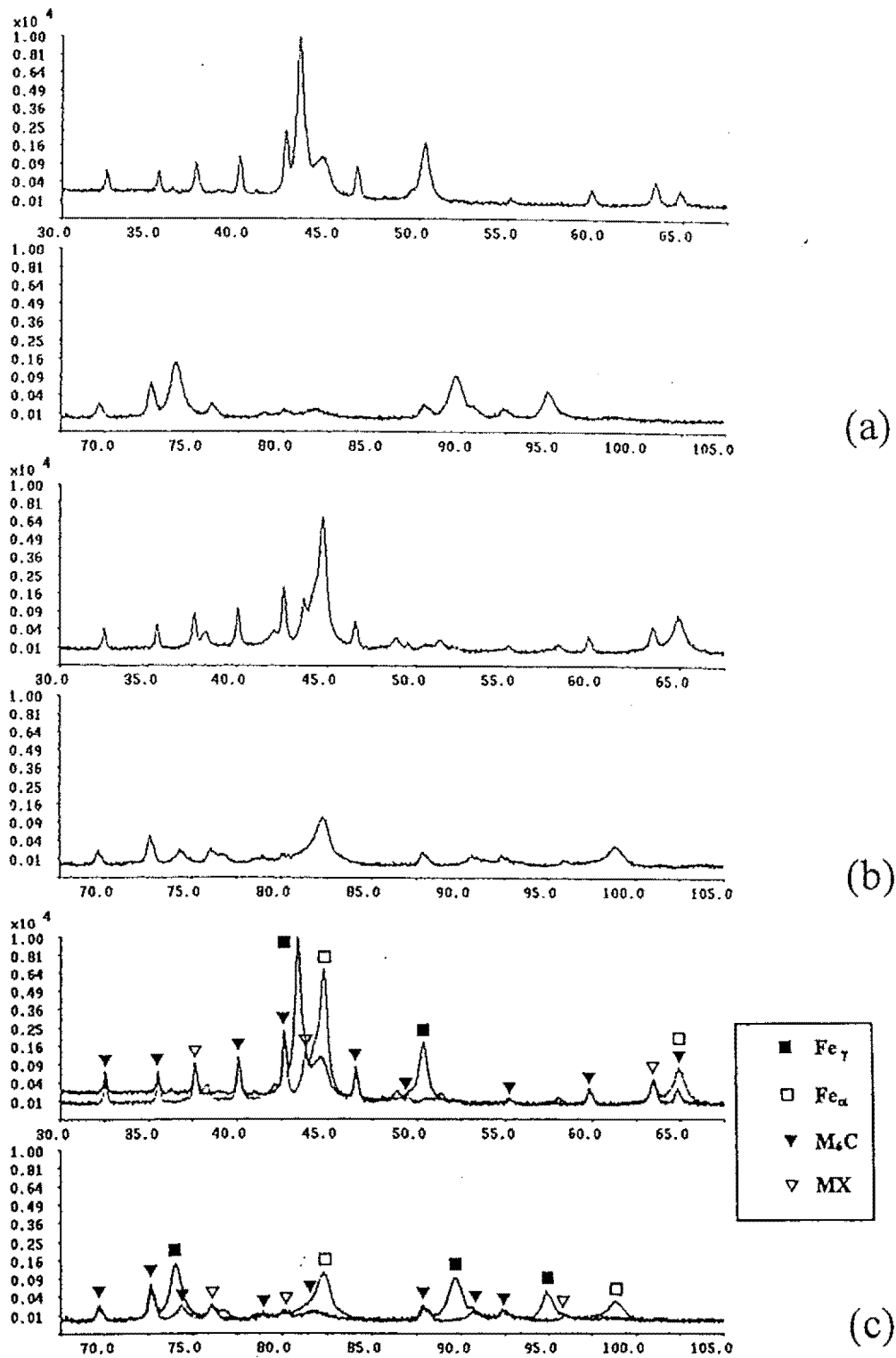
4.4. DIRAUAEN AUSTENITA

4.4.1. Dirauen austenitaren neurketa

Dirauen austenita, X izpien difrakzio bitartez lorturiko muestra ezberdinen difraktograma aztertu ondoren neurtu da. 4.23 irudian altzairu mota honetan ohiz ematen diren bi difraktograma aurkezten dira. Lehenengoan austenita edukina oso handia da eta bigarreanean aldiz martensita da nagusi. Bertan austenitaren (111) eta martensitaren (110) intentsitate nagusien tontorrak gainditzen direla argi ikusten da. Bi irudiak gainditzen badira, (c) irudia, bietan berdinak diren tontor batzuk agertzen dira: M_6C karburo eta MX karbonitruoenak hain zuzen. Dirauen austenita neurtzeko 30° eta 105° arteko lau fase hauen tontor guztiak kontutan hartu dira. 4.8 taulan difrakzio plano ezberdinen Miller zenbakiak, difrakzio angeluak eta 3.atalan azaldutako formulak erabiliz R parametroaren balioa zehazki azaltzen da.

Austenita eta martensitaren tontor nagusienak besterik ez dira bata bestearen gainean agertzen, baina aldiz M_6C karburoen eta MX karbonitruoen tontorrekin bi faseen tontorren gainditzea orokorra da. Hortaz, neurketa kurbaren azpiko azalera neurtuz egin da, berau 4.8 taula zatitua agertzen den modu berean eginez, zati bakoitza bertan azaltzen diren faseen nahasketaren intentsitatearen balioa izanik eta emaitza 3.atalean erakutsitako ekuaziotan ordezkatzuz lortzen dela.

Lortutako emaitzek, dirauen austenita $0 \div 100\%$ tarte osoa hartzen dute, modu honetan %90 austenita edo %5 austenita duten muestra ezberdinekin entsaiuak egitea posiblea izan daitekelarik. Tarteko zenbait balio ere azaltzen dira.



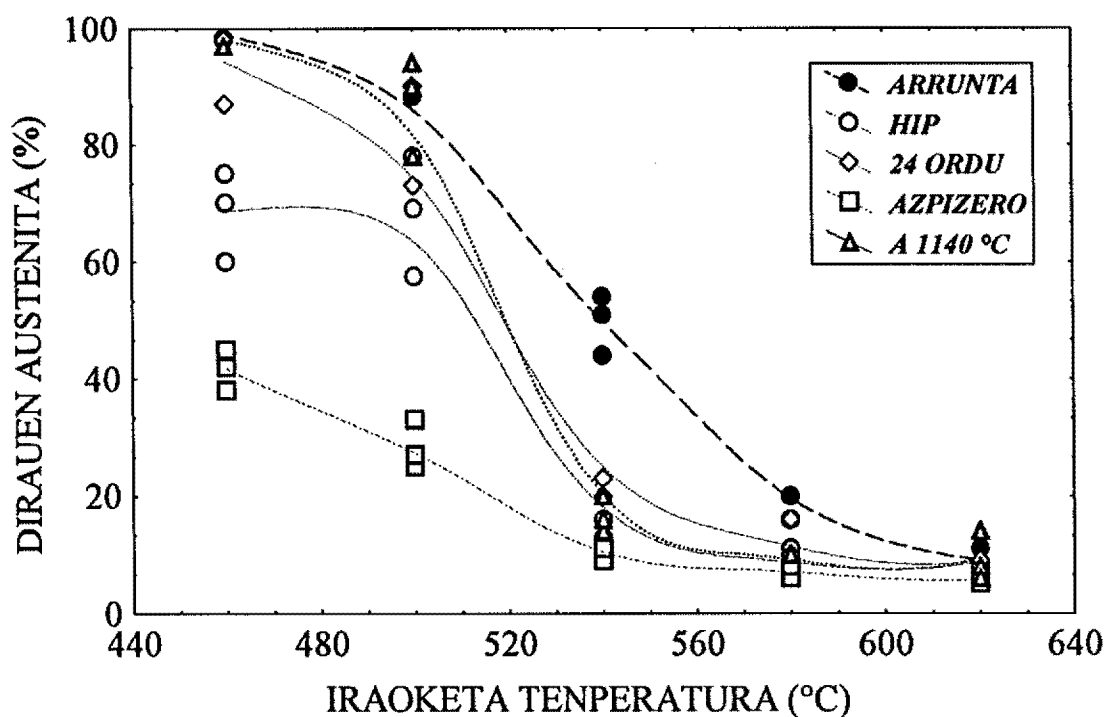
4.23 irudia.- Baldintza ezberdinetan T15 EAL-aren difraktogramak
a) % 90 austenita
b) % 90 martensita
c) Lehengo biak elkarrekin

4.8 taula.- Difraktogrametan fase ezberdinen identifikazioa, difrakzio angeluak eta R-ren balioak.

FASE		MILLER	ÁNGULO 2θ	R	R _{TOTAL}	INTERVALO (°)
M ₆ C		4 0 0	32.35	126.24	126.24	31.99 - 33.14
M ₆ C		3 3 1	35.35	139.28	139.28	34.81 - 36.11
MX		1 1 1	37.51	66.27	66.27	36.51 - 39.18
M ₆ C		4 2 2	39.90	244.09	244.09	39.41 - 40.89
M ₆ C		5 1 1	42.44	280.51		
M ₆ C		3 3 3	42.44	156.21		
	Fe _γ	1 1 1	43.12	189.82	189.82	
		2 0 0	43.56	64.14	64.14	
	Fe _α	1 1 0	44.71	272.57	272.57	
M ₆ C		4 4 0	46.41	131.79	568.51	40.89 - 47.72
M ₆ C		4 4 2	49.41	16.19	16.19	
	Fe _γ	2 0 0	50.21	87.50	87.50	48.37 - 51.89
M ₆ C		6 2 2	55.04	12.67	12.67	54.78 - 55.75
M ₆ C		7 1 1	59.66	2.37		
M ₆ C		5 5 1	59.66	71.83	74.20	59.33 - 60.46
MX		2 2 0	63.31	38.80	38.80	
M ₆ C		7 3 1	64.69	25.64		
M ₆ C		5 5 3	64.69	12.82	38.46	
	Fe _α	2 0 0	65.07	40.95	40.95	62.47 - 66.71
M ₆ C		7 3 3	69.52	72.15	72.15	69.07 - 70.49
M ₆ C		8 2 2	72.46	148.41		
M ₆ C		6 6 0	72.46	68.93		
	Fe _γ	2 2 0	73.75	68.46	68.46	
M ₆ C		6 6 2	74.78	2.03	219.47	
MX		3 1 1	75.99	22.49	22.49	71.78 - 77.73
M ₆ C		9 1 1	78.78	3.30		
M ₆ C		7 5 3	78.78	12.91		
	MX	2 2 2	80.02	13.39	13.39	
M ₆ C		6 6 4	81.60	14.53	30.74	
	Fe _α	2 1 1	82.41	85.67	85.67	77.85 - 84.61
M ₆ C		9 3 3	87.74	39.63		
M ₆ C		7 7 1	87.74	20.07		
M ₆ C		7 5 5	87.74	14.68		
	Fe _γ	3 1 1	89.44	66.59	66.59	
M ₆ C		8 6 2	90.52	21.32		
M ₆ C		9 5 1	92.19	16.87	112.57	87.01 - 93.64
	Fe _γ	2 2 2	94.60	20.44	20.44	
MX		4 0 0	95.87	6.83	6.83	93.64 - 96.52
	Fe _α	2 2 0	99.04	28.74	28.74	96.81 - 100.57

4.4.2. Iraoketa ondorengo gogortasunean eragina

Dirauren austenita, makurdura entsaiua egin ondoren gelditzen diren bi zatietako batean neurtu da. 4.24 irudian termikoki tratatutako barra ezberdinetan neurtutako austenita balioak iraoketa tenperaturaren funtzioan irudikatzen dira. Lortutako emaitzen laburpen txiki bat 4.9 taulan biltzen da. Bertan kasu bakoitzaren gogortasuna, iraoketa tenperatura eta neurtutako dirauren austenitaren balioa azaltzen da.



4.24 Irudia.- Aplikatutako tratamendu termiko ezberdinentzat iraoketa tenperaturak dirauren austenita kantitatean duen eragina.

4.9 taulan ikusten denaren arabera, gogortasuna handitzen da iraoketa tenperatura handitzen den moduan balio goren bat lortu arte (beltzez markatuta), hortik aurrera gogortasunak behera egiten duelarik nahiz iraoketa tenperaturak gora jarraitu. Tratamendu ezberdinen artean dagoen ezberdintasun nagusia goren hori lortzen den tenperaturan datza. Arruntza eta 24 ordu (tenplaketa eta iraoketa tartean 24 orduko epea dago) izendatutako tratamendutan gogortasun gorena iraoketa tenperatura 580°C takoa

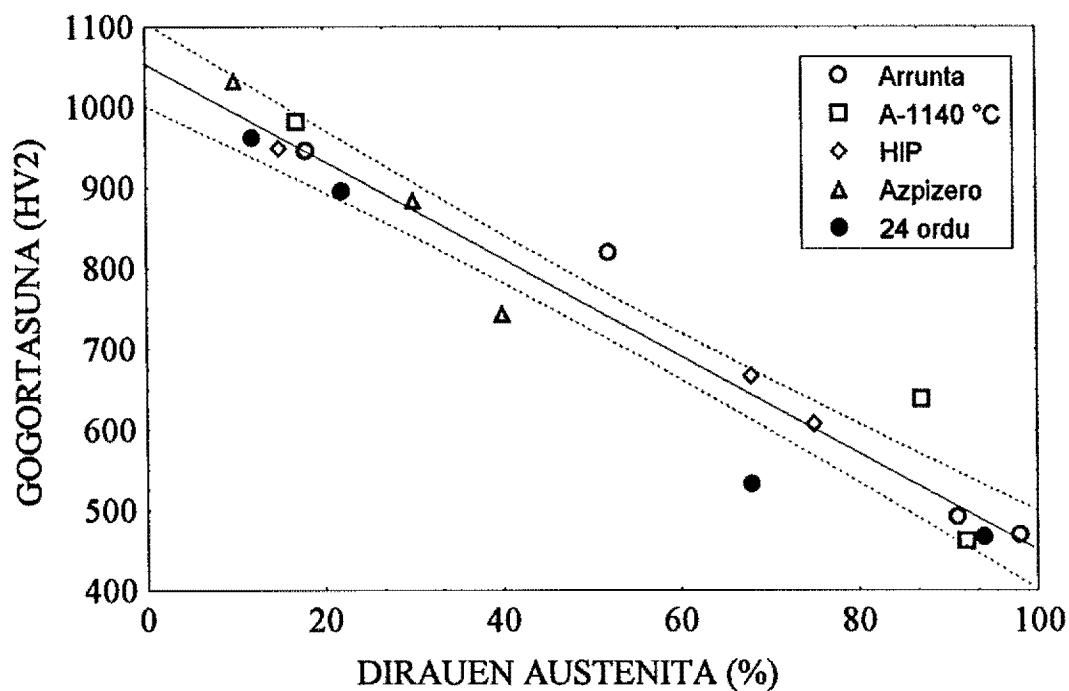
denean ematen da, eta beste hirutan, azpizero, hip eta A1140°C izenez aipatuak izango direnak hemendik aurrera, gorena 540°C tan ematen da. (Balitekeazterketa zehatzago bat eginez bi tenperatura hauen tartean aurkitzea gorena). Gogortasun handiena azpizero tratamenduan lortzen da, (gogoratu tenplakete eta iraoketa ondorengo hozketa nitrogeno likidoan egin direla) eta lortutako balio gorena 1033 HV2 izan da. Beste tratamenduetan lortutako balio gorena oso antzekoa izan da eta 960 HV2 ingurukoa izan da. Austenitatik martensitarako eraldaketa ere, azpizero tratamenduan besteetan baino azkarrago eman da. Azpimarratzekoa da era berean, gogortasun balio gorena lortu den iraoketa tenperaturan oraindik %18 austenita eraldatzeke egotea.

4.9 taula.-Aplikaturako tratamendu termikoen arabera gogortasuna eta dirauen austenita kopurua

		IRAOKETA TENPERATURA									
		460		500		540		580		620	
		Gogor	Aus	Gogor	Aus	Gogor	Aus	Gogor	Aus	Gogor	Aus
Arrunta	❶	470	98	492	91	820	52	946	18	828	9
A1140	❷	462	92	639	87	982	17	927	11	782	9
HIP	❸	608	75	667	68	949	15	870	9	716	9
Azpizero	❹	744	40	884	30	1033	10	997	8	852	6
24 ordu	❺	467	94	533	68	896	22	962	12	839	9

Bai gogortasunrena eta baita dirauen austenita kopuren balioak tratamendu berdina aplikatu zaien muestra ezberdinenen batzbestekoa da

4.25 irudian, dirauen austenita eta iraoketa ondoren neurtutako gogortasunaren arteko erlazioa erakusten da. Austenita kopuruak gogortasunean duen eragina, bere eraldaketa osoa ematen den bitartean azter daiteke bakarrik, une horretatik aurrera ezberdina baita materialaren gogortasuna kontrolatzen duen mekanismoa: alde batetik martensitaren gainiraoketa eta bestetik bigarren mailako gogortasuna kontrolatzen duen karburoen haziera. Agi denez, bi aldagai hauen arteko erlazioa berdina da ezarritako tratamenduak inolako eraginik azaldu gabe; hau da, gogortasuna handiagoa da austenitaren eraldaketa handiagoa den moduan. Irudi berdinean, puntu horiekin lortutako erregresio zuzena ere irudikatzen da. Bi aldagai hauek erlazionatzen dituen zuzenaren ekuazioa ondorengoa da:



4.25 Irudia.- Tratamendu termiko ezberdinen arabera gogortasuna eta diraueen austenitaren arteko erlazioa.

$$\text{GOGORTASUNA (HV2)} = 1054 - 6.0 * \text{Fe}_\gamma$$

Zuzenaren maldaren %95-eko konfidantza tartea ere erakusten da, bera, 5.7 eta 6.3 balioen artekoa izanik.

4.5. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA ENTSAIUA

Lau puntutako makurdura entsaiuan erabilitako barrak nitrogeno atmosferan sinterizatutakoak, karbono gehikuntza izandakoak eta aurreko azpiatalan azaldutako bost tratamendu termiko ezberdin ezarritakoak izan dira.

Gogortasun eta dirauen austenitaren neurketa aurreko azpiataletan argitua izan da (4.9 taula), eta horregatik zuzenean hauen eta entsailu honek erakar ditzaken propietateen arteko erlazioa aztertuko da.

4.5.1. Tratamendu termikoen arabera entsiuen arteko konparaketa

4.26 irudian iraoketa tenperatura eta tratamendu termiko bakoitzeko karga/deformazio adierazpenak aurkezten dira.

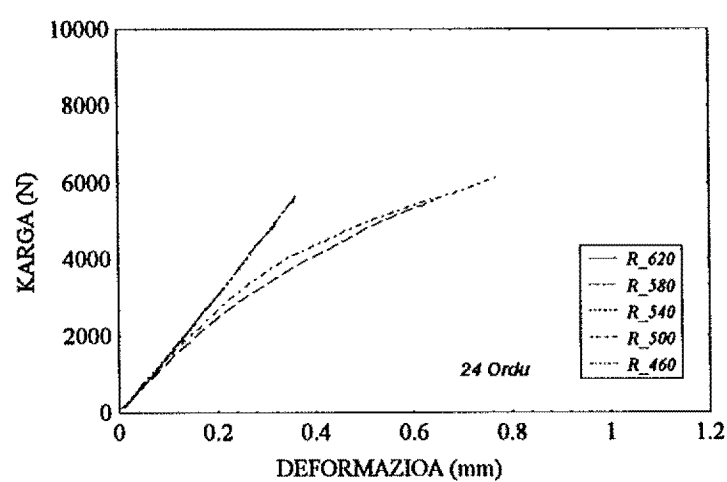
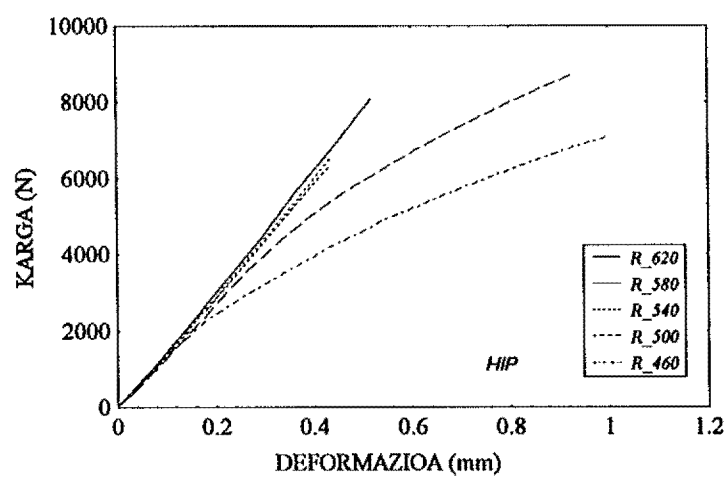
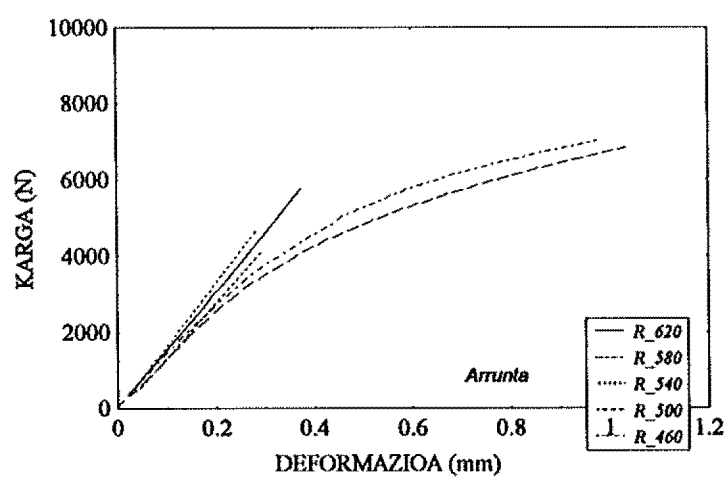
Joera oso antzekoa da kasu guztietan: dirauen austenita kopurua handia denean (iraoketa tenperatura 460 edo 500 °C) plastizitatearen aztarnak argi ikus daitezke, beste kasuetan desagertzen delarik. Hau tratamendu guztietan betetzen da azpizero tratamenduan ezik, bertan kasu guztiak elastikoak gertatu baitira.

4.5.2. Young-Modulua

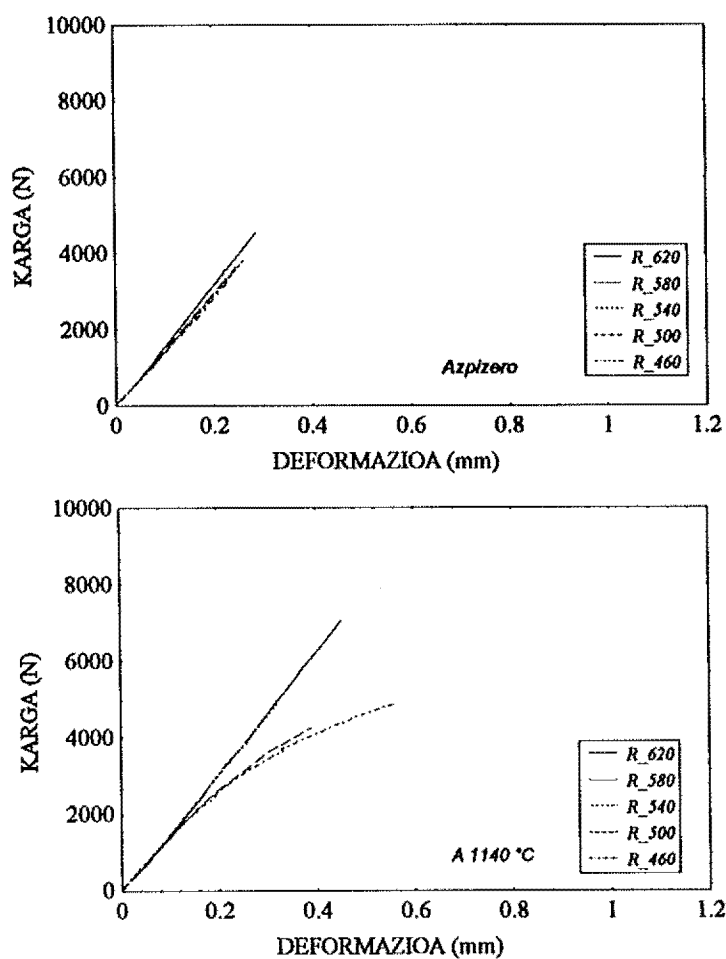
Agertu den bezala, Young-modulua 2.14 ekuazioaren bidez kalkulatu da:

$$E = \frac{L_y \cdot A \cdot [3 \cdot (A + C)^2 - A^2]}{B \cdot W^3 \cdot z} \quad (2.14)$$

4.27 irudian Young-modulua eta dirauen austenita kopuruaren arteko erlazioa erakusten da: lehenengoa handitzen doa ia linealki dirauen austenita kopurua urritzen den moduan. Azpimarragarriena zera da: tratamendu arruntan, balio gorenak 260 GPa ingurukoa da eta beste guztietan 240 GPa ingurukoa aldiz. Maldaren arabera joera gutxigorabehera antzekoa da, beraien balioak 0.27 eta 0.58 balioen artekoak direlarik.

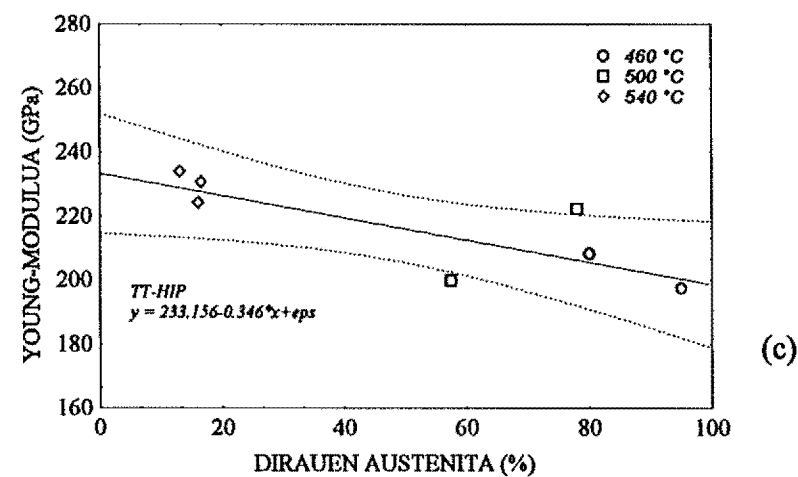
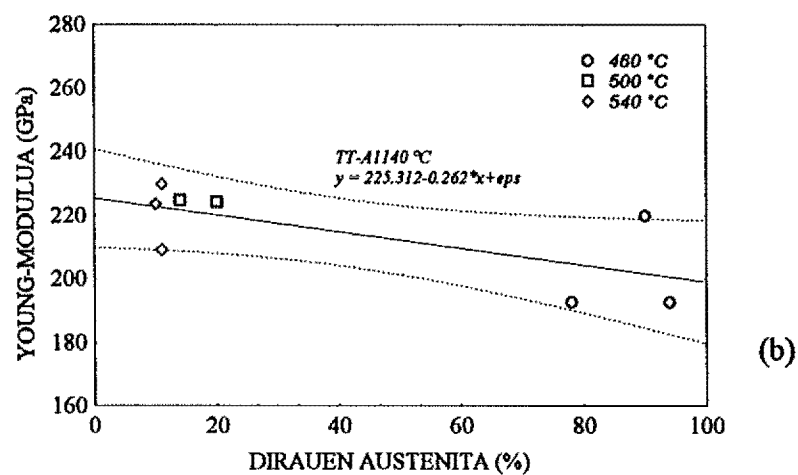
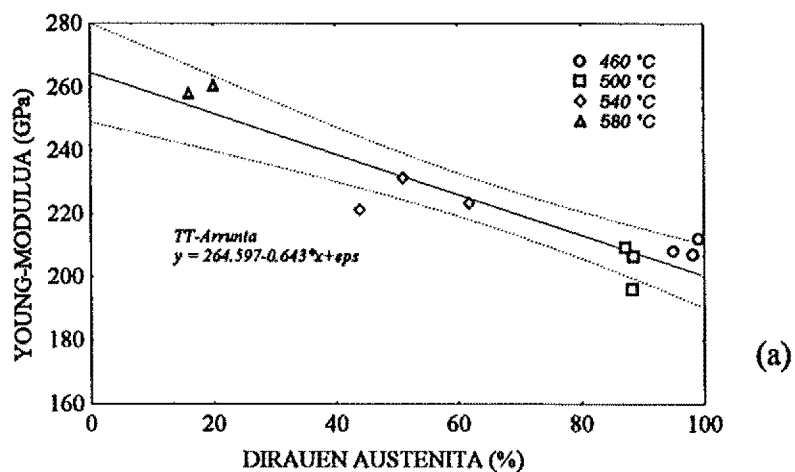


4.26 irudia.-Termikoki tratatutako muestraren karga/deformazio adierazpena:
(a) TT-Arrunta (b) TT-HIP (c) TT-24 Ordu



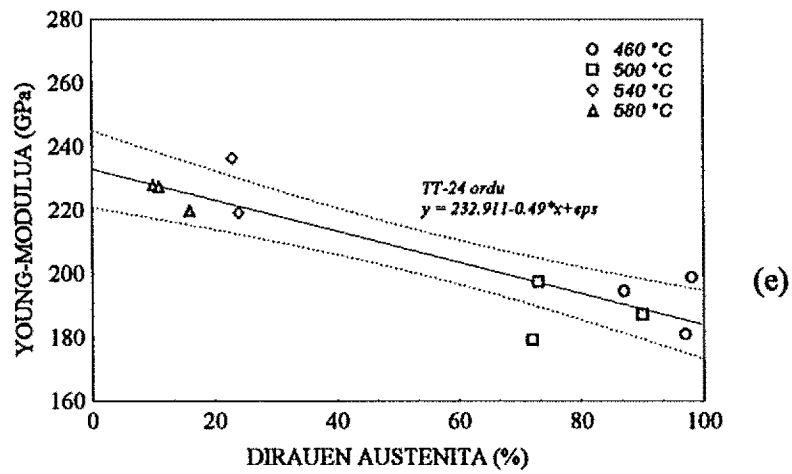
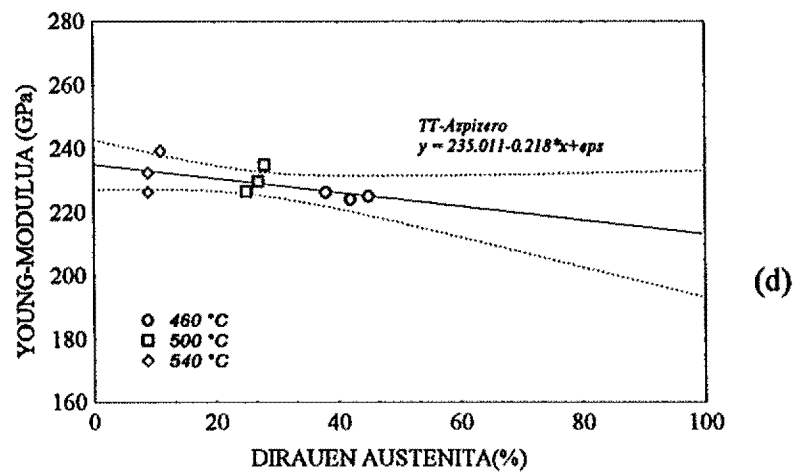
4.26 irudia (jar).-Termikoki tratatutako muestren karga/deformazio adierazpena:
(d) TT-Azpizero (e) TT-A 1140 °C

4.28 irudian gogortasun eta kalkulaturako Young-moduluaren arteko erlazioa irudikatzen da. Grafika bakoitza irakurtzeko modua lerro batez adierazten da. Young-moduloa gogortasuna handitzen doan moduan handitzen da gogortasunak puntu gorena lortu arte (normalean puntu hau austenitaren eraldaketa osoarekin bat dator), eta ondoren mantendu egiten da edo agian zertxo bait handitzen da, gainiraoketen ondorioz gogortasuna jeisten bada ere. Joera hau orokorra da nahiz eta kasu batzuetan puntuen pilaketak alderantzizkoa adieraz dezaken.



4.27 Irudia.- Young-moduluan dirauea austenitak duen eragina:

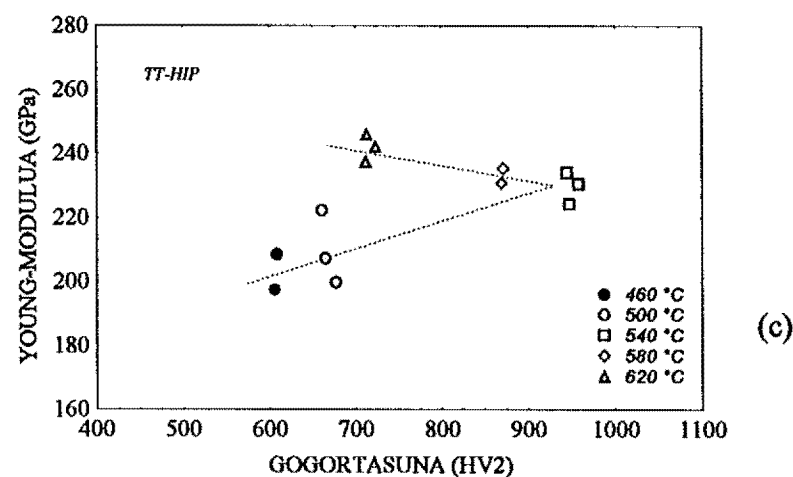
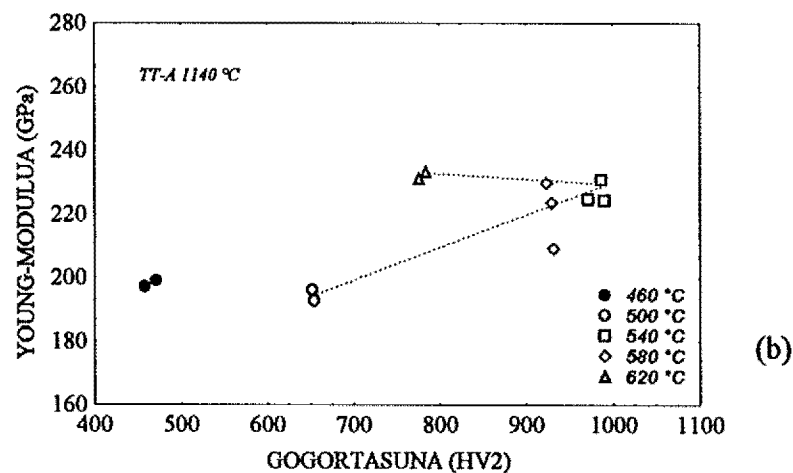
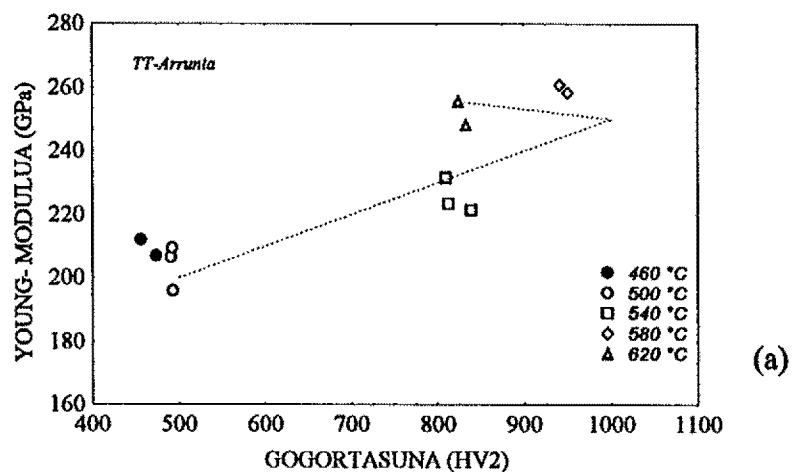
- (a) TT Arrunta
- (b) TT A1140 °C
- (c) TT HIP



4.27 irudia (jar).- Young-moduluan dirauen austenitak duen eragina:

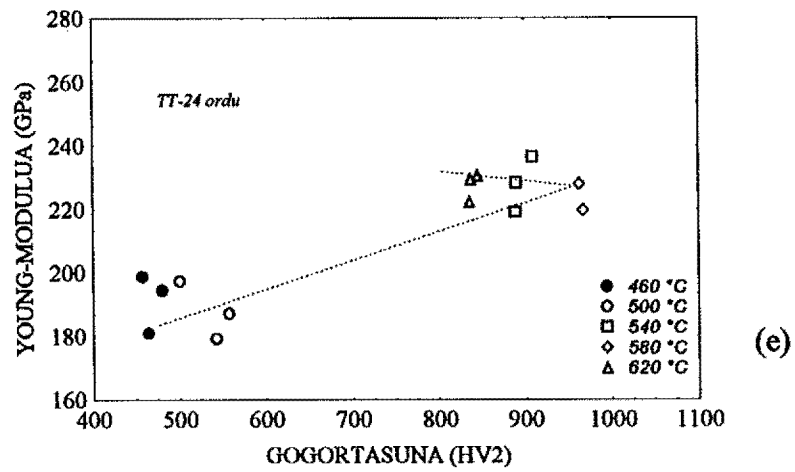
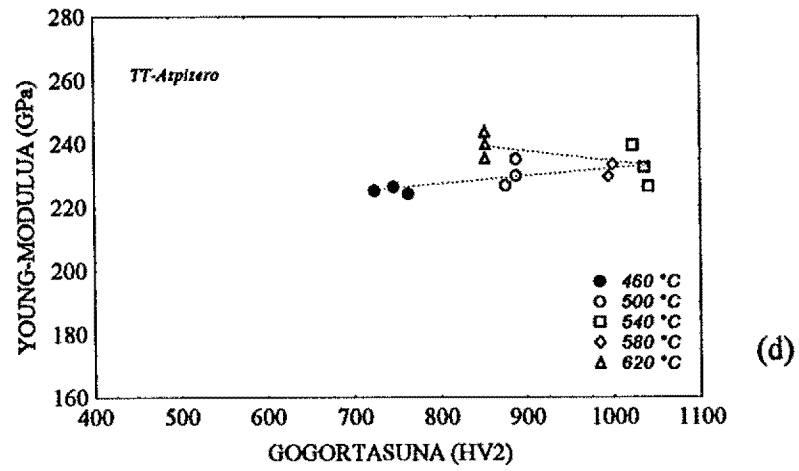
(d) TT Azpizero

(e) TT 24 ordu



4.28 irudia.- Young-moduluan iraoketa ondorengo gogortasunak duen eragina:

- (a) TT-Arrunta
- (b) TT A 1140 °C
- (c) TT HIP



4.28 Irudia (Jar).- Young-moduluan iraoketa ondorengo gogortasunak duen eragina:

(d) TT Azpizero

(e) TT 24 ordu

4.5.3. Makurduran elastikotasun mugan tentsioa

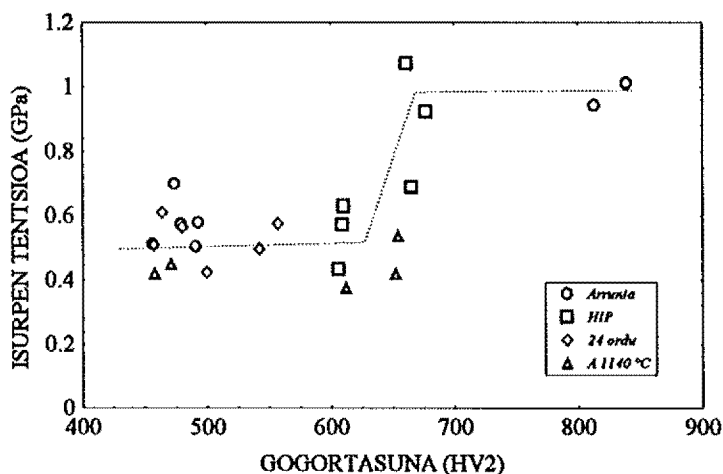
Elastikotasun mugan tentsioa edo isurpen tentsioa 2.13 ekuazioa erabiliz kalkulatu da.

$$\sigma_y = \frac{3 \cdot L \cdot A}{B \cdot W^2} \quad (2.13)$$

eta elastikotasun mugan deformazioa edo isurpen deformazioa, tentsioa Young-moduluaz zatituz lortzen da. Young-modulua 2.14 ekuazioz lortzen da.

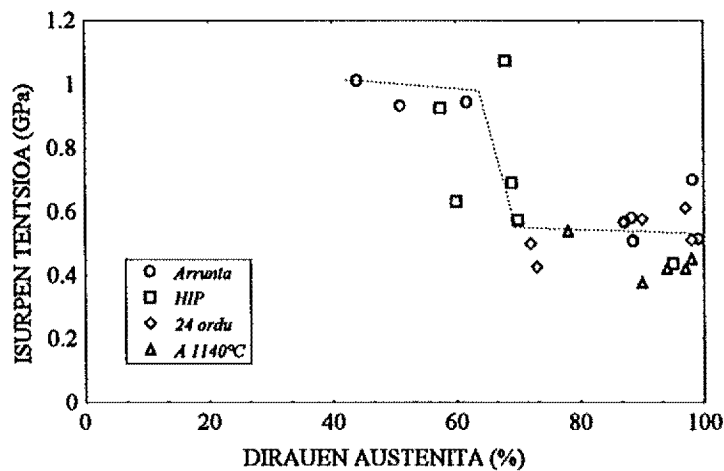
$$E = \frac{L \cdot A \cdot [3 \cdot (A + C)^2 - A^2]}{B \cdot W^3 \cdot z} \quad (2.14)$$

Isurpen tentsioa gogortasun gorenaren iraoketa tenperaturaren azpitik iraotutako probetatan kalkulatu da, tenperatura honetan edo altuagotan haustura guztik hauskorra eta plastizitaterik gabea izan delako. Kasu guztietan, azpizero tratamenduan ezik, gutxienez iraoketa tenperatura batean lortutako barrek plastizitatea erakutsi dute.



4.29 irudia.- Isurpen tentsioa eta gogortasunaren arteko erlazioa (puntu guztiak gogortasun gorena lortu aurrekoak dira)

Bakoitza ber aldetik jarriko bagenu, lortutako balioek ezer gutxi esango balute ere, denak elkarrekin irudikatzen badira (4.29 irudia) bi maila ezberdinetan banatuak daudela agertzen da: lehenengo maila 600÷650 HV2 gogortasun balioen artekoa da eta 0.4÷0.6 GPa arteko isurpen balioa azaltzen du, eta bigarren



4.30 irudia.- Isurpen tentsioa eta dirauen austenitaren arteko erlazioa (puntu guztiak gogortasun gorena lortu aurrekoak dira)

dirauen austenitak eta gogortasunak, gogortasun gorenaren azpiko balioentzat duten erlazio linealarekin bat dator. Isurpen deformazioak kasu guztietan % 0.2÷0.6 arteko balioak hartzen ditu

maila 700 HV2 gogortasun baliotik gorakoentzat azaltzen da eta isurpen tentsioak 1.0 GPa inguruko balioak erakusten ditu. Bi mailatan banatze hau isurketa tentsioa dirauen austenitarekiko duen erlazioan ere ikusten da (4.30 irudia). Bertan batetik besterako aldaketa %70 dirauen austenita kopuruaren inguruan aurkezten da. Hau

4.5.4. Makurdura haustura tentsioa

Makurdura haustura tentsioa (zeharkako haustura tentsioa izenez ere ezagutua) plastikotasuna agertu izan den bakoitzean 2.19 ekuazioa erabiliz kalkulatu izan da:

$$\sigma_f = \sigma_y + H \cdot (\epsilon_f - \epsilon_y) \quad (2.19)$$

Horretarako aurretik H (2.24 akuaziotik) askatu behar da. Deformazioa ere ondorengo ekuazioetatik lortzen da.

$$\rho_f = \frac{\delta^2 + C^2}{2 \cdot \delta} \approx \frac{C^2}{2 \cdot \delta} \quad (2.16)$$

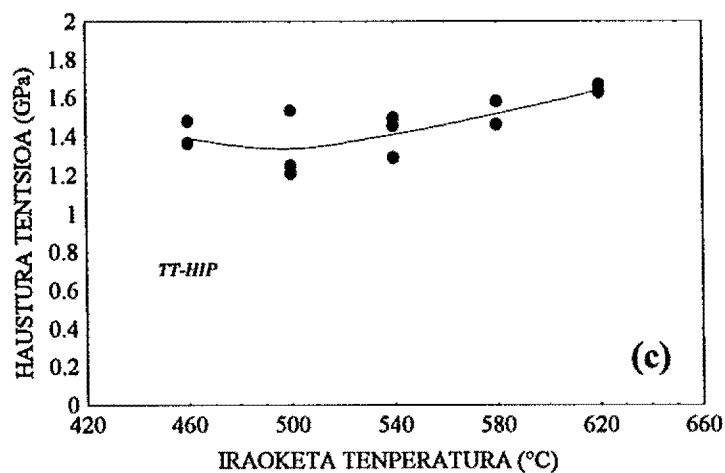
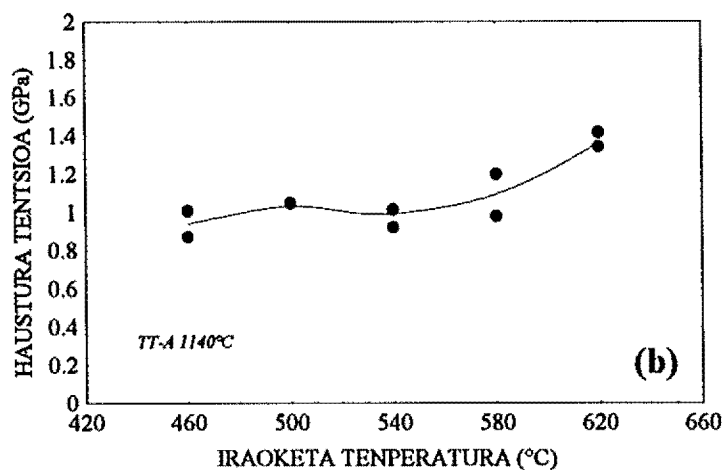
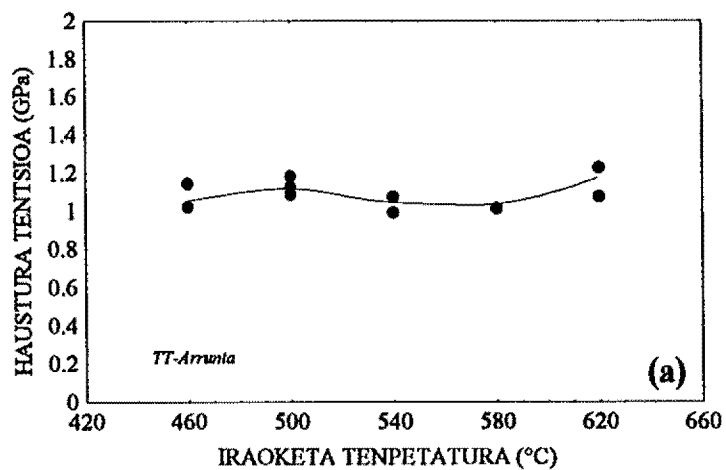
$$\rho_f = \frac{W/2}{\epsilon_f} = \frac{y_f}{\epsilon_y} = \frac{E \cdot y_f}{\sigma_y} \quad (2.25)$$

Plastikotasunik gabe haustutakoetan, haustura tentsioa ohizko makurdura elastikoaren teoriak eskaitzen duen expresioa erabiliz kalkulatu da:

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot L_f \cdot A}{B \cdot W^2} \quad (2.13)$$

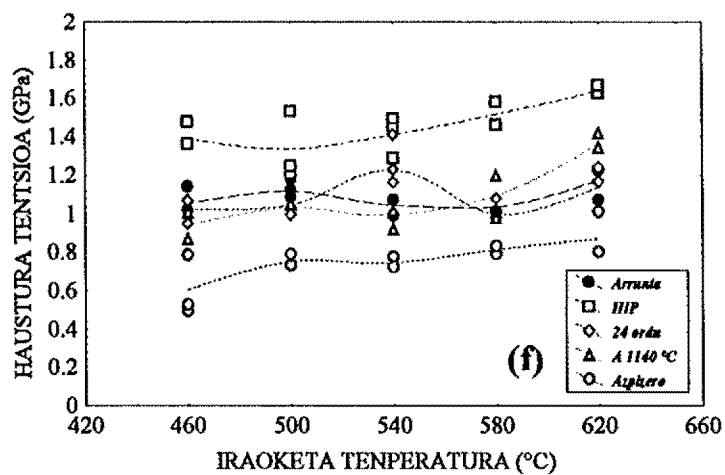
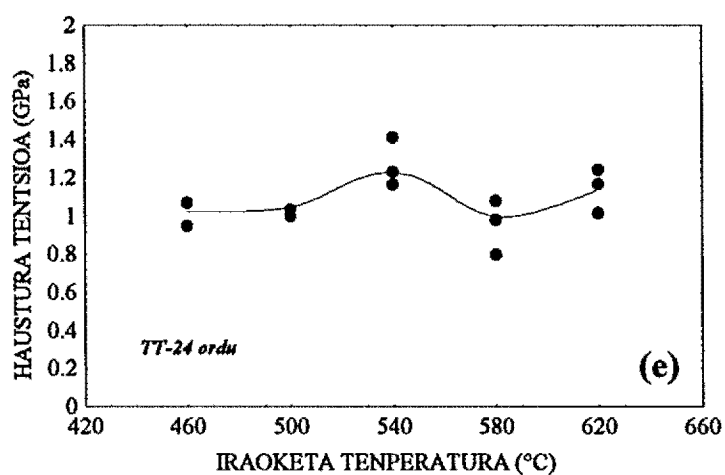
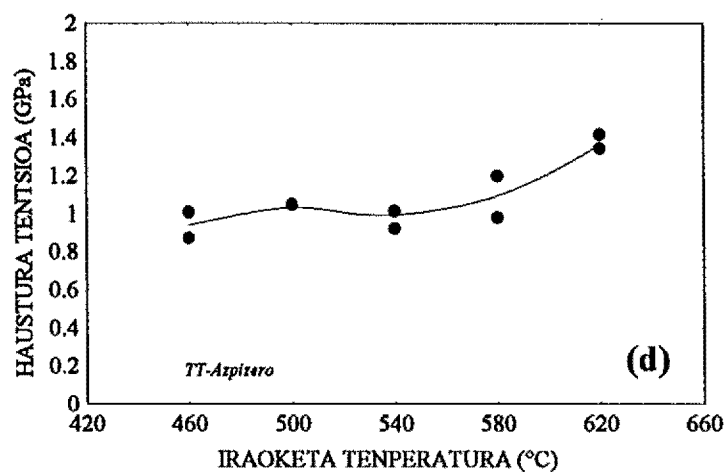
4.31 irudian, iraoketa tenperaturaren funtzioan lortutako emaitzak irudikatzen dira. Tratamendu bakoitzeko lortzen den adierazpena aztertuz joera beti antzekoa dela argi dago: haustura tentsioak gora jotzen du iraoketa tenperaturak gora jotzen duenean (tenperatura baxuetatik hasten bada noski), erdibidean aldiz, hau da, gogortasun gorena lortzen den iraoketa tenperatura baino zerbait lehenago, beheraka egiten du azkenik berriz gora jotzeko. Konparaketa egiten bada, (f) irudia, arrunta, 24 ordu eta A 1140 °C tratamenduek antzeko balioak azaltzen dituzte (0.8÷1.3 GPa), HIP tratamenduak balio altuagoak (1.2÷1.8 GPa) eta azpizero tratamenduak aldiz baxuagoak (0.4÷0.8 GPa).

4.32 irudian haustura tentsioaren balioak dirauen austenita kantitearen balioekiko irudikatzen dira. Lehen aipaturiko erdibideko beherakada ez da ongi ikusten. Dirauen austenitaren balio txikientzat agertzen den sakabanaketak, behin eraldaketa osoa izan denean gainiraoketen ondorioz mikroegiturak pairatzen duen aldaketan aurkitzen du argibidea.



4.31 irudia.- Tratamendu termiko ezberdinentzat iraketa tenperaturak haustura tentsioan duen eragina

- (a) TT Arrunta
- (b) TT A 1140 °C
- (c) TT HIP

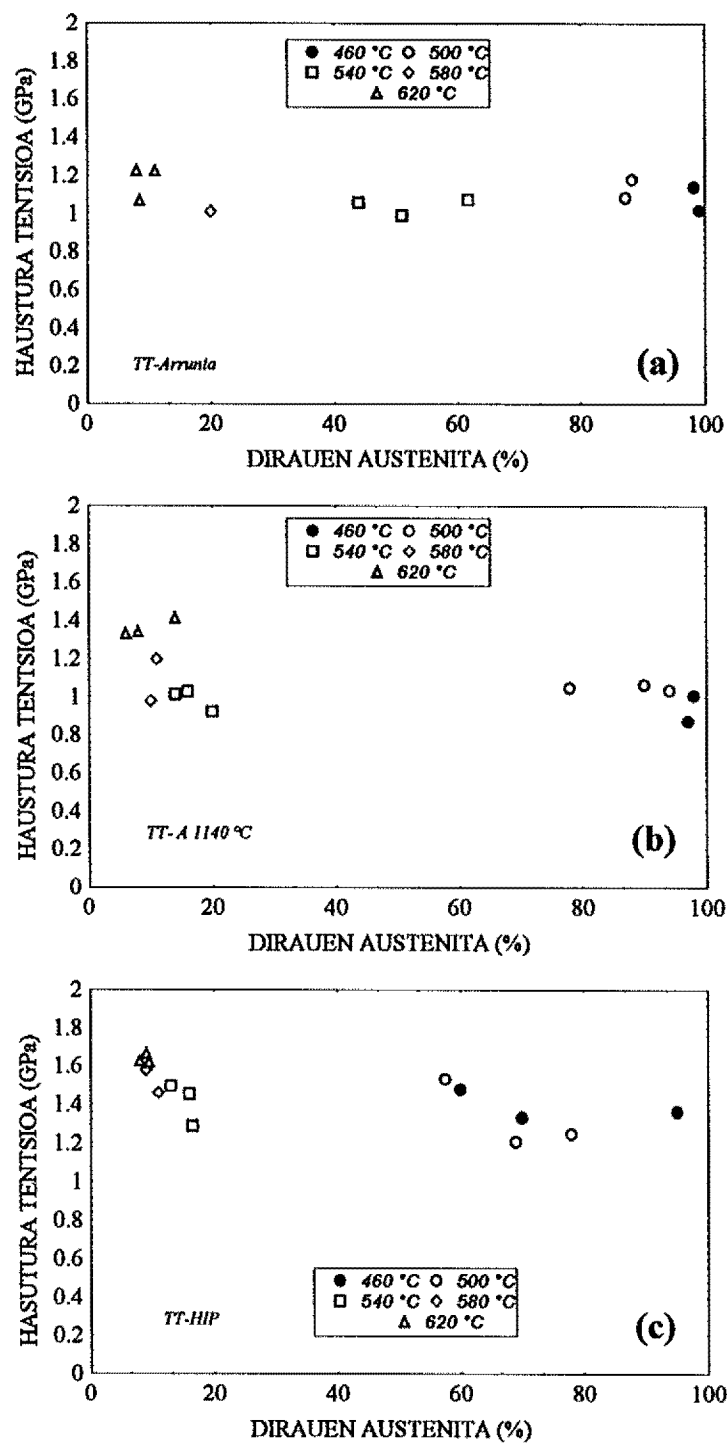


4.31 irudia (jar).- Tratamendu termiko ezberdinentzat iraoketa temperaturak haustura tentsioan duen eragina

(d) TT Azpizero

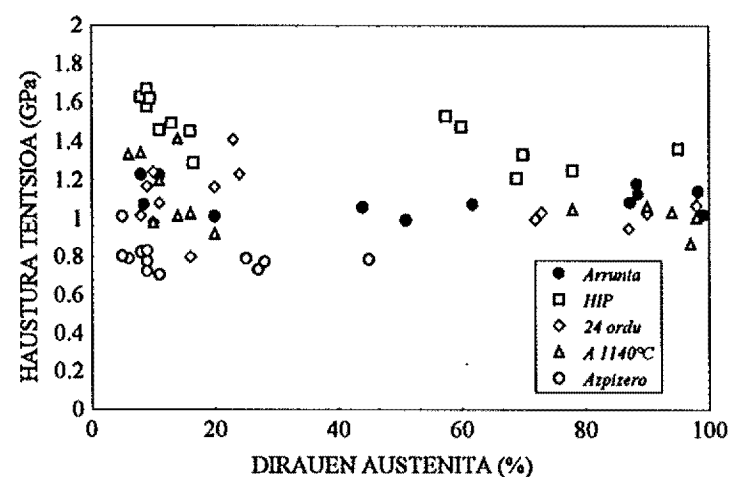
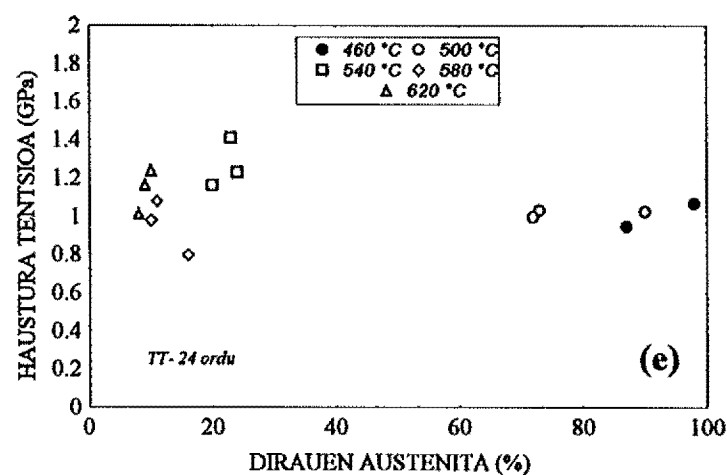
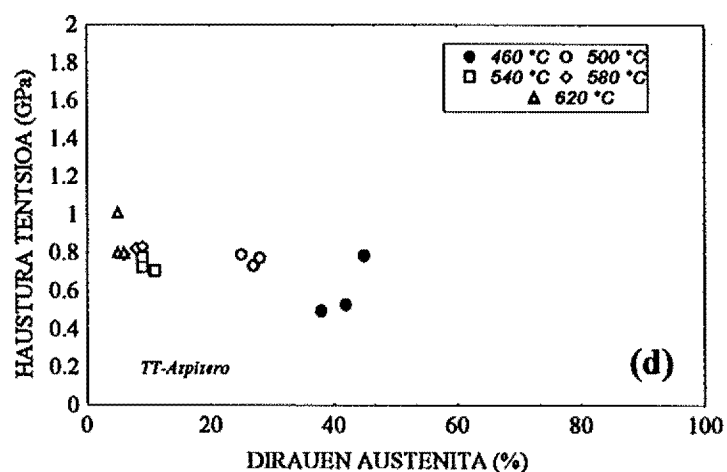
(e) TT 24 ordu

(f) Tratamendu guztiak batera



4.32 irudia.- Tratamendu termiko ezberdinentzat dirauen austenitak haustura tentsioan duen eragina

- (a) TT Arrunta
(b) TT A 1140 °C
(c) TT HIP



4.32 irudla (jar).- Tratamendu termiko ezberdinentzat dirauen austenitak haustura tentsioan duen eragina

(d) TT Azpizero

(e) TT 24 ordu

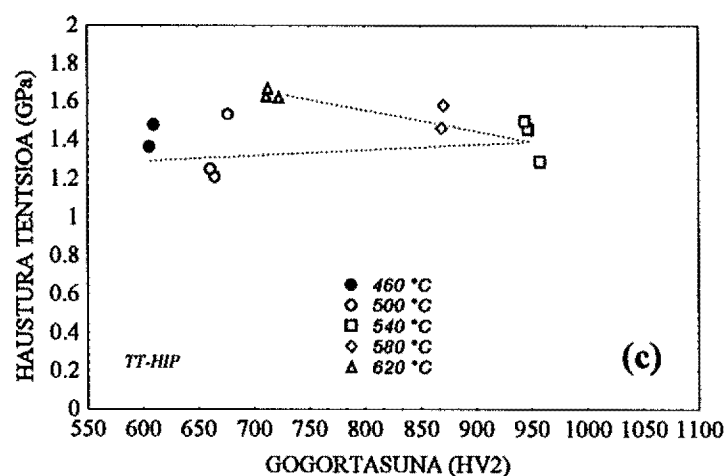
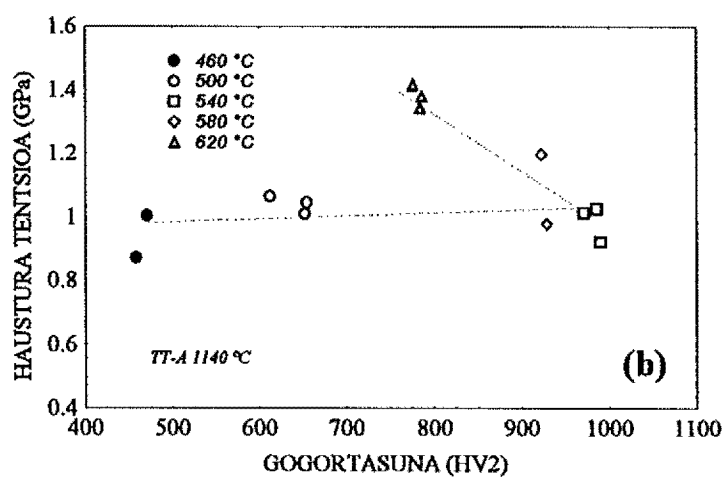
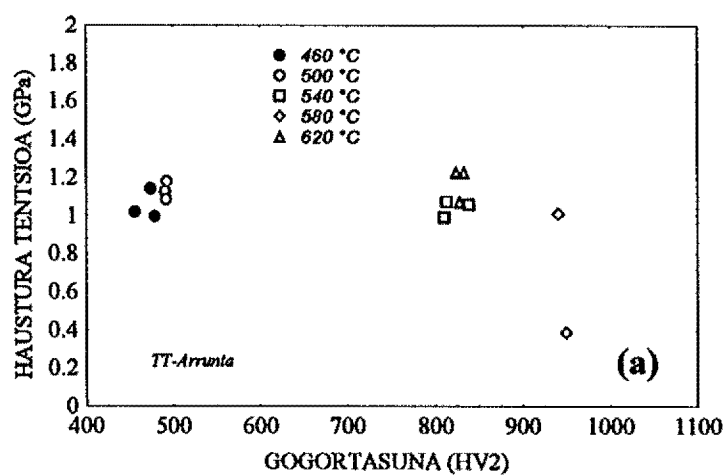
(f) Tratamendu guztiak batera

Propietate honen azken irudikaketa iraoketa ondorengo gogortasun balioekiko egin da. Hau 4.33 irudian azaltzen da. Hasiera batean puntu ezberdinek ez dute zentzu gehiegirik azaltzen. Baina marraztutako lerroak jarraitzen badira antzeko gogortasuna erakusten dutenen artean bereizketa bat egin daiteke: gogortasun gorena azaltzen duen iraoketa tenperatura azpitik iraotutakoak (egitura austenitikoa) eta gainiraotutakoak (egitura martensitikoa). Modu honetan aurretik azaldutako joera berdina ikus daiteke. Hasieran, gogortasun balio gorenaren azpitik, haustura tentsioa balio baten inguruan mantentzen da, ondoren gainiraoketa altuagoa den moduan haustura tentsioak ere gorako joera azaltzen duelarik. Guztietatik efektu hau hobekien azaltzen duena, A1140°C tratamenduaz lortutako emaitzen irudia da (b), nahiz eta orokorrean ere ikusgarria den.

4.5.5. Haustura gainazalen azterketa

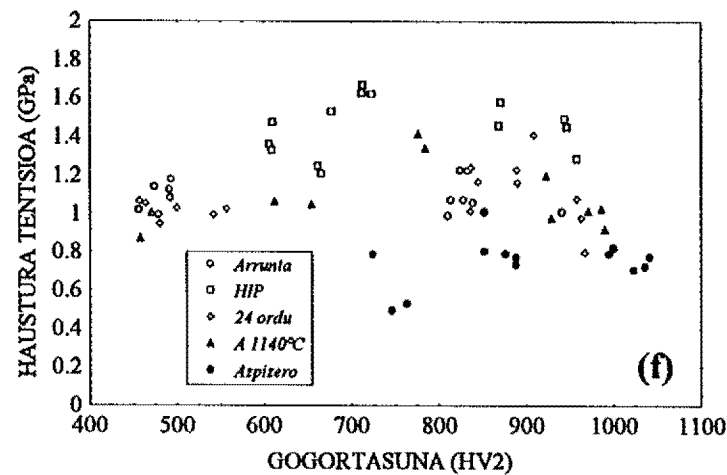
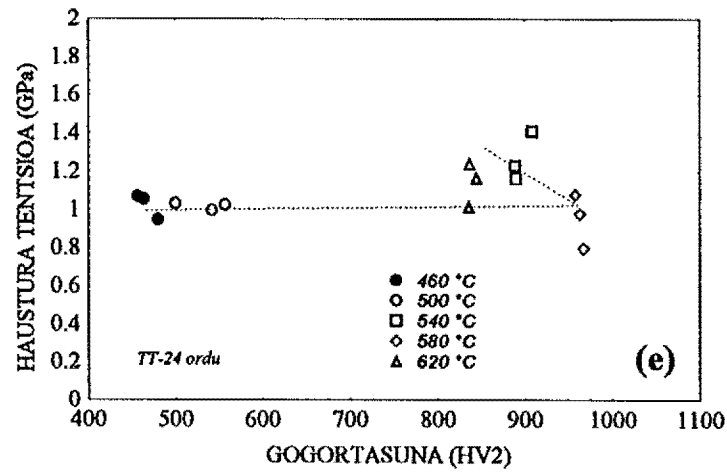
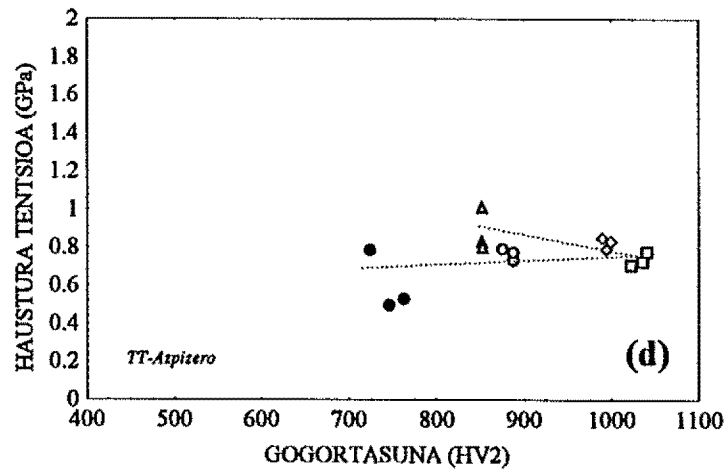
4.34 eta 4.39 arteko irudietan iraoketa tenperatura baxuenean eta gorenean lortutako hausturen mikroargazkiak aurkezten dira, arrunta, HIP eta azpizero tratamenduentzat hurrenez hurren. 24 ordu eta A 1140 °C tratamenduentzat lortutakoak, arruntarekin lortutako hausturen berdinak izan dira eta horregatik ez dira denak erakusten.

Arrunta tratamenduarako (4.34 eta 4.35 irudiak) bi argazkiek aurkezten duten egituren arteko ezberdintasunak argiak dira. 460 °C-tan iraotutakoan, M₆C karburoak eta MX karbonitruoak (batez ere azken hauek) osoak edo beraiek utzitako hutsuneak askotan aurkitzen dira, horien inguruan mikroplastizitatearen aztarnak ikus daitezkelarik. Haustura gainazalean zulo ugari ikusten da ale-tarteko hausturaren itxura erakutsiz. 620 °C-tan iraotutakoak azaltzen duen mikroegituran aldiz (4.35 irudia), karburo osoak edo beraiek utzitako zuloak oso gutxi dira (agertzen direnak MX motako karbonitruoak dira), eta gehienak guztiz puskatuak agertzen dira. Bai karburoetan eta baita matrizean



4.33 irudia.- Tratamendu termiko ezberdinentzat gogortasunak haustura tentsioan duen eragina

- (a) TT Arrunta
- (b) TT A 1140 °C
- (c) TT HIP



4.33 irudia (jar).- Tratamendu termiko ezberdinentzat gogortasunak haustura tentsioan duen eragina

(d) TT Azpizero

(e) TT 24 ordu

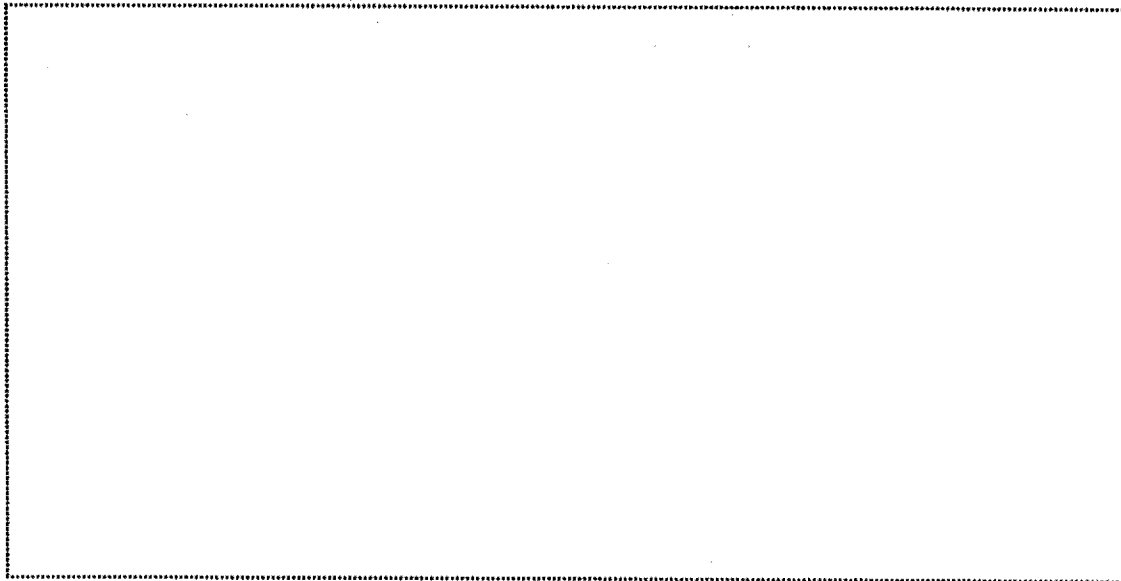
(f) Tratamendu guztiak batera

ere, zenbait fazeta ikus daitezke. Haustura askoz lauagoa da, ale-zeharkako hausturaren itxura erakutsiz.

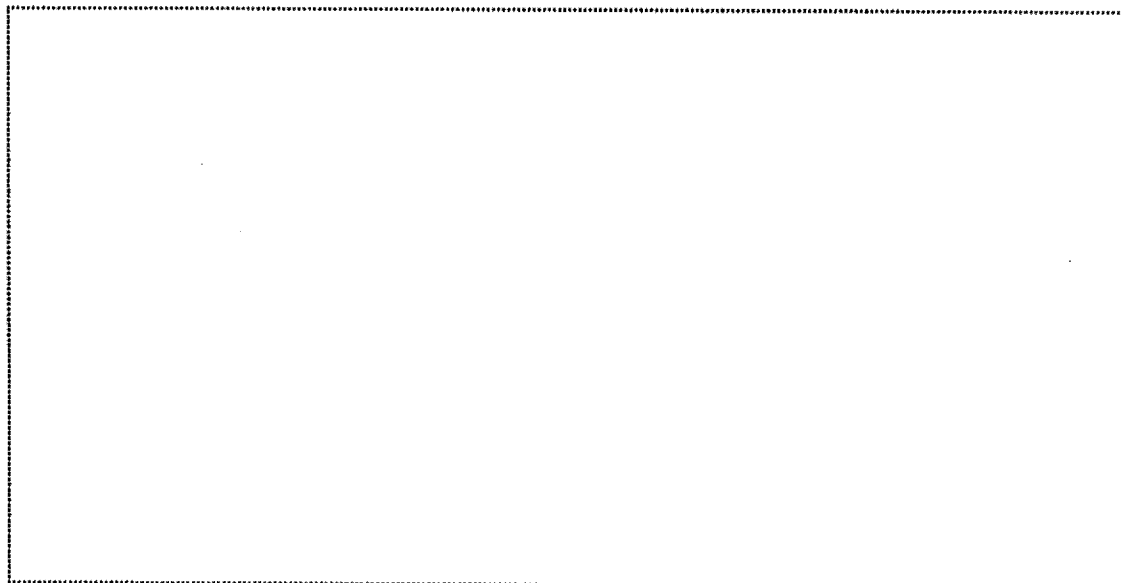
Efektu bera, HIP (4.36 eta 4.37 irudiak) eta azpizero (4.38 eta 4.39 irudiak) tratamenduetarako errepikatzen da, nahiz hain argia ez den dirauen austenita kopuruen arteko ezberdintasuna txikiagoa delako: 75/9 eta 40/6 hurrenez hurren.

Hausturaren jatorria, trakzio gainazalren edo handik gertu mikroegituran akats nabaria agertu izan denean aurkitu da. Akats hauek nagusiki hondar porositateaz osaturik daude. Kasu hauetan jatorria bertatik ateratzen diren hedapen lerroei esker aurkitu izan da. 4.40 irudian bi adibide ezberdin azaltzen dira. Ezberdintasuna tratamendu motan (arrunta eta A 1140 °C) eta iraoketa tenperaturan (620 eta 580 °C) aurkitzen da. Bi kasuetan hausturaren jatorria trakzio gainazalean agertzen diren akatsetan aurkitzen da, eta (b) eta (d) argazkitan zehazten den bezala hondar porositatea da bi kasuetan.

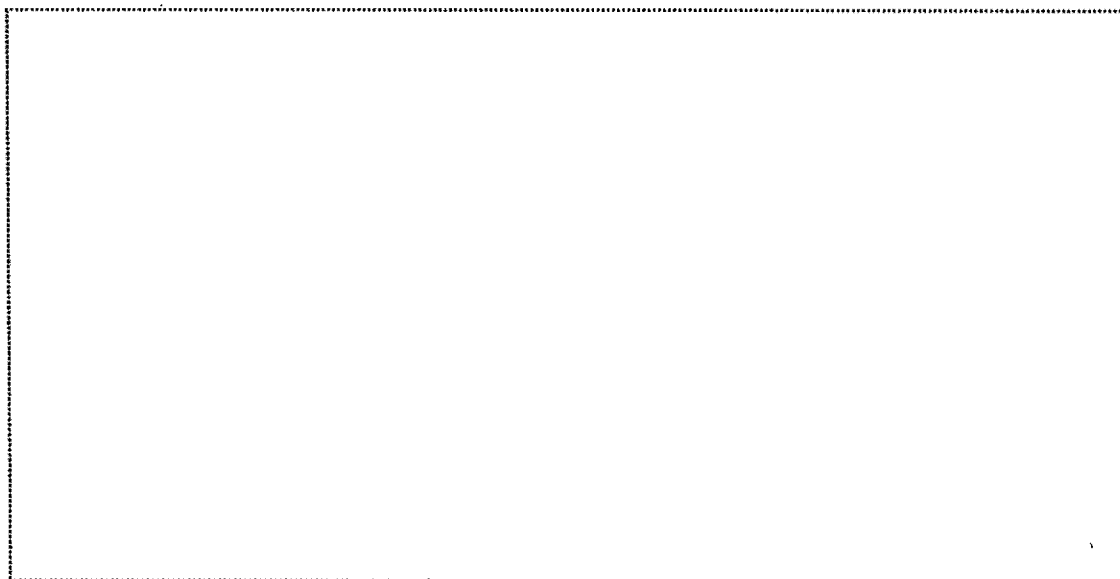
Beste batzuetan akats hau ez da eman (edo gutxienez ez trakzio gainazalean edo honetatik gertu) eta kasu hauetan ezinezkoa izan da jatorria zehaztu ahal izatea. 4.41 irudian horren bi adibide agertzen dira eta bertan ez da hedapen lerrorikikusten inondik inora.



4.34 irudia.- Haustura gainazala. TT Arrunta. Iraoketa temperatura 460 °C.
Gogortasuna 470 HV2. Dirauen austenita %98



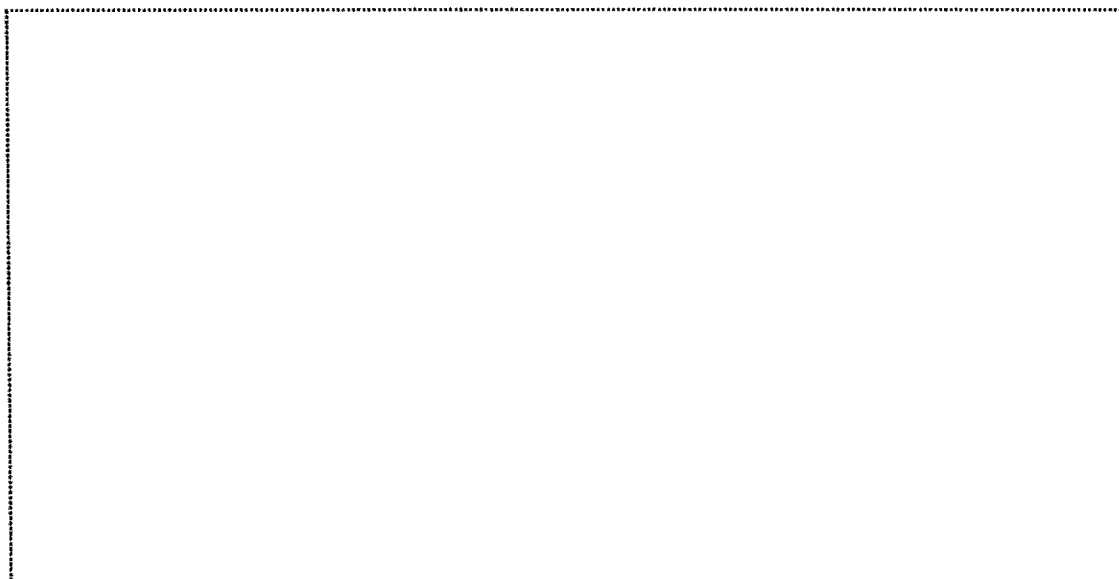
4.35 irudia.- Haustura gainazala. TT Arrunta. Iraoketa temperatura 620 °C.
Gogortasuna 828 HV2. Dirauen austenita %9



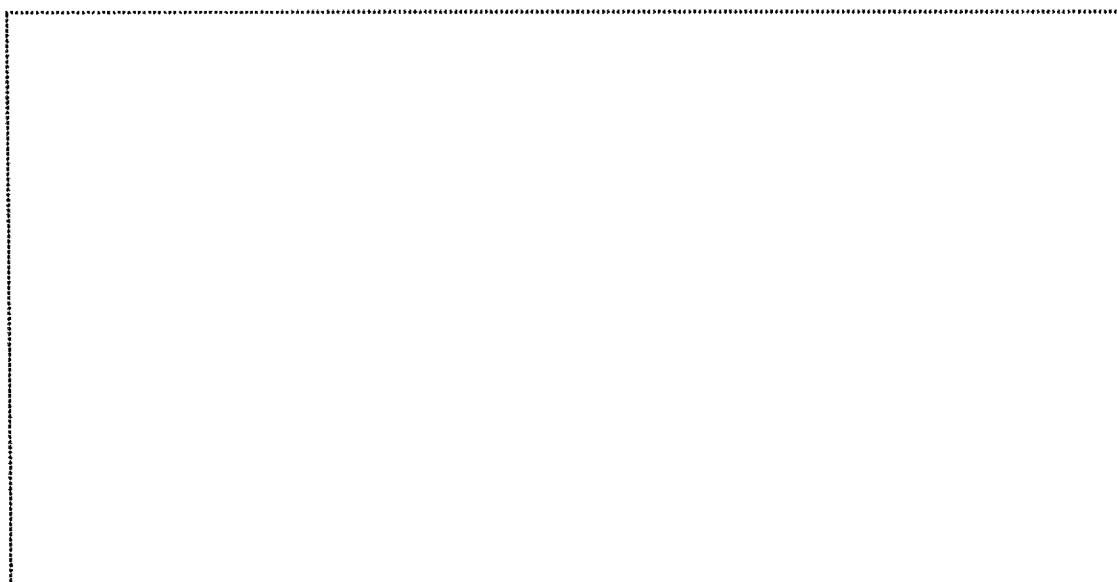
4.36 irudia.- Haustura gainazala. TT HIP. Iraoketa temperatura 460 °C.
Gogortasuna 608 HV2. Dirauen austenita %75



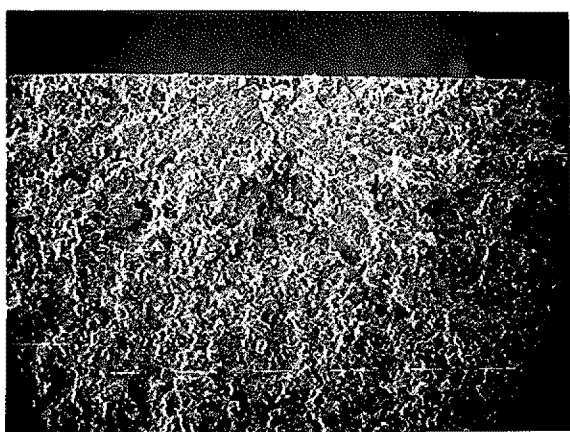
4.37 irudia.- Haustura gainazala. TT HIP. Iraoketa temperatura 620 °C.
Gogortasuna 716 HV2. Dirauen austenita %9



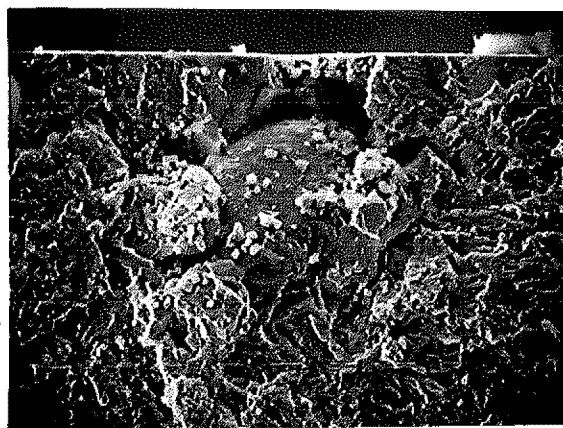
4.38 irudia.- Haustura gainazala. TT Azpizero. Iraoketa temperatura 460 °C.
Gogortasuna 744 HV2. Dirauen austenita %40



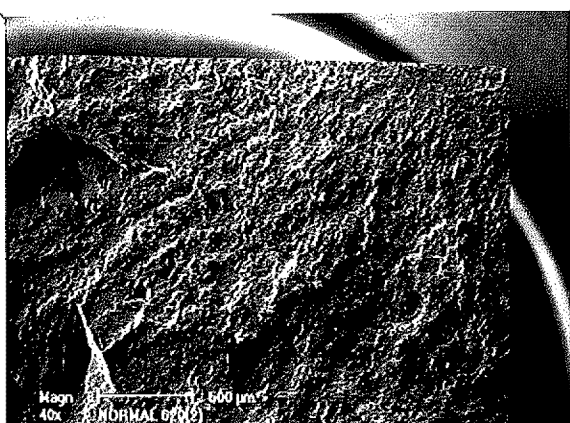
4.39 irudia.- Haustura gainazala. TT Azpizero. Iraoketa temperatura 620 °C.
Gogortasuna 852 HV2. Dirauen austenita %6



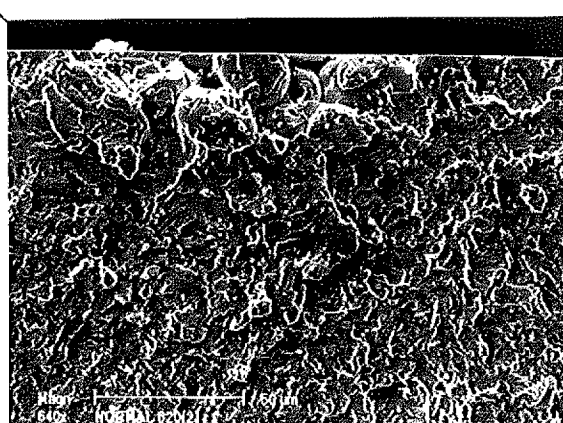
a)

160 μm

b)

25 μm

c)

400 μm

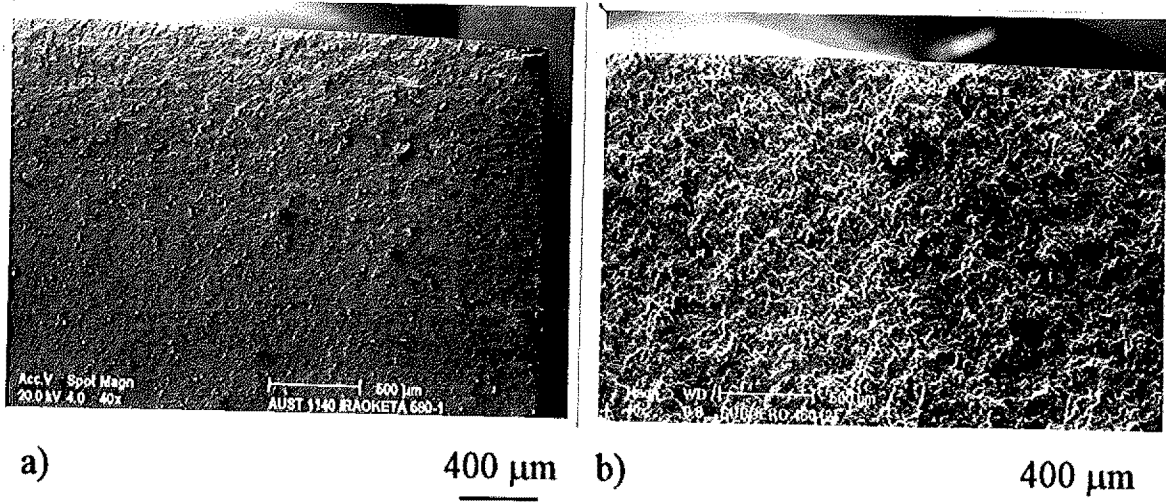
d)

25 μm

4.40 Irudia.- Hausturaren jatorri den hondar porositatea.

(a) y (b) TT Arrunta. Iraoketa temperatura 620 °C. Dirauen austenita %8. Haustura tentsioa 1.23 GPa.

(c) y (d) TT A 1140 °C. Iraoketa temperatura 580 °C. Dirauen austenita %10. Haustura tentsioa 0.98 GPa.



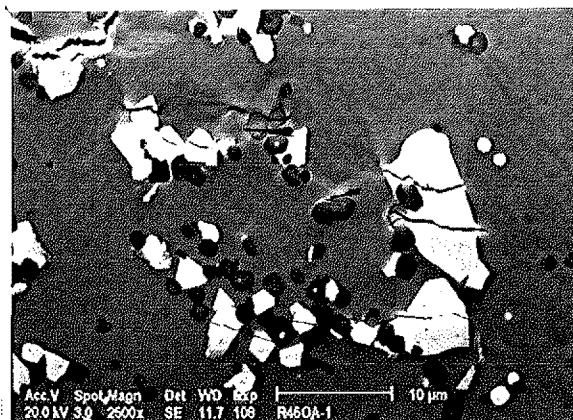
4.41 irudia - Hausturaren jatorria zein den argi ez dagoen probetak

(a) TT Azpizero. Iraoketa temperatura 460 °C. Dirauen austenita %38. Haustura tentsioa 0.50 GPa.

(b) TT A 1140 °C. Iraoketa temperatura 580 °C. Dirauen Austenita %11. Haustura tentsioa 1.19 GPa.

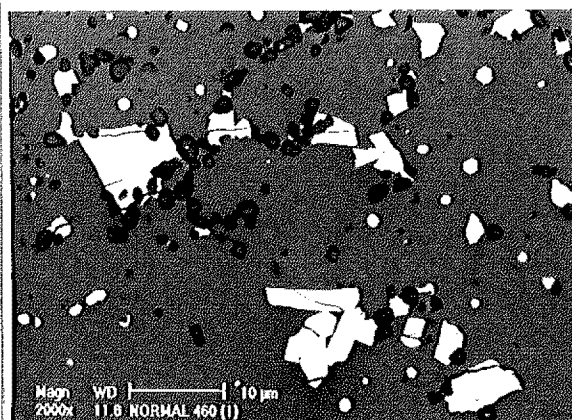
4.5.6. Trakzio gainazalaren azterketa

Haustura nola gertatzen den zehazteko trakzio gainazal denak miatu izan dira, bertan pitzadura eta hauek duten itxura ikusteko asmoz. Pitzadurak, bakarrik, karga/deformazio adierazpenean plastizitatea azaldu dutenetan aurkitu dira. Hau da, dirauen austenita kopurua handia denean hain zuzen. 4.42 irudian tratamendu ezberdina (arrunta eta HIP) duten iraoketa temperatura berdineko (460 °C) bi barren gainazalak erakusten dira. Beraien dirauen austenita kopurua % 98 eta % 95 da hurrenez hurren. Pitzadura kopurua handia da, nagusiki M_6C karburoetan, baina plastizitatearen eraginez guztiz geldituak geratzen dira matrizean.



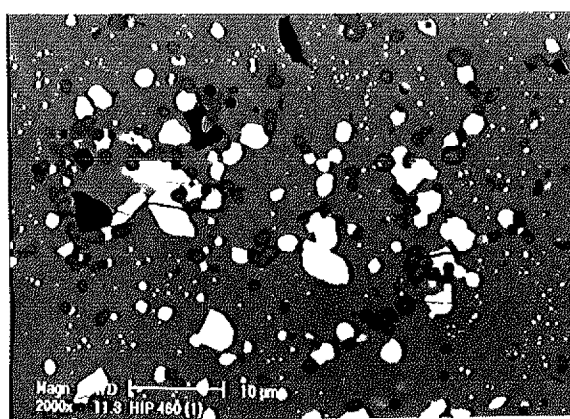
a)

8 µm



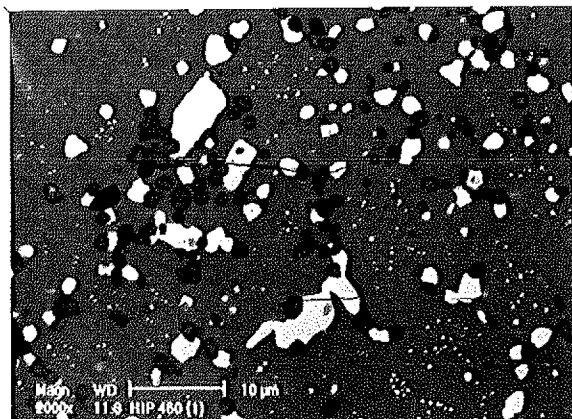
b)

8 µm



c)

8 µm



d)

8 µm

4.42 irudia.- Trakzio gainazaletan aurkitutako pitzadurak

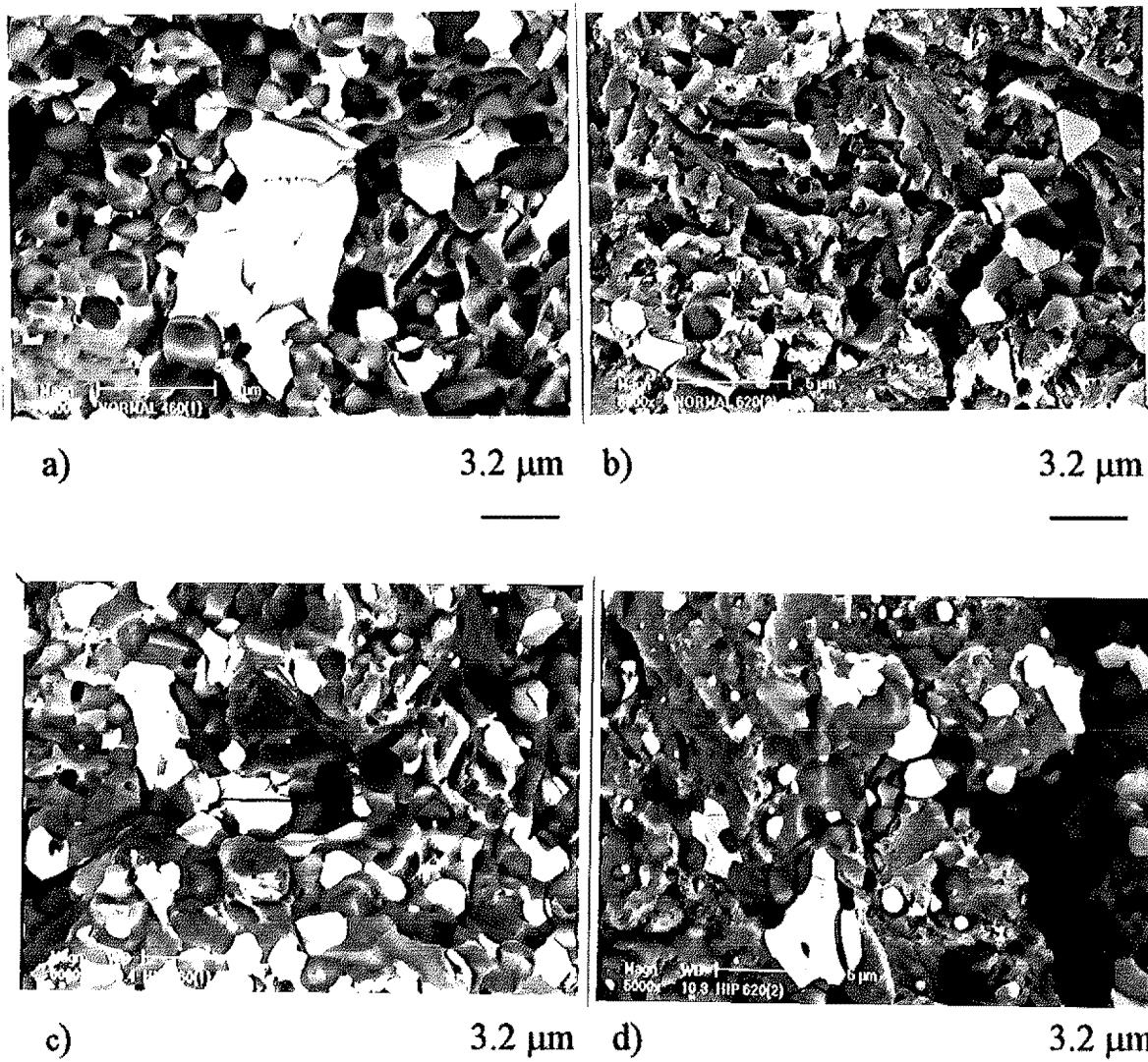
(a) y (b) TT Arrunta. Iraoketa temperatura 460 °C. Dirauen austenita %98. Haustura tentsioa 1.14 GPa.

(c) y (d) TT HIP. Iraoketa temperatura 460 °C. Dirauen austenita %95. Haustura tentsioa 1.36 GPa.

4.43 eta 4.44 irudietan aztertutako zenbait gainazaleen argazkiak aurkezten dira. Lehen aipaturiko hiru tratamenduen haustura gainazaleen zehaztasunak erakusten dira. Kasu bakoitzean dirauen austenita kantitatea goreneco eta iraoketa temperatura gorenean lortutako barren trakzio gainazlen zehaztasunak aurkezten dira. Hau da, baldintzen arabera austenita kopurua ezberdinak eta gogortasun ezberdineko egitura martensitikoak azaltzen dira.

Arrunta tratamenduan, 460 °C-tako iraoketa temperaturan lortutako egituraren mikroargazkian, nahikoa handia den ($5\div 10\text{ }\mu\text{m}$) karburo bat guztiz puskatua ikusten da, baina hau ez da hausturaren jatorria izan. Era berean, karburoen inguruan, batipat karbonituroak, pitzadura txiki batzuk ere ikus daitezke, baina hauek ere matrize austenitikoaren eraginez bere punturen batean geldituak aurkitzen dira. Modu honetan zulo txiki batzuk flortzen dira, beraien ingurutan alderdi plastikoa ere ikus daitekelarik. Iraoketa temperatura 620 °C denean aldiz, haustura askoz lauagoa da, matrize martensitikoak ez ditu pitzadurak gelditzen eta horretaz ez da zulo txikirik gelditzen. Kasu honetan normalean karburoak haustuak aurkitzen dira.

HIP tratamenduan antzeko zerbaite gertatzen da. 460 °C-tako iraoketa tenpraturako egituran, karburoa hautsi eta gero matrizean gelditua eta borobildua dagoen pitzadura ikus daiteke. Lehen aipatu bezala, hemen ere, zulo txiki kopurua nahikoa handia da. 620 °C-tako iraoketa temperaturan lortutako egitura guztiz martensitikoa da eta bertan karburo ezberdin eta matrize alderdi ezberdin haustu dituen pitzadura agertzen da. Baina hau ez da hausturaren jatorria izan, ziurrenik tentsio handiagoko beste puntu batean antzeko bat egongo zelako.



4.43 irudia.- Haustura gainazalen zehaztasunak

(a) TT Arrunta. Iraoketa temperatura 460 °C. Dirauen austenita %98. Haustura tentsioa 1.14 GPa.

(b) TT Arrunta. Iraoketa temperatura 620 °C. Dirauen austenita %8. Haustura tentsioa 1.22 GPa.

(c) TT HIP. Iraoketa temperatura 460 °C. Dirauen austenita %95. Haustura tentsioa 1.36 GPa.

(d) TT HIP. Iraoketa temperatura 620 °C. Dirauen austenita %9. Haustura tentsioa 1.67 GPa.

Azpizero tratamenduaren kasurako, hiru mikroargazki aurkezten dira. Horietatik lehenengoan, iraoketa tenperatura 460 °C-takoa, lehen mailako karburoen hauskortasuna argi azaltzen da, agertzen diren ia guztiak modu batera edo bestera haustuak baitaude. Nahiz pitzadura ezberdinen artean bateren bat matrizean gelditua aurkitzen den, martensita kopurua lehengo kasuetan baino handiagoa denez, beste batzuk matrizean zehar hedatzen dira. (B) eta (c) argazkietan iraoketa 620 °C-takoa izan denean haustura gainazala azaltzen da. Batipat (c) argazkian karburo batean pitzadura eta ondorengo haustura ere ikusten da, eta era berean pitzadura horrek matrizean izan duen hedapena ere argi ikusten da.

4.6. ZAILTASUNA

Zailtasuna gogortasun gorena aurkeztu duen tratamendua erabiliz tratatutako muestra ezberdinetan neurtu da. Hau da, azpizero tratamendua hain zuzen. 4.10 taulan lortutako zailtasun balioak aurkezten dira.

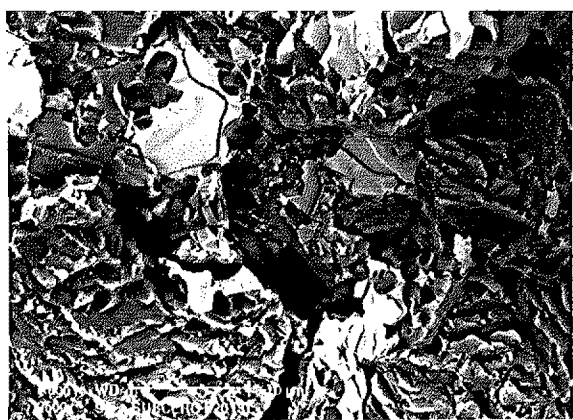
4.10 taula.- Azpizero tratatutakoentzat, gogortasuna, dirauen austenita, geometri faktora eta zailtasuna

IRAOKETA TENPERATURA	GOGORTASUNA	DIRAUEN AUSTENITA	$f(a/W)$	K_{Ic}
460	671	50	$1.64 \cdot 10^{-2}$	16.4
500	857	34	$1.53 \cdot 10^{-2}$	14.9
540	1015	13	$1.56 \cdot 10^{-2}$	10.2
580	998	6	$1.65 \cdot 10^{-2}$	12.0
620	894	6	$1.58 \cdot 10^{-2}$	13.0



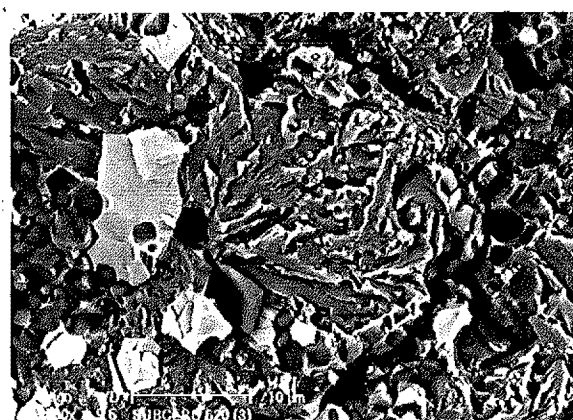
a)

8 μm



c)

6.5 μm



d)

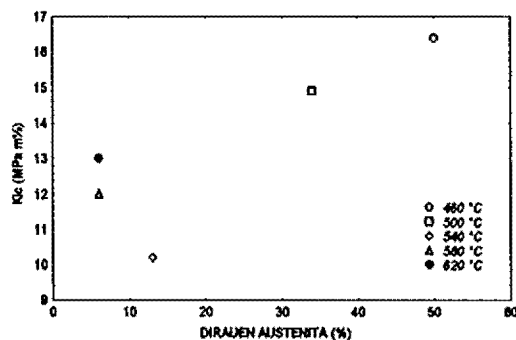
6.5 μm

4.44 irudia.- Haustura gainazalen zehaztasunak

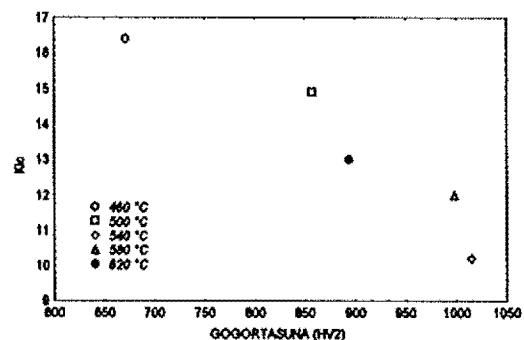
(a) TT Azpizero Iraoketa temperatura 460 °C. Dirauen austenita %38. Haustura tentsioa 0.49 GPa.

(b) y (c) TT Azpizero. Iraoketa temperatura 620 °C. Dirauen Austenita %7. Haustura tentsioa 0.80 GPa.

4.45 irudian dirauen austenita eta neurtutako zailtasun balioen arteko erlazioa aurkezten da. Era berean, 4.46 irudian zailtasuna eta gogortasuna jartzen dira aurrez-aurre. Lehen aipatu den bezala, dirauen austenita kantitatearen eragina gogortasun gorena edo eraldaketa osoa gertatzen deneraino ikus daiteke. Modu honetan austenita kopurua urriagoa den moduan zailtasunak ere behera jotzen du. Grafikan gainiraotutako puntuak jarri dira, zailtasunak gorako duen joera ere azaltzeko. Gogortasunari dagokion grafikan joera bera ikus daiteke, behar bada zailtasunaren balioek beheraka duten malda gorantz dutena baino handiagoa izan daitekerik.



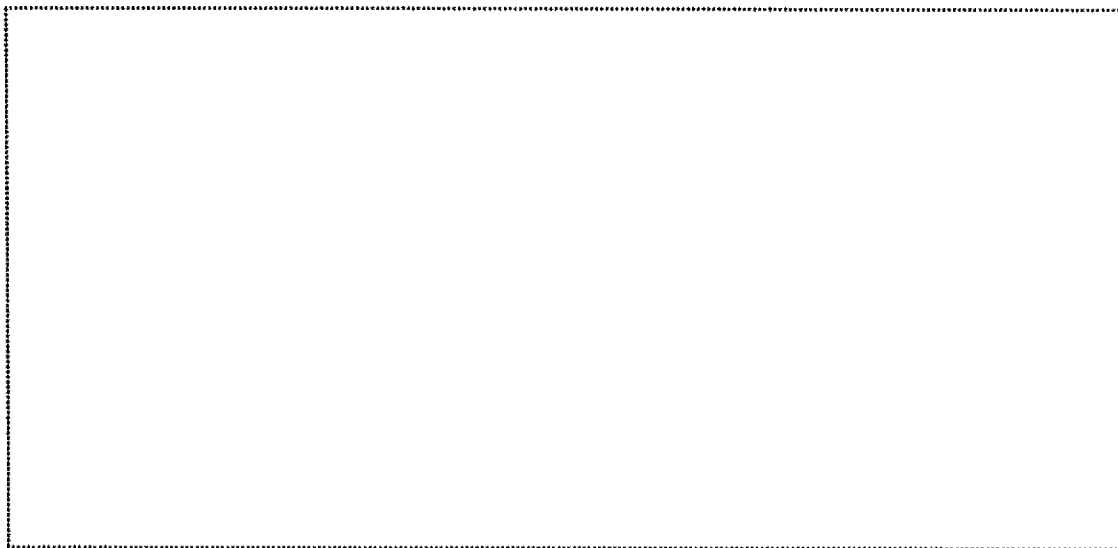
4.45 irudia.- Altzairuaren zailtasunean dirauen austenitak duen eragina



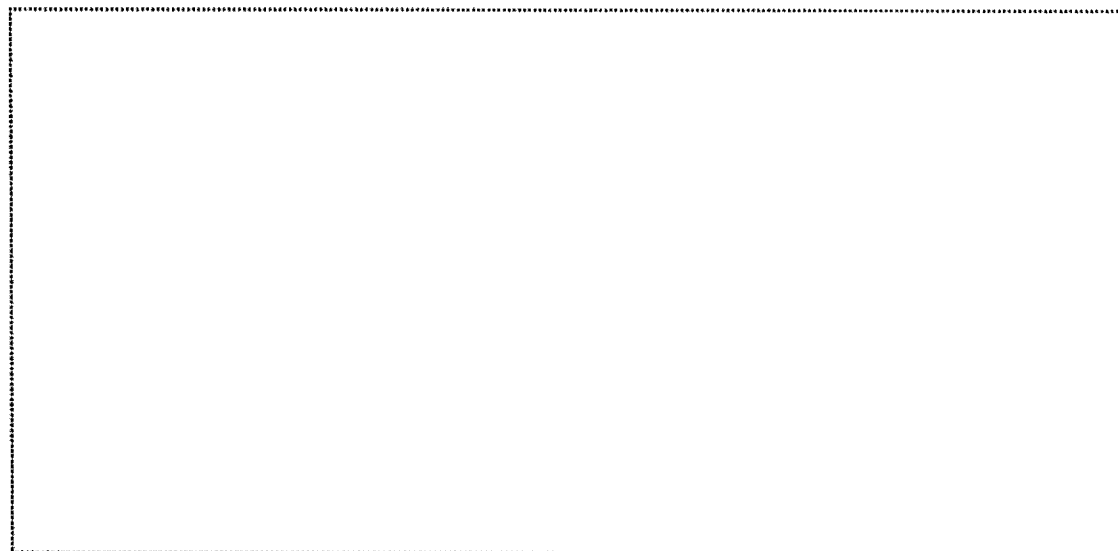
4.46 irudia.- Altzairuaren zailtasunean gogortasunak duen eragina

4.6.1. Hausturen azterketa

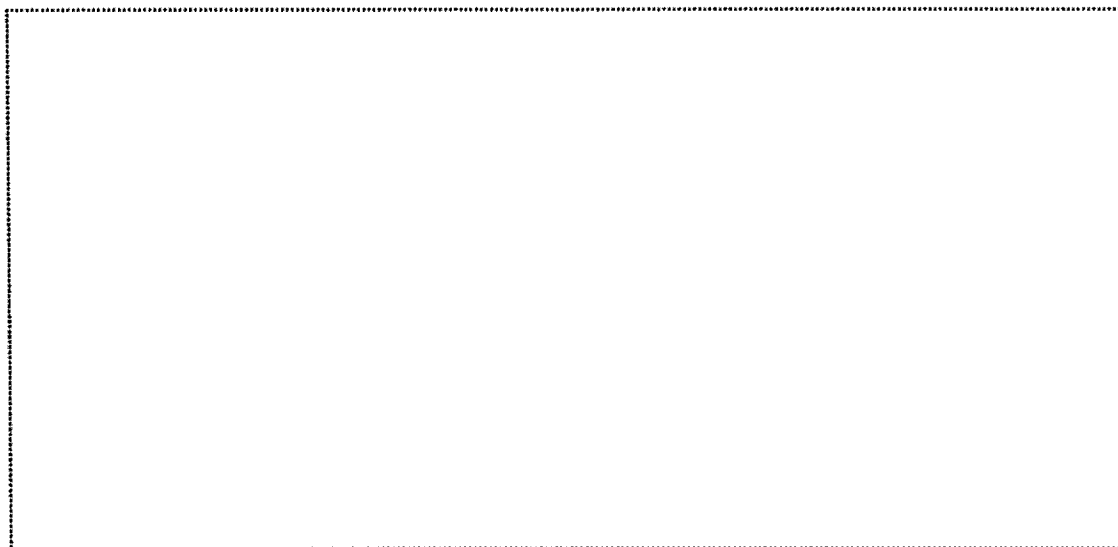
4.47 - 4.50 bitarteko irudietan, zailtasuna neurtu den probetetan, lehenik pitzatutako eta ondoren haustutako gainazalen mikroegituren argazkiak erakusten dira. Argazkiak 460 eta 540 °C-tan iraotutakoen probetatakoak dira. Azpimarragarriena zera da: kasu honetan ere, lehen agertu den moduan mikroegiturek izaera berdina dute: dirauen austenita kopurua txikiagoa denean mikroegitura lauagoa da, eta era berean zulo txikien kantitatea ere txikiagoa da.



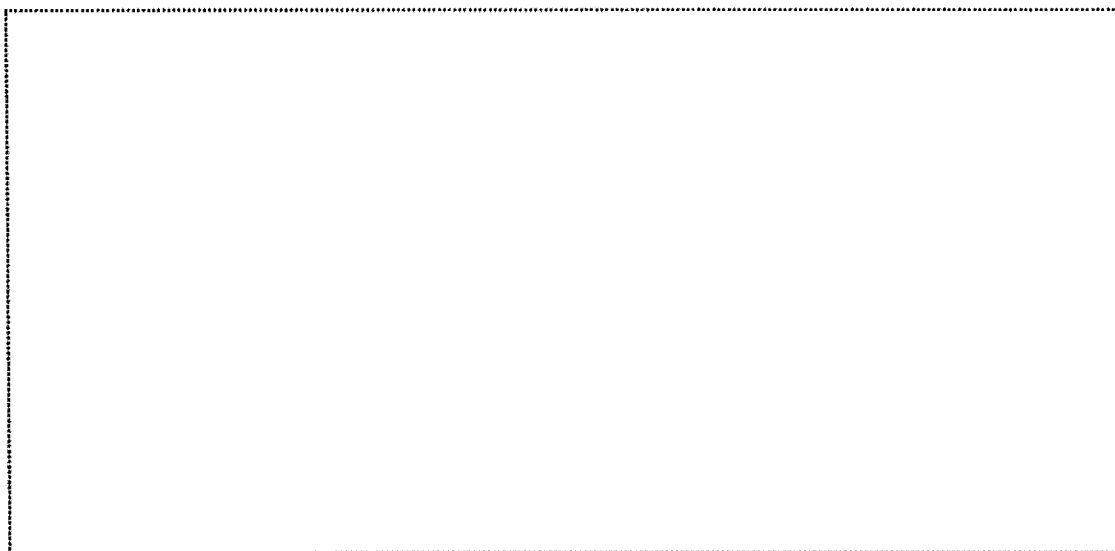
4.47 irudia.- Nekatutako aldeko gainazala. TT Azpizero. Iraoketa temperatura 460 °C. Gogortasuna 671 HV2. Dirauen austenita %50. Zailtasuna 16.4 MPa·m^{1/2}



4.48 Irudia.- Haustura aldeko gainazal. TT Azpizero. Iraoketa temperatura 460 °C. Gogortasuna 671 HV2. Dirauen austenita %50. Zailtasuna 16.4 MPa·m^{1/2}

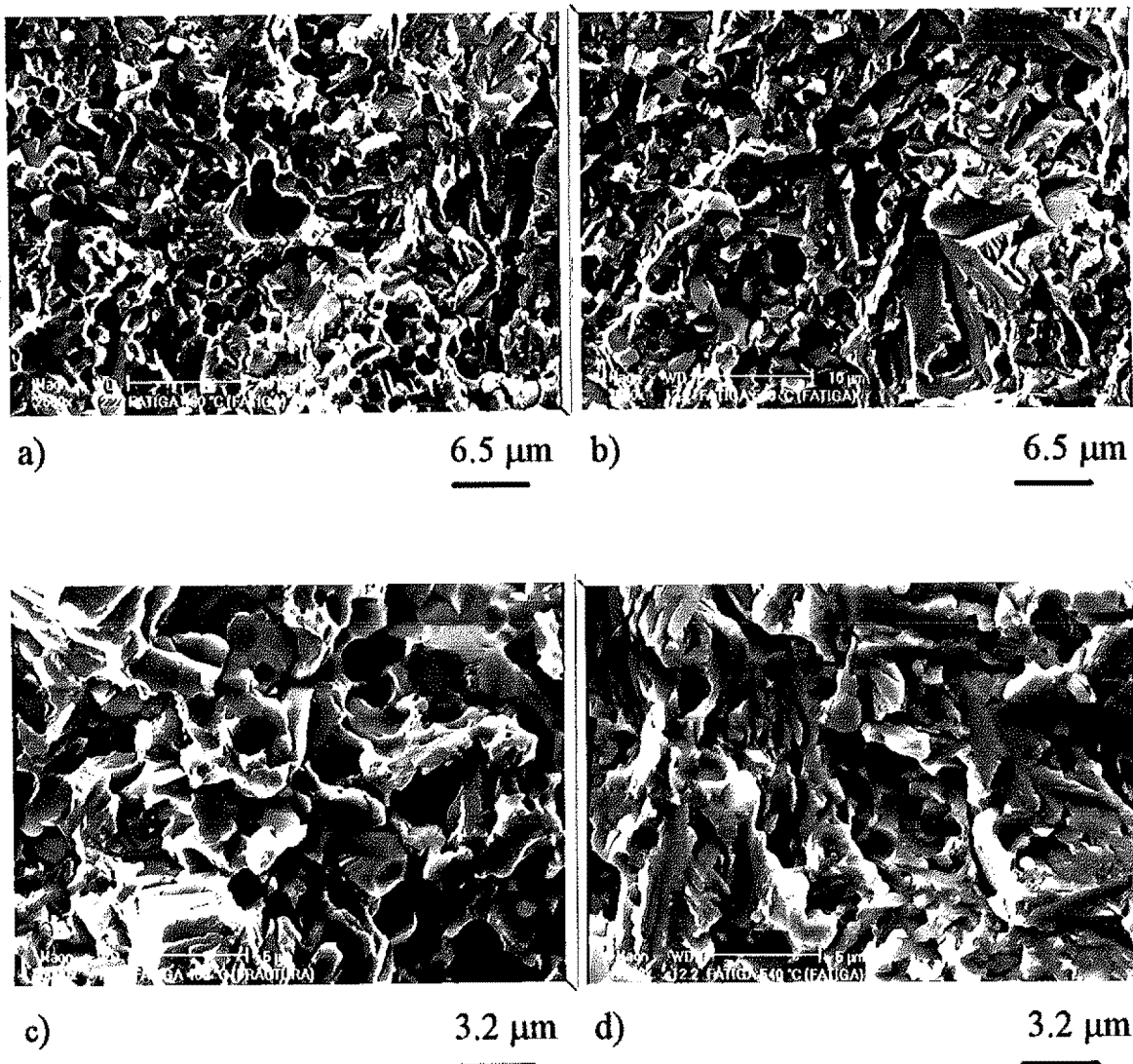


4.49 Irudia.- Nekatutako aldeko gainazala. TT Azpizero. Iraoketa temperatura 540 °C. Gogortasuna 1015 HV2. Dirauen austenita %13. Zailtasuna 10.2 MPa·m^{1/2}



4.50 Irudia.- Haustura aldeko gainazal. TT Azpizero. Iraoketa temperatura 540 °C. Gogortasuna 1015 HV2. Dirauen austenita %13. Zailtasuna 10.2 MPa·m^{1/2}

4.51 irudian lehengo mikroegituren zehaztasunak agertzen dira. Bertan austenitiko-martensitiko eta guztiz martensitiko egiturek azaldutako ezberdintasunak hobeto ikusten dira.



4.51 irudia.- Haustura gainazaletako zehaztasunak

(a) Nekadura aldea eta (c) Haustura aldea. TT Azpizero. Iraoketa temperatura 460 °C. Gogortasuna 671 HV2. Dirauen austenita %50. Zailtasuna 16.4 MPa·m^{1/2}

(b) nekadura aldea eta (d) hasustura aldea. TT Azpizero. Iraoketa temperatura 540 °C. Gogortasuna 1015 HV2. Dirauen austenita 13%. Zailtasuna 10.2 MPa·m^{1/2}

5. EZTABAIDA

5.1. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA	5.1
5.2. SINTERIZAZIOA	5.7
5.3. TRATAMENDU TERMIKOAK.....	5.19
5.4. DIRAUEEN AUSTENITAREN NEURKETA.....	5.21
5.5. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA ENTSAILUAK.....	5.23

5. EZTABAIDA

5.1. INJEKZIOZKO MOLDEAKETA

Injekziozko moldeaketari buruz eginiko lanaren inguruan egingo den eztabaida ez da ohizko eztabaida izaten den modukoa. Egia esan, zati honetan experimentazioa zabalago eta zehatzago azalduko da. Lehenik teknika berri honen egoera orokorra eta aurkeztu dituen zailtasunak aztertuko dira, ondoren txirringorren eraketan erabili den lotzaile organikoaren aukeraren zergatia argitzeko. Era berean pareta meheko ontziak egiteko erabili den lotzaile ezberdinaren inguruan ager daitezken zergati batzuk ere argituko dira.

5.1.1. Erreminta altzairu lasterren injekziozko moldeaketaren egoera

Injekziozko moldeaketaren inguruan altzairu lasterrekin oso lan gutxi egin da. Honi buruz, bilduma bibliografikoan esan bezala, aipamen bakarra aurkitu da. Bertan partikula tamaina handiko uretan atomizatutako hautsekin lan egitenzen. Pease III-k

[33] uretan atomizatutako erreminta-altzairu lasterren hauts lodiak injetatzeko posibilitateaz hitzegiten du. Bere lana bi altzairu mota ezberdinekin egin zen, T15 eta M2, eta beraien partikula tamaina 100 mesh ($\approx 140 \mu\text{m}$). Ez du bertan erabilitako lotzaile mota eta kantitaei buruzko aipamen berezirik egiten. Injekzioa posible suertatu bazitzaien ere, ondorengo sinterizazioa ezinezkoa gertatu zitzaien, trinkadura presio baxuak, 80 MPa ingurukoa, konpaktoak “berde” egoeran porositate gehigirekin uzten baitzituen ondorengo sinterizazioan ixtea ezinezkoa zelarik.

Gauzak horrela, erreminta-altzairu lasterren injekziozko moldeaketa egin ahal izateko, beste ikertzaile batzuek [44] beste materiale metalikoekin eginiko lanetan oinarritu behar izan da.

5.1.2. Erreminta-altzairu lasterraren hautsen aukera

Injekziozko moldeaketa egokia izan dadin, Osprey-k saltzen dituen hautsek oinarritzko baldintza guztiak betetzen dituzte. Oinarritzko propietateak hiru dira: esferaren itxura, partikula tamaina txikia eta tamaina horren banaketa egokia. Aipatutako hautsak hiru baldintza hauek betetzen ditu: esfera itxura gasetan eginiko atomizazioaren bitartez lortzen da, aurkezten duen batazbesteko partikula tamaina $10.3 \mu\text{m}$ -takoa da (aurreko azpiatalean esandako $140 \mu\text{m}$ -tako partikula tamainarekin ez da konparagarria ere, eta hau izaten da uretean atomizatutako hautsek izaten dutena) eta azkenik 3.2 taulan azaltzen den bezala, partikula taminaren banaketa ere nahikoa egokia da. Ezaugarri guzti hauek hauts hau injekzioarako egokia denaren lekuko. Honetaz gain, beste ikertzaile batzuek aurkitu zuten arazoa ez zen injezioan beran izan ondoren egin beharreko sinterizazioan baizik. Horregatik, teorikoki behintzat, hauts partikula tamaina txikiagoa den moduan sinterizazioa errazago eta hobeto egingo da eta dudarik gabe hauts mota honekin horren alde jokatzeko aukera dago.

5.1.3. Lotzaile organiko orokor baten konposaketa

Lotzaile organikoa aukeratzeko unean, materiale mota ezberdinentzat aurki daitekeen eskaintza ikaragarri handia da. Adibide gisa, 5.1 taulan German-ek ^[92] proposaturiko zazpi mota ezberdin aurkezten dira. Lotzaile guztien oinarri antzeko osagai polimeriko bat bada ere, batez ere osagaien proportzioan ezberdintasunak ikaragarri handiak dira, modu honetan berri bat asmatzeko unean aukeran agertzen diren posibilitateak ere ikaragarri zabalak direlarik.

5.1 taula.- Osagai metalikoen injekziozko moldeaketarako erabiltzen diren lotzaile organiko ezberdinen konposizio kimikoa

1. Lotz. Organikoa	2. Lotz. Organikoa	3. Lotz. Organikoa	4. Lotz. Organikoa
%70 parafina	%67 polipropilenoa	%33 parafina	%69 parafina
%20 argizari mikrokritalinoa	%22 argizari mikrokritalinoa	%33 polietilenoa	%20 polipropilenoa
%10 metil etil zetona	%11 azido estearikoa	%33 argizaria	%10 karnauba argizaria
		%1 azido estearikoa	%1 azido estearikoa
5. Lotz. Organikoa	6. Lotz. Organikoa	7. Lotz. Organikoa	
%45 poliestirenoa	%25 polipropilenoa	%65 resina epoxy	
%45 Barazki olioia	%75 peanut olioia	%25 parafina	
%5 polietilenoa		%10 butil estearatoa	
%5 azido estearikoa			

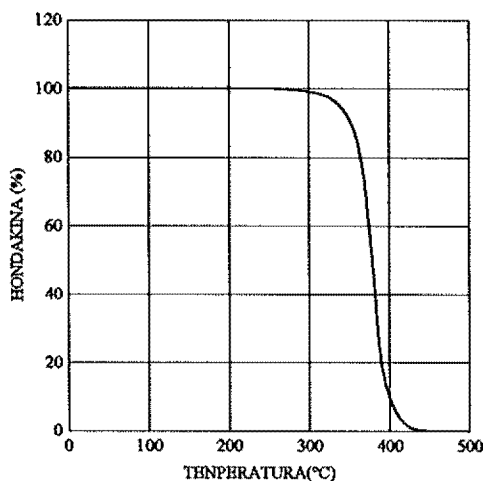
Hauetako batzuetan pisu espezifiko handiena fusio puntu altueneko osagai polimerikoari ematen zaio, polipropileno eta polietilenoaren kasuak, eta bestetan aldiz fusio puntu baxueneko parafina edo edozein argizari nagusi da. Azido estearikoa lotzaile batzuetan agertzen da eta beste batzuetan ez, eta agertzen denean bere proportzioa %1-etik %11-ra aldatzen da. Argitarapen batzuetan aurkitu denez ^[47], osagai honek, lotzailea deskonposaketaz ateratzen denean, karbono hondakin bat uzten omen du, hau ondorengo sinterizazioarako normalean materiale guztientzat mesedegarri izaten delarik. Lan honetan erabilitako lotzaile organikoen konposaketetan ere bere proportzioa oso ezberdina izan da, baina dena den ezin izan da efektu hau konprobatu. Azalpen txiki honen bitartez zera erakutsi nahi izan da: ez dago lotzaile

organiko bat eratu nahi denean nahitaez edo derrigorrez bertan egon behar duen osagairik.

5.1.4. Lan honetan injekziozko moldeaketan erabilitako lotzaile organikoa

Injekziozko moldeaketan erabil izan den lotzaile organikoaren osagai nagusia polietilen glikol (PEG) izeneko polimeroa izan da. PEGa injekziozko moldeaketarako baliagarri bilakatzen duten ezaugarritako batzuk ondorengoak dira:

- Guztiz kaltegabekoa eta ez toxikoa da. Bere erabilpenak ez ditu inolako neurri bereziren beharrik
- Bere fusio-puntua 260 °C-tan eta erre-puntua 310 °C-tan aurkitzen dira. Temperatura hauek deskonposizioa labearen kontrola zehatza den aldean egingo dela ziurtatzen du.
- PEGa osatzen duten zenbait elementuren deskonposizioa 150 °C-tatik aurrera ematen hasten da.



5.1 irudia.- PEGarentzat nitrogeno atmosferan eginiko kurba termogravimetricoa

- PEGa osatzen duen katea 250 °C-tatik gora airearen ezberdina den atmosfera batean puskatzen hasten da. Deskonposaketa ematen den abiadura 5.1 irudian azaltzen den termogravimetrico adierazpenaren bidez erakusten da. Argi ikusten da deskonposaketa azkarra dela eta grado gutxitako tarte batean gertatzen dela. Irudiko adierazpena nitrogeno

atmosfera egin zen 5 °C/seg abiaduraz.

PEGa behin behineko osagaia izatean (behin behinekoa ondoren piezatik aterako denaren zentzuan), presiopean lortutako trinkoetan ondorengo propietateak ere betetzen dira:

- Haust metalikoan zehar erraz eta ondo banatzen da, nahiz nahasketa lehorrean edo likido baten baitan den. Lan honetan alkoholean eginiko nahasketan hala gertatu zen.
- Berak labanerazgai efektu handia azaltzen du, modu honetan trinkoa moldean itsatsita gelditzeko trabak jarritz. Propietate hau osagai nagusian bereziki bilatu zen, eta azpirratzekoa da txirringorrek gai honetan ez zutela inolako arazorik aurkeztu.
- Injektatutakoen hausturarako erresistentzia nabarmen handitzen da, urrats ezberdinen artean aurkitu den maneiukortasuna uretan atomizatutako hautsekin ardatz bakarreko trinkaduran aurkitzen denaren parekoa suertatu delarik.
- Kerik sortu gabe eta hondakinik utzi gabe erretzen da. Modu honetan injekzioarakin lehenengo esperientzia ulergaitz bihuz zitzaketen zenbait aldagai alderatuz.

Propietate hauen direla eta PEGa injekziozko moldeaketarako baliagarria dela uste izan da.

PEGarekin batera, parafinak, prozeduraren lehen urratsetan nahasduraren biskositatea txikiagotzen laguntzen duena, eta azido estearikoak, lehen azaldu den bezala kanpo labainkortasuna hobetzen duena, injekziozki moldeakerarako onargarria den osagai ezberdinez sortutako lotzaile organikoa osatzen dute.

5.1.5. Enbutizio sakonez pareta estuko ontzien sorreran erabilitako lotzaile organikoa

Aurreko atalean azaldutako lotzailearen propietateek ez dute zerikusik kasu honetan beharrezkoak dituenekin. Hauetan nagusiena zera da: injekziozko moldeaketan lotzaile organikoa termoplastikoa izatea beharrezkoa da, modu honetan injekzio bakoitzean gelditzen diren hondakinak berriz zikloan sar daitezkelako; baina enbutizio sakoneko prozeduran baldintza guztik aurkakoa da. Kasu honetan nahasdurak termoeگونkorra izan behar du, ontziek berotan zurrunka izan behar dutelako, entsailuak egin diren prentsak azkar hozteko modurik ez duelako. Propietate hau, resina fenolikoek bere osotasunean betetzen dute, esaterako nobolaka hexarekin nahasterakoan “kurado” prozeduraren bitartez berotan zurruntasuna lortzen baitu.

5.1.6. Lan honetan erabilitako tresna eta ohizko injektagaluaren arteko konparaketa.

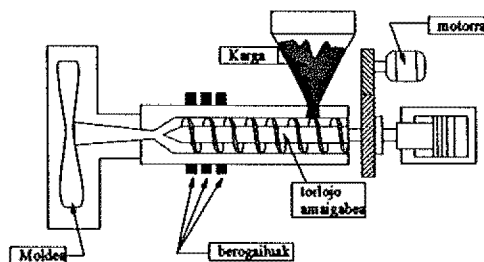
5.2 irudian ohizko injektagailu baten eskema erakusten da. Lan honetan erabilitako tresnarekin konbaratuz (3.3 edo 3.4 irudia) ezberdintasun nagusienak bi dira:

- Ohizko injektagailuan karga jarraia da eta lan honetako tresnan aldiz mugatua.
- Injekzioa torlojo amaigabe batetaz egiten da plano horizontal batean lehenengo kasuan, eta lan honetako tresnak aldiz injekzioa puntzoi baten bidez bertikalki bultzatuz egiten du.

Nahiz ezberdintasun hauek nabariak izan, lan honetan azaldu den injecktora berezia beste baldintza batzuk nahikoa ondo betetzen ditu. Baldintza hauetako batzuk

ondorengoak dira: nahasduraren tenperaturaren kontrola zehatza da prozedura osoan zehar, presioa ere prozedura osoan zehar kontrolpean aurkitzen da, trikadura ere presio ezberdinetan eman daiteke eta azkenik hain kritikoa den moldearen tenperatura ere guztiz kontrolatua aurkitzen da. Modu honetan injekzioa bene-benetakoa izan ez bada ere, antzekotasuna handia da, eta lan honetan lortu diren emaitzak ohizko injektora batean ere lortuko zirela beldurrik gabe pentsa daiteke, zenbait parametro egokitu ondoren noski. Egokitu beharreko parametro hauen artean, adibidez, lan

honetako tresnan kontutan hartu ez den ohizko injeztigailuan bere muturraren eta moldearen sarreran artean tenperaturaren kontrola azaltzen da.



5.2 irudia.- Ohizkoa injeztigailu baten eskema

Enbutizo sakonaren kasuan aldiz, antzeko oinarria duten bi teknika ezberdinak direal esan daiteke. Beraien arteko ezberdintsunik nagusia modea betetzeko orduan agertzen da. Lehenengo kasuan moldearen bi zatia elkartzean kapilaritatez modea betetzean lortzen da pieza, eta bigarrean aldiz, modea

finkoa da eta pieza karga presio bidez sartzean lortzen da.

5.2. SINTERIZAZIOA

Sinterizazio baldintza ezberdinekin lortutako emaitzak konparatzeko orduan, bi izan dira kontutan hartu izan diren aldagaiak:

- Sinterizazioa % 90 N₂ - % 9 H₂ - % 1 CH₄ -z osatutako atmosferan hauts metalurgian usadioz hutsean egin ordez egitearen eragina.
- Sinterizazioan hautsei % 0.2 karbono gehikuntza egitearen eragina

Honetaz gain, sinterizazioan beste bi aldagaiek ere garrantzi handia azaltzen dute: hauts partikulen itxura eta tamaina eta hautsen konposizio kimikoa. Dena den lan honetan ez dira kontutan hartu.

5.2.1. Oinarrizko karbonoaren gehikuntza

4.8 irudian aurkezten diren adierazpenetatik erraz ondoriozta daiteke karbono gehikuntzak sinterizazioa aktibatu egiten duela prozeduraren zinetika indartuz. Ikus daitekenez, sinterizazio tenperatura berdinentzat, dentsitatea handiagoa da karbono gehikuntza izan duten kasutan, modu honetan sinterizazio tenperatura egokiena jeitsiz. Elementu honek duen eragina nahikoa erraz labur daiteke: bere gehikuntzak materialaren solidus tenperatura jeitsi egiten du, eta horregatik hautsen gainazal propietateetan aldaketak eragiten ditu. Hau da, puntualki fase likido iragankorra lortzen da modu hoentan atomoen mobilitatea handiago izanik edo masa garraiorako azkarragoak diren mekanismoak ezarriz. Ondorioz, karbono gehikuntzak dentsitate teorikoaren % 99a lortzen den tenperaturaren jeitsiera dakar, hau da sinterizazio egokienaren jeitsiera (DTE).

Hutseko sinterizazioaren kasuan jeitsiera 15 °C-takoa da eta 20 °C-takoa aldiz nitrogeno atmosferan eginiko sinterizazioan. (hemendik aurrera gas sinterizazioa), hautsak banatze egoeran zeuden bezala eginiko sinterizazioekin gonbaratuz. Gehikuntza % 0.2 koa besterik izan ez denez, eragina 75 eta 100 °C/%C-takoa da hurrenez hurren. Gonbarazioa orain hauts esferikoekin lortutako emaitzekin egiten bada, bi konposizioek aurkezten duten karbono edukinean ezberdintasuna bakarrik kontutan hartuz (ik. 3.1 taula), % 0.53 C ezberdintasun batek DTEren 55 °C-tako

jeitsiera dakar. Hau da 103 °C/%C-tako eragina ere kasu honetan. Datu hauek M2-ren argitaratutako datuekin bat datoz (95 °C/%C)^[6,51,55], baina aldiz karbono edukina txikiko T6 altzairuentzat argitaratutakoengatik oso urruti daude, bertan eragina 250 °C/%C-takoa ^[8] agertzen baitzen.

T1 bezalako beste altzairu batzuetan ^[8] karbonoaren eragina ikusi ahal izan da, baina aldiz ezin izan da neurtu, karbono gehikuntza gertatzen ez zenean destsifikazio osoa ez baitzen eman.

Karbono gehikuntzak berarekin beste eragin bat ere dakar: ohizko hauts metalurgian usadioz erabiltzen diren tenperaturak baino baxuagotan, ale mugetan osagai eutektikoak agertzen dira, honek leku horietan solidus tenperatura gainditu egin dela adierazten duelarik. Baina sinterizazio tenperatura egokiena ere gutxienez neurri berdinean jeitsi dela kontutan hartzen bada, benetan sinterizazio tarte handitu egin dela esan behar da, modu horretan sinterizazio tenperatura baxuagotan sinterizatzeke posibilitatea dagoelarik.

5.2.2. Dentsifikazio zinetikan sinterizazio atmosferak duen eragina

Gasean sinterizatutakoetan eginiko nitrogenu analisek, berau materialaren barnekaldera hedatu dela argi azaltzen dute. Perimetroko eta erdikaldeko mikroegituren berdintasunak nitrurazioa beroketan edo/eta sinterizazioaren lehen urratsetan ematen dela adieraten du. Efektu bera erreminta-altzairu desberdinentzat ere ematen da, esaterako T42 ^[93] edo M motako M42a ^[75], PX30a ^[94] edo M3/2a ^[94].

T15 ek xurgatutako nitrogenu kantitatea (0.72 eta 0.78) beste materiale batzuek, M2k (0.34 eta 0.38) ^[24] edo T42k (0.41 eta 0.48) ^[93] xurgatutakoa baino handiagoa dela karbono gehikuntzarekin eta gehikuntza gabeko kasuetan hurrunez hurren kasu guztietan. Hiru altzairu hauen konposizio kimikoa aztertuz, nitrogenuaren xurgapena banadio edukinarekin zuznean erlazonaturik dagoela ziurta daiteke, edukin

hauek T15-arentzat % 4.7, M2-rentzat % 1.86 ^[24] eta T42-rentzat % 2.91 ^[93] baitira. Hau da, xurgatutako nitrogeno kantitatea handiagoa izango da banadio edukina handiagoa den heinean. Talacchia-k ^[95] karbono gehiago (% 2.64) eta banadio gehiago (% 7.24) duen T42 aldatutako altzairu bat aztertuz, xurgatutako nitrogeno kantitatea % 0.89 dela aurkitu du, lehen esandakoarekin bat datorrelarik. Aldiz, lan honetan erabilitako hauts fin esferikoak xurgatutako nitrogeno kantitatea begiratzen bada joera ez dela berdín mantentzen ikus daiteke, % 2.29 karbono eta % 6.10 banadio edukinentzat xurgatutako nitrogeno kantitatea % 0.98-koa da, Talacchiak argitaratutakoa baino zer bait handiagoa. Hau beraz, lehen azaldutako teoriaren aurka doa. Honen explikazioa bi arazotan bila daiteke: lehenik partikulen tamainak eta itxurak bere garrantzia badu, bereien gainazal azalera uretan atomizatutako hautsena baino handiagoa baita eta honengatik xurgapen handiagoa gerta daiteke. Bestalde, karbono kantitatea hain handia izatean, matrizea elementu honetaz gaindituta egon daiteke. Honengatik ez da beharrezkoa horrenbeste karbono askatzea lehen aipatutako solidus tenperaturaren jeitsiera emateko. Hau da, beste era batera esanda, banadio-karburoak eratuz dagoen karbono kantitatea hain da handia non ez baita beharrezkoa hainbeste nitrogeno xurgatzea, eta beraz karbonitruroak osatu ordez, banadio-karburoak osatzera joko baitute.

Dena den, karbono edukina hain handia ez den bitartean gas sinterizazioan gertatzen denaren lehen ideia bat bezala, huts sinterizazioan eratzen diren MC karburoetako karbono edukinaren zati bat gas sinterizazioan xurgatzen den nitrogenoagatik ordezkaturia gerta daiteke, modu honetan MX karbonitruroak sortuz. Askatutako karbono honek M_6C karburo gehiago sortzeko edo austenitan aske gelditzeko aukera dauka. Azken kasu honetan, eta MC karburoen inguruan ematen den prozedura denez, austenitan aske dagoen karbono edukina handiagotu egiten da, ondorioz solidus tenperaturaren jeitsiera ematen delarik likido eutektiko kantitate handiago baten sorrerarekin batera. Honela, denborak aurrera jotzen duen moduan edo sinterizazio tenperatura igotzen den moduan, likidotik matrize austenitikorantz

karbonoaren hedapena emango da, hasierako solidus temperaturarekiko igoera bat emango delarik. Azken efektu hau, sinterizazio tenperatura egotzean likido kantitatea handiagotuko denaren aurka doa eta huts sinterizazioa da honen adibide garbiena. Ezaugarri hauek, German-ek ^[62] supersolidus fase likido iragankorreko sinterizazioaren mekanismoekin bat dator, bertan densifikazioa eskeleto zurruna desegiteko nahikoa den likido kantitatea sortzen denean ematen dela esaten baita. Palma-k ^[24] esandakoarekin bat datozen emaitzak T15, T42 eta PX30 motatako altzairuak gas sinterizazioa egiterakoan aurkitu ditu.

Uretan atomizatutako hautsekin lan egitean, 4.2 taulan ikus daitekenez, M_6C karburoen kantitateak % 6.2tik % 10.9ra eta % 6tik % 13.2ra aldatzen direla ikusten da. Dirauen austenita kantitatea ere nabarmen aldatzen da, huts sinterizazioan % 15 inguruko baliotatik, % 60÷70 inguruko baliotara gas sinterizazioan.

Lan honetako hauts esferikoaren sinterizaziaren kasuan M_6C karburoen kopurua lehen aipatutako uretan atomizatutako hautsen sinterizazioan ematen den hainakoa da, baina aldiz matrizean aurkitzen den austenita kopurua handiago da, matrizearen % 95a harrapatzen duelarik. Modu honetan xurgatutako nitrogenoarekin gertatzen denaren iritzia berdin mantentzeko daitekelarik. Efektu hau, matrizeak karbono eta banadio edukinetan gaintzen ez den bitartean, lehen beste ikertzaile batzuek ^[24,52] ere aztertua izan zen.

5.2.3. Sinterizazio tarteak. Osagai eutektikoen agerpena.

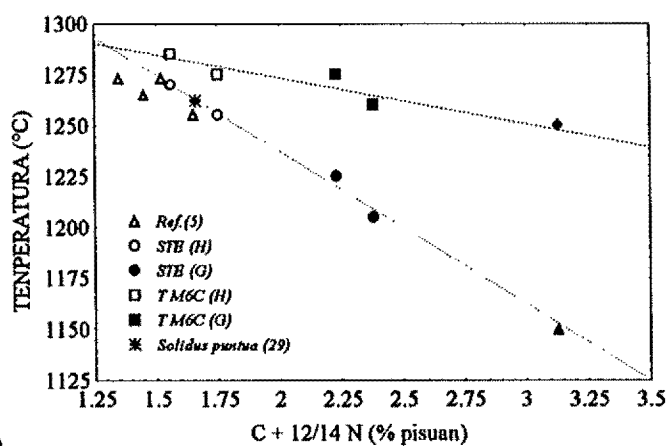
5.3 irudian karbonoak eta nitrogenoak elkarrekin sinterizazio tenperatura egokienean duten eragina literaturan aurkitu diren beste zenbait datuekin batera aurkezten da. Azpimarratzekoa da nitrogenoaren gehikuntza zuzenak karbonoarekin aldaketa zuzena dakarrela ondorioz. Lortutako emaitzak -80 K/%C malda duen zuzen batean egokitzen dira. Bee-k eta bere laguntzaileek ^[56] argitaratutako puntua ere bertan jartzen da. Puntu hau tenperatura egokiaren puntuak osatzen duten zuzenean

kokatua aurkitzen da, eta nahiz literaturan aurkitutako balioetatik^[6] gain gelditu, lerro hauen eta solidus lerroaren arteko diferentzia erlatiboak beste autore batzuek dioten bezala^[62,96] altzairu mota hauentzat dentsifikazio mekanismoak supersolidus motakoak direla adierazten du. Dena den densifikazio tenperatura egokien puntuekin lortutako zuzenaren malda, T motako beste altzairuentzat argitaratutakoak baino txikiagoa da: -180 K/%C T42-rentzat^[67] eta -155 K/%C T1-arentzat^[97].

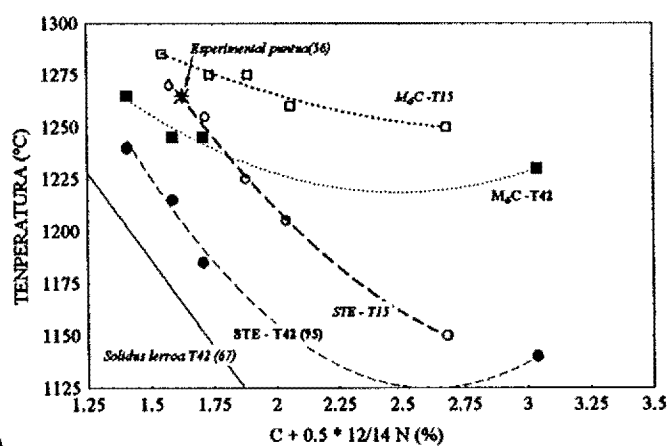
Nitrogenoak sinterizazio tenperatura egokiena jeisteko duen eragina, karbonoak duenaren antzekoa da (atomikoki ikusia). Efektu honek, solidus tenperatura jeisteko eragin berdina duela pentas arazi dezake, edo bestalde MC karburoetan nitrogenoa sartzerakoan aske gelditzen den karbonoak jeiste arazten duela. Palma-k^[93], Hirano eta Kawai-ren^[98] datuak erabiliz solidus tenperatura jeisterako %1 nitrogenoak duen eragina % 0.2 C duenaren parekoa dela aurkitu zuen, modu honetan -36 K/%N eta -31 K/%N-ko malda lortuz T42 eta T1 altzairuentzat hurrenez hurren. Experimentalki, nitrogenoak dentsifikazio tenperatura egoniena jeisten duen eragina -60÷-70 K/%N-koa dela aurkitu da. Balio hauen arabera, 0.4 %C/%N-ko balio egokiagoa dela dirudi.

Palma-k^[24] gas sinterizazioan nitrogenoaren xurgapena dela eta askatzen den karbono kantitateak ondorengo legea jarraitzen duela postulatu du:

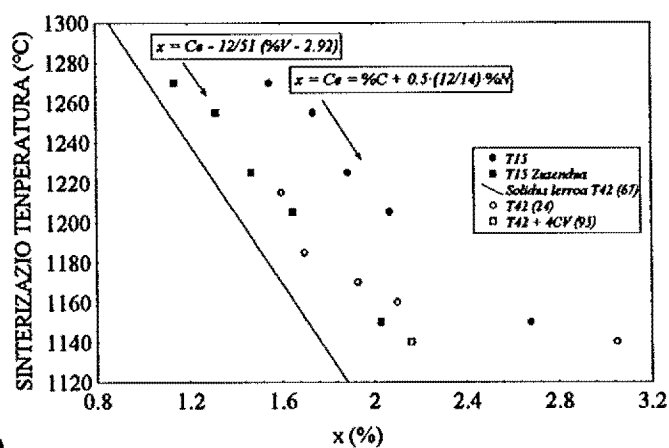
$$\%C = 0.5 \cdot 12/14 \%N = 0.43 \%N$$



(a)



(b)



(c)

5.3 irudia.- Nitrogenoa eta karbonoak DTE-enean eta M_6C karburo eutektikoen eraketa tenperaturan duten eragina: (a) $\%C + 12/14 \%N$ y (b) $\%C + 0.5 \cdot 12/14 \%N$ (c) Ce banadio edukina zuzenduta.

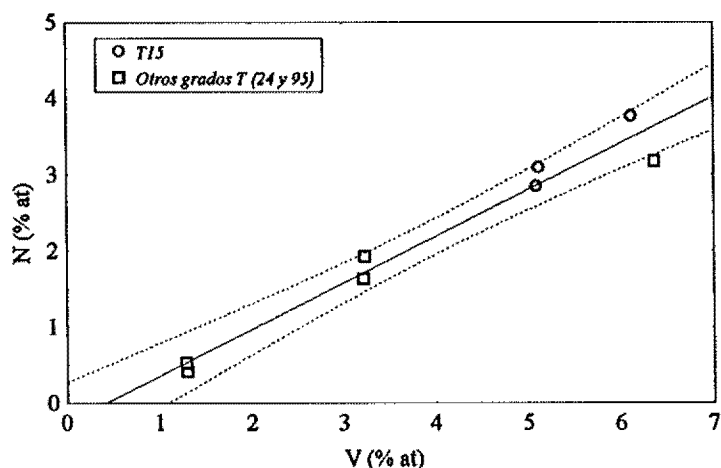
Modu honetan solidus tenperatura 68 eta 77 K/%N inguru jeitsi daiteke, experimentalki ikusitakoaz askoz gertuago dagoelarik.

5.3 (b) irudian, karbonoak eta nitrogenoak elkarrekin sinterizazio tenperaturan duten eragina aurkezten da, baina kasu honetan azkeni aipaturiko baliokidetasuna aplikatuz. Lehen aipaturiko solidus lerroaren puntu experimentalak ^[56] ere grafikan erakusten da, eta berriz ere, egokitutako lerroaren gainean gelditzen da. Oraingoan lortutako zuzenaren malda -150 K/%C-koa da eta lehen aipaturiko balioetatik gertuagoa aurkitzen da dudarik gabe (gogoratu -180 K/%C T42-rentzat ^[67] eta -155 K/%C T1-entzat ^[97]). Era berean grafikan Palma-k ^[93] T42-rentzat lortutako balioak azaltzen dira, eta berak dentsitate osoa tenperatura baxuagotan lortzen badu ere, puntuekin egokitutako lerroarren malda berdina da bi kasuetan.

5.3 (c) irudian datu berdinak irudikatzen dira, baina bien arteko banadio edukinen arteko diferentzia zuzenduz (bietan txikiena zerotzat hartu da: T42-ren %2.92). zuzenketa egin aurretik zuzen batetan egokitzea zaila gertatzen bazen, orain guztiz posiblea gertatzen da, eta bi altzairuetarako lortutako puntuak ia zuzen berean gelditzen dira. Honen ondorioz bi kasuetan sinterizazio mekanismoa berdina dela esan daiteke eta beraz banadio edukinaren eta karbono edukinaren edo karbonoak eta nitrogenoak elkarrekin duten eraginaren artean erlazioa nahikoa estua da.

Irudi honetan bertan, karbono eta nitrogenoak elkarrekin ale mugetan azaltzen den karburo eutektikoen mintza agertzeko gutxienezkoa den tenperaturan duten eragina aurkezten da (kasu guztietan eutektikoak M_6C motakoak izan dira). Aurkitutako tenperaturen balioekin lortutako zuzenaren malda bestea baino askoz txikiagoa da. Honela erraz argitu daiteke C+N edukina handitzean sinterizazio tartea ere handiagoa dela. Sinterizazio tarte hau karburo eutektikoak egertu aurretik altzairuak mikroegitura egokia duen tartea besterik ez da.

Hau 5.3 (bis) irudian erakusten da. Bertan nitrogeno karbono eta banadio atomiko edukinen arteko erlazioa aurkezten da.



5.3 (bis) irudia.- Materialaren banadio edukina eta xurgatutako nitrogenoaren arteko erlazioa

Bertan materialaren atomiko banadio edukina handitzen doan moduan xurgatutako nitrogenoak ere berdin egiten duela ikusten da. Hau bera, Palma-k^[24] eta Urrutibeaskoa-k^[52] T eta M motatako zenbait altzairutan ere ikusi zuten.

Lortutako zuzenak duen ekuazioa zera da:

$$\%at N = 0.256 + 0.611 \cdot \%at V$$

Jatorrian ordenatuak duen balio negatiboak zentzu fisikorik ez badu ere, ekuazio honek argi adierazten duena zera da: materiale batek xurgatzen duen nitrogeno kantitatea berak duen banadio edukinarekiko proportzionala dela.

5.2.4. Austenita ale tamaina

Huts sinterizazioan austenita ale tamainaren hazkundera sintreizazio tenperatura egokiena gainditu eta berehala azkar hasten da, baina gas sinterizazioan

aldiz hazkunde hau askoz motelago ematen da. Efektu berdina aurkitu izan da bai T eta baita M motetako altzairuentzat ere.

Nitrogenoa altzairuaren barnean sartzerakoan mikroegituran aldaketa nabariak eragiten ditu, eta hauek dira hain zuzen jokaera ezberdin horren zergatia. Lehen aipatu den bezala, dirauen austenita kopurua askoz handiagoa da eta gainera hutseko sinterizazioaren bereizagrra diren MC karburoak tamaina txikiagoko MX karbonitrurotan erandutzen dira.

Karburo eta karbonitruoen analisiak M_6C karburoek hutseko sinterizaziotik gas sinterizaziora bere konposizioa aldaketarik gabe mantentzen dutela erakutsi du, baina MC karburoek nitrogenoaren eransketa pairatzeaz gain, banadio edukinean ere handipena pairatzen dute, wolframio kantitatea txikiagotuz. Karbonitruo hauen presentzia altzairuan lehendik ere argitaratua izan da gas sinterizazioaren kasuan ^[93] edo nitrogenazio eta HIParen ondoren^[98].

Tenperatura altuetan disolbatzen ez diren karbonitruo hauen presentziak ale tamainaren hasketa moduan dagoen ezberdintasuna argitzen du. Hutseko sinterizazioan, tenperatura egokiena gainditzeko den moduan M_6C eta MC karburoak disolbatzen hasten dira eta beraz ale tamainarengan duten kontrola uzten dute bera izugarri azkar handituz. Gas sinterizazioan aldiz, MC karburoen ordeztu aurretik diren MX karbonitruoak ez dira disolbatzen, eta beraz, nahiz tenperatura oso altua izan, oraindik ale tamainarengan kontrola ezartzeko kapazitatea azaltzen dute.

Zener-ek^[99] proposaturiko ekuazioan ale tamaina (D), bere hazkundera kontrolatzen duten karburoen tamaina (d) eta frakzio bolumetrikoren menpeko dela ikusten da:

$$D = \frac{4 \cdot d}{3 \cdot f} \quad (5.1)$$

4.2 taulako datuak erabiliz, sinterizazio baldintza ezberdinetan izango den ale tamaina aurki daiteke. Honela kalkulaturako ale tamainak 5.2 taulan aurkezten dira. Altzairu hauetan kontrolatzen duten karburoak mota eta tamaina ezberdinekoak direla kontutan hartuz (karburo handiek ere neurri txikiago batean kontrola ezartzen dute), Hellmann-ek eta Hillert-ek ^[100] partikula banaketa batentzat proposatu zuten expresioa aplikatzea hobeto da:

$$D = \frac{4}{3} \cdot \left(\sum \frac{f_i}{d_i} \right)^{-1} \quad (5.2)$$

Expresio hau aplikatuz lortutako emaitzak lehengoekin batera eta experimentalki neurtutakoekin batera ere 5.2 taulan aurkezten dira.

5.2 taulan agertzen diren emaitzen arabera Zeneren expresioarekin kalkulaturako ale tamainen balioak experimentalki lortutakoak baino handiagoak izan dira. Hau ziurrena kasu honetan karburo mota kontrolagarria bakarra hartu delako izango da. Honengatik hain zuzen da Hellmann eta Hillerten expresioa nahiagoa, bertan karburoen banaketa kontutan hartzen baita. Honela kalkulaturako ale tamainak eta experimentalki neurtutakoak ia bat datoz kasu guztietan. Gas sinterizazioaren kasuan ezberdintasuna minimoa da, experimentalki neurtutako 13.3 eta 10.4 μm -tako balioentzat 11 eta 9.9 μm kalkulatu baitira. Ezberdintasun nagusia karbono gehikuntza gabeko hutseko sinterizazioaren kasuan eman da, 13.2 μm -tako neurketa batentzat kalkuloak 23.7 μm -tako tamaina eman baitute. Ezberdintasun hau, experimentalki beti egiten den errorean oinarritzen da, kurbak hutsunean duen gorakako joera handiagatik, edozein neurketa batean akats txikiena ondoren asko handitzen delako.

Dena den expresio hauetatik lortzen den auresana errealitatearekin bat dator. Temperatura igotzen bada, hutseko sinterizazioaren kasuan, MC eta M_6C karburoak

5.2 taula.- Experimentalki neurtutako ale tamaina, eta Zener eta Hellmann-Hillert espresioak erabiliz kalkulaturakoak (neurriak μm -tan)

BALDINTZA	karbono gehikuntza	Experimentala	Zener	Hellman y Hillert
HT15	ez	13.2	24.6	23.7
HT15C	bai	26.9	24.3	23.2
GT15	ez	13.3	25.2	11.0
GT15C	bai	10.4	21.9	9.9
OT15	ez	5.4	15.9	9.1

disolbatzen doaz eta ondorioz beraien frakzio bolumetrikoa ere, modu honetan ale tamaina handiagoa izanik. ($D = f(f^1)$). Bestalde gas sinterizazioan, karburoen frakzio bolumetrikokoak ia ez du aldatzen bere balioa nahi tenperatura egokienaren gainetik 40 edo 50 °C igotzen bada ere. Pixkanaka gertatzen dena zera da: karburoen batazbesteko tamaina handitzen doa, eta frakzioa ia kontante mantentzen dela kontutan hartuz, karburo kantitatea txikiagoa izango da eta beraz ale tamainarengan ezartzen duten kontrola ere txikiagoa izango da ($D = f(d)$). Efektu bera Talacchiak^[101] ere T42 motako altzairu batean ikusi zuen. Berak tenperatura egokienean batazbesteko 1 μm -ko tamaina zuten % 3.8 MX karbonitruro aurkitu zuen, eta 60 °C-tako gainsinterizazioan frakzioa berdin mantentzen zen nahiz bere batazbesteko tamaina orduan 1.3 μm -tako balioa izan. Ale tamainan gertatutako aurreana ere oso ona izan zen, benetan 17 μm -tatik 40 μm -tara hazi baziren alean, aurreanak 17 μm -tatik 45 μm -tarako aldaketa kalkulatu zuelako.

5.3. TRATAMENDU TERMIKOAK

Lan honetan egin diren tratamendu termikoen azken helburua gogortasun eta dirauen austenitaren tarte ahalik eta zabalen lortzea, materialaren propietate mekanikoetan beraien eragina ikusteko asmoz. Modu berean, mikroegitura ezberdinek (austenita-martensita erlazioa) propietateengan duten eragina ere aztertuko da.

5.3.1. Austenizazioa eta tenplaketa

Aukeratu den austenizazio tenperatura iraoketa ondoren gogortasun gorena eman duena izan da. Tenperatura hori igotzen doan heinean, austenitan karbono eta aleazio elementu kantitate handiak disolba daitezke, ondorengo iraoketetan berriz prezipitatzean materiale mota honen ezaugarri nagusi den bigarren mailako gogorketaren zergatia diren karburoen prezipitazioa erakarriko dutelarik.

Aleazio elementu kantitatea handia ($\approx 30\%$) dela eta, eta batez ere iraoketaren ondoren austenita egongortzen duten karbono eta nitrogeno kantitatea handia dela eta, eta baita ere, M_s eta M_f hasierako eta bukaerako eraldaketa tenperaturak baxuagoak direlako aleazio elementu kantitatea handiagoa den heinean, T15aren kasuan tenplaketan austenitaren eraldaketa nahikoa zaila bilakatzen da.

Efektu hau 4.6 taula aztertzen nahikoa ondo ikus daiteke. Iraoketa $460\text{ }^{\circ}\text{C}$ tan eman ondoren diraun austenita kantitatea eta tenplaketa ondorengo ia berdina direla kontutan izanik (tenperatura honetan ez da eraldaketa tarte harrapatzen), arrunta tratamenduan matrizea ia osorik austenitaz osatuta dagoela ikus daiteke. Antzeko zerbait gertatzen da 24 ordu (tenplaketa eta iraoketen artean 24 orduko epea utzi austenita hain azkar egonkortzen den edo ez ikusteko) eta A 1140 $^{\circ}\text{C}$ tratamenduekin. Beraz honek zera esan nahi du: tenperatura honetarako disolbatu behar ziren karburo gehienak disolbatuak daude, eta modu honetan M_s eta M_f eraldaketa tenperaturak balio

baxuagoetara bidaltzeko gai dira. Kasu honetan T15erako M_s giro tenperaturan dagoela esan daiteke, eraldaketarik ez baita egon. Ikasitako beste bi tratamenduetan aldiz eraldaketa badago eta bi arrazoi ezberdinengatik ematen da: HIP tratamenduan austenizazioa 1100 °Ctan egin denez (HIPa egin den tenperatura berdina) disolbatutako karburo kantitatea txikiagoa da eta ondorioz M_s eraldaketa tenperatura ez da hain nabarmenki eragindua ikusi. Eraldaketa %25ekoa suertatu da. Azpizero tratamenduarako aldiz lehen esan bezala M_s giro tenperaturan egon arren, eraldaketa ematen da, tenplaketa nitrogeno likidotan egitean -77 K inguruko tenperaturak lortzen baitira. Kasu honetan eraldaketak %60 eko balioa lortu du, oraindik M_f harrapatzea ezinezkoa izan delako.

5.3.2. Iraoketa

Iraoketa tenperatura tartea 460 °Ctatik 620 °Ctara zabaldu izateak modu ezberdinetan uler daiteke. Lehen aipatu den bezala, 460 °Ctan iraotutakoak tenplaketa egoeran materialak izan ditzaken mikroegitura eta gogortasuna antzekoak ditu. Beste tenperatura guztiak austenita eraldatzen den moduan ondoren neurtuko diren propietate mekanikoak pairatzen duten aldaketa neurtu ahal izateko erabili dira, modu honetan tenplaketa egoeratik gogortasun goreneko punturen artean informazio gehiago eduki ahal izateko. Azkenik, gainiraoketekin (denetan 620 °C eta batzutan 580 °C ere bai) zera lortu nahi izan da: dirauen austenita gutxiko (eraldaketa jadanik osoa izan dela suposatzen da) martensitiko mikroegitura duen materiala, baina austenita kantitate handiagoa zuen hunean agertzen zuen gogortasun berekoa. Modu honetan mikroegituraren eragina ere ikusi ahal izango da.

5.4. DIRAUEK AUSTENITAREN NEURKETA

Materialaren propietate mekanikoetan bere mikroegiturak duen eragina dela eta garrantzizkoa da tratamenduen ondoren dirauen austenita ondo neurtzea. Zenbait ikertzaileen ustetan nekedurarekiko erresistentzia, elastikotasun migra, isurpen tentsioan edo hasutura tentsioan ere eragin kaltegarria izan dezake.

Neurketa normalean, X Izpiz lorturiko difraktograman agertzen diren fase ezberdinen tontor azpiko azalera neurtuz egin ohi da. Usadioz erabiltzen diren radiazioak kromoaren edo molibdenoaren K_α izaten dira. Kromoarenak difraktograman ager daitezken fase kristalino ezberdinen arteko tontorren artean zehaztasun handiagoa ematen du besteak baino. Hau da erreminta-altzairu lasterren kasua, ia austenita eta martensitaren tontor gehienak karburoek aurkezten dituzten tontorretako baterekin gainjarrita aurkitzen baitira. 5.4 irudian austenita eta martensitaren tontorrengan normalean agertzen diren karburoen tontorrek duten eragina azaltzen da (martensita eta ferrita X izpitan ez dira berizten beraien tontorrak angelu berdinetan agertzen baitira). Ikus daitekeenez austenita eta martensitaren tontor denek gutxienez karburoetako baten tontor baten eragina jasan behar dute. Kontutan izan behar da erreminta-altzairu lasterretan M_6C , MC eta MX karburoak beti agertzen direla eta gainera jasandako tratamenduaren arabera $M_{23}C_6$, M_2C eta M_7C_3 ere ager daitezkeela. Honengatik difraktograma hauek 2, 3 edo 4 faseen tontorren gainjartze jarrai izango da.

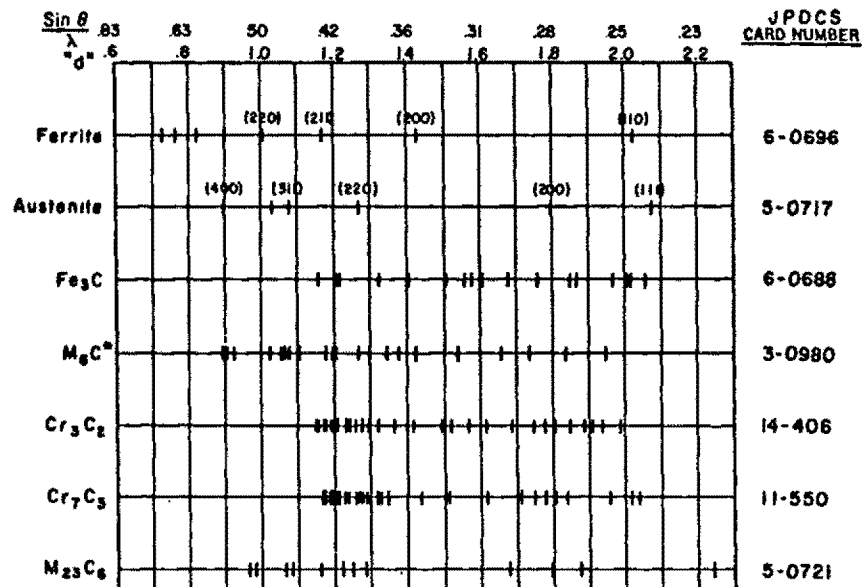
Aipatutako guzti hau dela eta, austenita eta martensitaren tontorrak besteetatik bereiztea nahikoa zaila da eta horregatik neurketarako tontorrak bere osotasunean hartzen dituen metodo bat erabili behar da bereizketa ondorengo kalkuloetan egingo delarik.

Miller-ek ^[102] dirauen austenita azkar neurtzeko modua erakusten du bere artikuluan. Austenitaren (220) eta (311) eta martensitaren (211) tontorrak besterik ez ditu erabiltzen, frakzio bolumetrikoa ondorengo ekuazioa erabiliz kalkulatzen duela:

$$V_\gamma = \frac{1.4 \cdot I_\gamma}{I_\alpha + 1.4 \cdot I_\gamma} \quad (5.3)$$

non I_γ lehen aipatutako austenitaren tontorren intentsitateen batzbestekoa den. Baina neurketa hau ez da batere zehatza. Durmi-ek eta Ridal-el ^[103] hala kritikatzten dute, eta bere lanean austenitaren (220) tontorrak M_6C karburoaren tontor baten eragin handia eta V_4C_3 karburoaren tontor baten eragin txiki bat ere duela azaltzen dute. (Gogoratu bi karburo hauek erreminta-altzairu lasterretan agertzen direnetatik ugarienak direla). Austenitaren (311) tontorrak ere M_6C karburoaren tontor baten eragina jasaten du, baina aldiz, martensitaren (211) tontorrak ez du inoren eraginik jasaten. Hau da, austenitaren bi tontorrak bere benetako balioarekiko handituak aurkitzen dira, eta beraz austenita kantitatea handia bada emaitzak ez du benetan dagoenarekin ezberdintasun handia agertuko, baina ezberdintasun hau areagotu egingo da austenita kantitatea txikiagoa den neurrian.

Dirauen austenita kantitatea neurtzeko Maeder-ek ^[26] proposaturiko eredua izan da azkenik, bertan difraktograma batean agertzen diren fase guztien tontorrak erabiltzen baitira. Ereduek aipaturiko arrazoi horrexegatik hain zuzen texturekin arazorik agertuko balitz erraz gaindituko luke. Lan egiteko modua oso erraza da: hasierako frakzioa agertzen diren fase ezberdinen tontor askeak (inorekin gainjartzen ez direnak) erabiliz kalkulatzen da; ondoren gainjarrita dauden tontorrak bertan agertzen diren fase ezberdinen artean zatikatzen dira bakoitzak duen indarraren arabera (indar hau experimentalean azaltzen den R faktoreak neurtzen du). 6 edo 8 berreturetan oreka balioak aurkitzen dira, eta hauek izango dira hain zuzen fase ezberdinen frakzioen balioak.



5.4 irudia- Austenita, martensita eta altzairu lasterretan normalean agertzen diren karburo batzuen difrakzio angeluak.

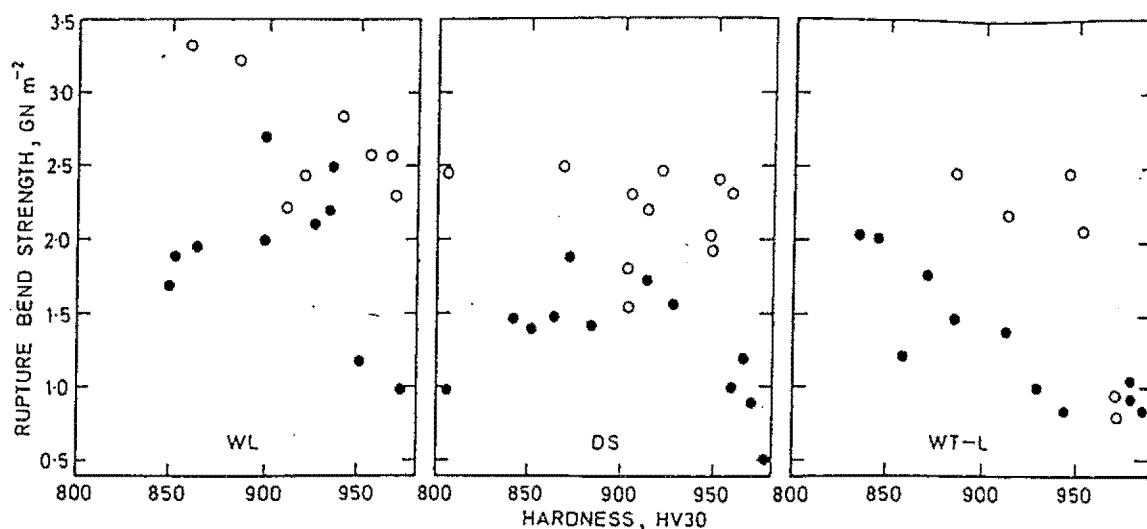
Egileak dioenez eredu honek modu kristalografikoagatik akats txiki bat aurkezten du batipat frakzio txikietan (%5 inguruko balioetan) baina kalibrazio konstante batzuk aplikatuz konpondu egin da. Beraz lan honetan agertzen diren dirauen austenitaren balio guztiak karburoen eragina kontutan hartuz agertzen dira, eta hobeto ulertzeko matrizearen portzentai moduan azaltzen dira (hau da austenita ez dena martensita da matrizean, karburoak alde batera utziz noski), modu honetan beste zenbait eredu izan zitzaketen gainestimazioaren eragina deuseztu nahirik.

5.5. LAU PUNTUTAKO MAKURDURA ENTSAILUAK

Bibliografian aurkitutako balioekin konparatuz, lan honetan kalkulatu diren hastura tentsioaren balioak orokorkin txikiagoak izan dira. Honen zergatia entsaiuak

egin diren moduan bilatu behar da. Haustura tentsioaren balioak kalkulatzeko hiru edo lau puntutako makurdura entsaiuak balio du. Baina bien artean ezberdintasunak garrantzitsuak dira. Hiru puntutako makurdura entsaiutan tentsio gorenean aurkitzen den material bolumena lau puntutakotan aurkitzen dena baino askoz txikiagoa da. Materiale hauen hausturek beraien jatorria akats edo zikinkeri batean aurkitzen dutela ere kontutan hartu beharreko gauza da. Beraz azkeneko bi ezaugarrien arabera argi dago estadistikoki, akats hauetako bat aurkitzeko probabilitatea askoz handiagoa dela lau puntutako makurdura entsaiuan hirukoan baino, eta ondorioz haustura tentsioaren balioak ere modu berean ezberdinak izango dira. Wronski-k eta bere laguntzaileek ^[12] ohizko T6 altzairua eta konposizio bereko T6 sinterizatutako baten artean, zailtasun eta haustura erresistentziaren balioen arteko konparaketa egiten dute, eta bertan 5.5 irudian agertzen den grafika aurkezten dute. Grafika honetan argi ikusten denez, materiale mota berdinentzat, lau puntutako makurdura entsaiuan haustura tentsioaren balioak 1.4÷1.5 GPa balioen artekoak diren bitartean, entsailua hiru puntutakoa denean propietate berdinen balioak 2.3÷2.4 GPa balioen artekoa izatera pasatzen da. (Balio hauek sinterizatutako T6 altzairuarenak dira. Erdiko irudia). Beste bi irudietan beraiek konparatzen dituzten beste bi altzairuen balioak irudikatzen dira, eta modu berean bietan entsaiu motaren arabera ezberdintasunak zentzu berdinean nabariak dira. Hau dela eta, balio ezberdinen artean konparazioak egiteko orduan entsaiu motak duen garrantzai handia kontutan hartu beharreko gauza da, askotan ezberdintasunak ez baitira materialeagatik izango, entsaiu motagatik baizik.

Aurreko hau kontutan izanik, konparazioa egiten den bakoitzean entsaiu mota ere adierazi beharreko gauza dela argi dago. Lan honetan, lehen aipatu denez, entsaiuak lau puntutakoak izan dira. 5.6 irudian lan honetan lortu diren haustura balio guztiak elkarrekin irudikatu dira, eta denak 0.8÷1.8 GPa artekoak suertatu dira. Ohizko T15 altzairu batentzat, Beiss-ek eta Wähling-ek ^[104] haustura tentsioaren balioak 3.2÷3.9 GPa artekoak zirela aurkitu zuten, laminazioaren zuzenbidea

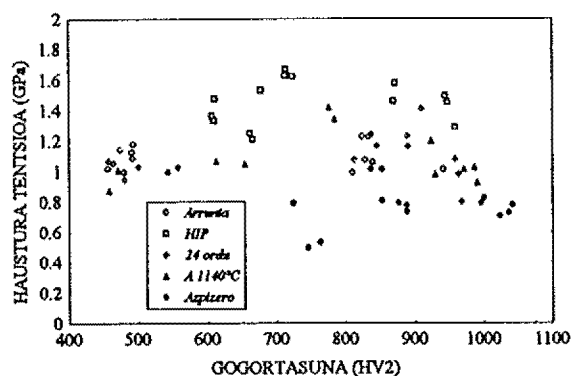


5.5 irudia.- Tenplatutako eta iratutako T6 altzairu batentzat lau puntutako (zirkulu beteak) eta hiru puntutako (zirkulu hutsak) makurdura entsaiaren bidez neurtutako haustura tentsioen arteko konparketa^[12].

ardatzarekikoa edo zeharkakoa zen arabera. Entsaiu honetako materialak HIP tratamendua pairatu zuen eta entsaiuak hiru puntutako makurduran egin ziren.

Kumar eta bere laguntzaileek^[105] HIPEz lortutako T15 motako altzairu batean lau puntutako makurdura entsaiuak egin zituzten, 3.1 GPa-tako haustura tentsiaren balioak neurtuz.

Wright eta laguntzaileek^[76] sinterizatutako T motako altzairu batekin ere, lau



5.6 irudia.- Termikoki tratatutako T15 altzairu batean gogortasunak haustura tentsioan duen eragina.

puntutako makurdura entsaiuan 1.0÷1.2 GPa arteko haustura balioak neurtu zituzten, materiale berdinarekin hiru puntutako entsaiua egiterakoan 1.9÷3.0 GPa arteko baliotara aldatuz. Beraien ustez balio txiki hauen zergatia, altzairuak duen porositateak hausturaren jatorria izateko nahikoa tamaina handia duela.

5.5.1. Dirauen austenitaren eragina

Lan honen aurretik, dirauen austenitak zailtasunarengan duen eragina mesedegarria dela beste zenbait ikertzaileek aipatu izan dute: Aranzabalek ^[106] burdinurtze esferoidal bainitikoetan eta Martinez-ek ^[25] altzairu lasterretan.

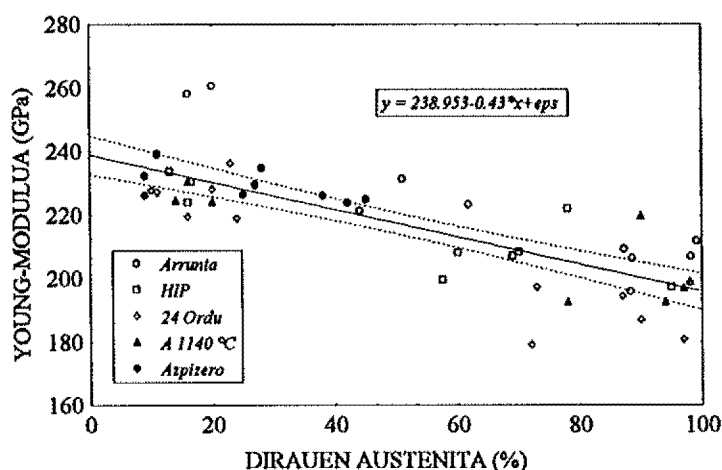
Austenitak duen eragina nagusiki isurpen plastikoa gertatzerakoan pitzadurek pairatzen duten borobilketan ikusten da, honen ondorioz gelditu egiten baitira eta beraz materialaren zailtasunak gora jotzen baitu. 5.7 irudiko argazkian honen adibide bat erakusten da. Bertan M_6C karburoa guztiz puskatua aurkitzen bada ere, pitzadura matrizearen eraginez gelditua aurkitzen da, modu honetan hausturaren jatorria izateko aukera ez duelarik.

Orain arte egin den moduan, austenitaren eragina eraldaketa osoa ematen den bitartean aztertuko da, hau da, gogortasun gorena eman den tenperaturaz azpitik iraotutako kasuetan. Hortik aurrera egon daitezken aldaketetan austenitak ez du zerikusirik, argibidea martensitak gainiraoketen ondorioz pairatzen duen biguntzean bilatu behar delarik.



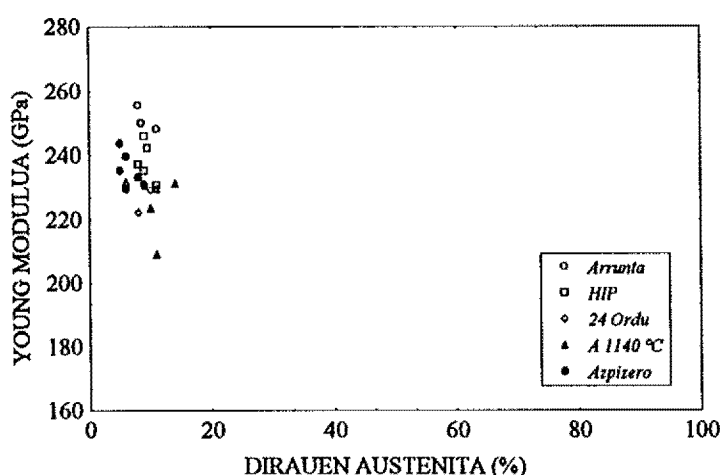
5.7 irudia.- Matrizeak gelditua aurkitutako pitzadura termikoki tratatutako T15 altzairuan.

5.5.1.1. Young-moduluan duen eragina



5.8 irudia.- Bigarren mailako gogortasunaren azpiko iraketa temperaturatarako, tratamendu ezberdinak ezarritako T15 altzairu batean dirauen austenitak Young-moduluarengan duen eragina.

harriskugarri izan badaiteke ere, honek young-moduluan austenitak duen eragina oso ondo erakusten du. Hau da, dirauen austenita handia denean young-moduluak 200 GPa



5.9 irudia.- Austenita guztiz eraldatzen denean Young-moduluak duen jarrera.

Dirauen austenita kantitatea gutxiagoa den heinean, materialaren Young-moduluaren balioak altuagoak dira 5.8 irudian argi ikus daitekenez. Bertan lan honetan lortutako emaitza denak aurkezten dira, eragina antzekoa izan baita aplikatutako tratamendua garrantzirik izan gabe. Agertzen diren puntu guztiak zuzen batera egokitzea

inguruko balioak hartzen ditu, eta 240 GPa ingurukoak dirauen austenita oso gutxi denean.

5.9 irudian, gain-iraotutakoetan neurtutako Young-moduluaren balioak irudikatu dira. Bertan tratamendu termikoaren eragin txiki bat ikus daiteke, baina nagusiki lehen

esandako balio gorenaren inguruan, 240 GPa inguruan hain zuzen, aurkitzen dira denak.

Irudi hauen arabera, eta 4.21 irudian tratamendu terkiko ezberdinen arabera aztertutakoaren ondoren, ondorioa ondokoa izan daiteke: Young-modulua 200 GPa inguruko balioetatik 240 GPa-etara iristen da austenita eraldatzen doan moduan, guztiz eraldatua arte. Hortik aurrera balioa ez da aldatzen, edo agian gorakako joera txiki bat azaltzen du, gainiraoketetan. Efektu hau ere, Urrutibeaskoak ^[52] PX30 altzairuarentzat eta Martinezek ^[25] T15 altzairuarentzat ikusi zuten.

Martinezek ^[25] dirauen austenita eta Young-moduloaren arteko erlazioa zuzen batez adierazi zuen. Zuzen honen ekuazioa ondorengoa da:

$$E \text{ (GPa)} = 205 - 0.75 \text{ (\%}\gamma \text{)} \quad (5.4)$$

Lan honetan aurkitutako erlazioa ondorengoa da:

$$E \text{ (GPa)} = 238 - 0.43 \text{ (\%}\gamma \text{)} \quad (5.5)$$

Lan honen kasuan lortutako erlazioan, balio absolutua askoz handiagoa da, baina austenita kantitatearen aldaketaren eragina azaltzen duen zuzenaren malda txikiagoa. Honen zergatia, lan honetan tenplaketak berak egindakoak baino gogorragoak izan direla da dudarik gabe.

5.5.1.2. Isurpen tentsioan eragina

Neurtu diren isurpen tentsioaren balioak, beste ikertzaileek neurtu dituztenak baino baxuagoak izan dira dudarik gabe, baina lehen aipaturiko entsaiu motaren eragina ere kontutan hartu behar da kasu honetan. Dena den, propietate honengan dirauen austenitak duen eragina ez du ia inork aipatzen.

4.30 irudian lan honetan aurkitutakoaren arabera, isurpen tentsioarengan dirauen austenitak duen eragina aurkeztu egin da. Grafikari argi bi maila ezberdin ikus daitezke. Austenita matrizean nagusi den bitartean (% 60÷70 inguru) neurtzen diren isurpen tentsioen balioak 0.5 GPa ingurukoak dira, une horretatik aurrera 1.0 GPa inguruko balioak neurtzeko.

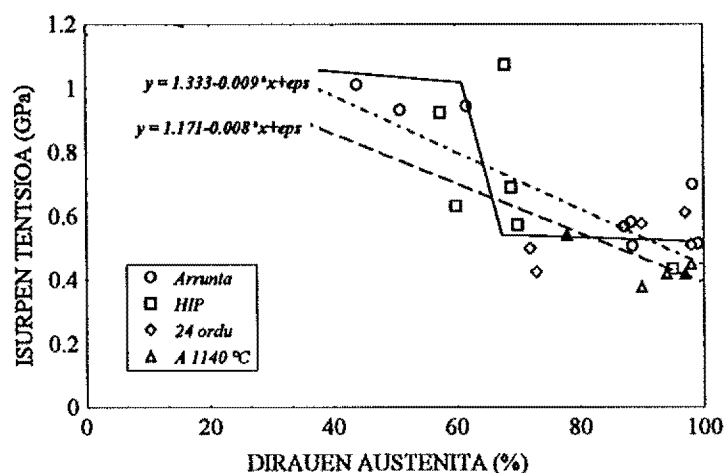
Urrutibeaskoak ^[52] PX30 altzairuarekin egin zuen antzeko lan batean lortu zituen emaitzak zuzen batera egokitu zituen. Lortu zuen erlazioa ondorengoa izan zen:

$$\sigma_y = 1.171 - 0.78 \gamma_R \quad (5.6)$$

Eredua jarraituz, lan honetan lortutako balioak ere zuzen batean egokitu ziren, emaitza ondorengoa izanik:

$$\sigma_y = 1.333 - 0.85 \gamma_R \quad (5.7)$$

Bi zuzen hauek, 4.30 irudiko emaitzekin batera 5.10 irudian aurkezten dira. Argi dago, bi zuzenen malda ia berdina izan arren, ez bata ez bestea, ez datorrela bat neurtutako balioekin.



5.10 irudia. Isurpen tentsioarengan dirauen austenitak duen eragina.

Urrutibeaskoaren ustez materialak austenita eta martensitaz osatutako konposatu bifasiko baten moduan jotzen du, eta beraz isurpen tentsioa tartean dauden bi faseen isurpen tentsioen konbinazio lineala dela. Hau da:

$$\sigma_y = \sigma_\gamma \cdot f_\gamma + \sigma_\alpha \cdot (1 - f_\gamma) \quad (5.8)$$

non σ_α eta σ_γ martensita eta austenitaren isurpen tentsioak hurrenez hurren eta f_γ dirauen austenitaren frakzio bolumetrikoa baitiren.

Austenitaren isurpen tentsioa matrizean dauden elementuen frakzioen funtzio da, ondorengo ekuazioak erlazionatzen dituelarik:

$$\sigma_y = 15.4 \cdot (4.4 + 23 \cdot C + 1.3 \cdot Si + 0.24 \cdot Cr + 0.94 \cdot Mo + 1.2 \cdot V + 0.29 \cdot W) \quad (5.9)$$

sinbolo kimiko bakoitzak matrizean elementu bakoitzaren pisu frakzioa edierazten duelarik.

5.3. taulan elementu hauek matrizean duten batazbesteko balioak aurkezten dira. Era berean, taulan bertan, Palma-k ^[24] proposaturiko eredu jarraituz matrizean estimatzen den karbono kantitatea adierazten da. Eredu honetan, dirauen austenitaren eta karburoen frakzioak erabiltzen dira azken hauek eta matrizeak duten osagai metalikoen portzentaiekin batera. Gauzak horrela lan honen T15 altzairuaren datuak erabiliz, matrizean estimatu den karbono edukina % 0.9-koa izan da.

5.3 taula-Matrizean aurkitzen diren elementu metalikoen portzentaiaak. Palmaren erdua jarraituz matrizean espero daiteken karbono edukina.

C	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
0.90	1.2	0.75	3.8	83.3	4.5	6.4

5.3 taulako balioak 5.9 ekuazioan ordezkatzuz austenitaren isurpen tentsioa 460 MPa-takoa dela kalkulatzen da.

Martensitaren isurpen tentsioa kalkulatzeko, gogortasunarekin duen erlazioa erabiltzen da:

$$\sigma_y \text{ (Kg/mm}^2\text{)} = \text{Gogortasuna HV} / 3 \quad (5.10)$$

Martensitak duen gogortasun balioa 730 HV da eta iraotutako martensitak aldiz 656 HV Bolton eta Yousseffi-k ^[107] adierazten dutenez. Beraz balio hauekin martensitaren isurpen tentsioak 2140÷2380 MPa arteko balio bat izango du.

Urrutibeaskoak, neurtu zituen emaitzekin egindako kalkuluez baliatuz, ondorengo balioak lortu zituen:

$$\sigma_y = 390 \text{ MPa} \quad \sigma_\alpha = 1171 \text{ MPa}$$

Austenitaren kasurako onargarria izan badaiteke ere, martensitaren kasuan oso urruti gelditu zen.

Aranzabalek ^[106] isurpen tentsioen arteko ezberdintasuna zela eta austenita martensita baino askoz lehenago deformatuko zela pentsatu zuen, eta horregatik ferritiko-perlitiko egituretan arabiltzen den expresio zuzendua aplikatu zuen:

$$\sigma_y = \sigma_y \cdot f_y^{1/3} + \sigma_\alpha \cdot (1 - f_y^{1/3}) \quad (5.11)$$

modu honetan ondorengo balioak lortuz:

$$\sigma_y = 476 \text{ MPa} \quad \sigma_\alpha = 1797 \text{ MPa}$$

lehengoak baino honagoak izanik ere, oraindik baxuagoak gelditzen direlarik.

Austenitaren % 30÷40ko eraldaketa ematen den bitartean, martensita nagusiki austenita den matrize baten baitan isolaturik dagoela pentsa daiteke. Beraz, matrizearen menpe dauden propietateak, nagusi den fase honen ezaugarrien menpe egongo dela ere pentsa daiteke. Beraz ondorengoa ziurta zitekeen:

$$\sigma_y = \sigma_\gamma \cdot f_\gamma$$

Hau da, matrizea guztiz austenitikoa balitz ($f_\gamma = 1$), lan honetan kalkulaturako isurpen tentsiaren balioen arabera, $\sigma_\gamma = 400\div 500$ MPa arteko balioa hartuko luke, 5.9 ekuazioaz lortutakoarekin ados dagoelarik. Maila aldaketa gutxigorabehera dirauen austenita % 70 denean ematen da. Hau da, % 30eko martensita kantitatea oraindik austenita nagusi den matrize batean isolaturik aurkitzen da eta oraindik ez ditu propietateak kontrolatzen. Puntu honetan neurtutako isurpen testsioaren balioak erabiliz $\sigma_\gamma = 500\div 700$ MPa artekoa izango litzateke. Balio hauek altuagoak izan arren, oraindik $\sigma_\gamma=460$ MPa balioarekin konparagarriak izan daitezke.

Une honetatik aurrera, sare martensitikoa hedatzen hasten da, eta beraz isurpen tentsioa handiagoa duenez, bera izango da matrizearen menpe dauden propietateak kontrolatzen dituenak. Modu honetan, oraindik matrizearen % 60a austenita denean, edo beste modura, matrizearen % 40 martensita denean, azken hau izango da propietateak kontrolatzen dituenak (hemendik aurrera plastizitaterik ez dago eta beraz ezinezkoa izango da isurpen tentsioa kalkulatu). Hau da:

$$\sigma_y = \sigma_\alpha \cdot f_\alpha$$

$f_\alpha=0.4\div 0.6$ artekoa dela eta martensita iraotuaren isurpen tentsioa 2140 MPa dela kontutan izanik, 5.13 ekuazioa erabiliz $\sigma_y = 857\div 1285$ MPa artean egongo da. Lan honetan kalkulaturako isurpen tentsioak alde horretan tartearen barnean gelditzen dira, eta beraz martensitak eta austenitak matrizearen menpe dauden propietateen kontrola bakoitzak bere aldetik kontrolatzen ditu: austenitak %30eko eraldaketarik pairatzen ez

duen bitartean eta martensitak austenitaren %40ko eraldaketa ematen den hunetik aurrera, erdiko tarte hori iragankortzat har daitekelerik.

5.5.2. Makurduran hausturarekiko erresistentzia

Lehen aipatua gelditu den bezala, haustura tentsioaren neurketen balio ezberdina gerta daiteke entsaiu motaren arabera. Hiru edo lau puntutako entsaiuek aurkezten duten ezberdintasunaz gain beste bi arazo ere aipatu behar dira: lau puntutan eginiko makurdura entsaiuetan, gehinetan barne arrabolen arteko distantzia oso txikia da (usadioz 8 mm) lan honetan 20 mm-takoa izan delarik. Tentsio gorenean dagoen bolumena handiagoa denez era berean haustura tentsioaren balioak txikiagoak izango dira lehen argitu den bezala. Bigarren arazoa, kalkuluak egiterakoan plastizitatea ez dela kontutan hartzen da. Modu honetan lortutako emaitzak ere, plastizitatea kontutan hartzen dituzten emaitzak baino handiagoak dira. Mota honetako kalkulutan Shelton-ek eta Wronski-k ^[14] % 50eko gainestimazioak aurkitu izan dituzte.

Nahiz neurketetan ager daitezken ezberdintasun handiak izan, eta nahiz lan honetako baldintzak guztietan emaitza baxuen emango dituenak izan, lan honetako emaitzak beste ikertzaileek argitaratutakoekin konpara daitezke: Wronski eta lag. ^[12] 1÷2 GPa T6-rentzat, Shelton eta lag. ^[14] 0.9÷1.5 GPa M2-rentzat edo Wright eta lag. 0.3÷1.3 GPa hutsean sinterizatutako T42-rentzat. Lan honetako baldintza berdinetan entsaiatutako PX30 batentzat Urrutibeaskoak ^[52] 0.7÷1.5 GPa arteko emaitzak aurkeztu zituen. Balio askoz altuagoak ere aurkeztu izan dira: Beiss eta Wähling ^[104] 3.2÷3.9 GPa ohizko altzairu laster batean edo Takigawa eta lag. ^[81] 4.1 GPa inguruko balioak HIPEz sinterizatutako T15a.

5.5.2.1. Aldagai ezberdinek makurduran haustura tentsioarekiko duten eragina

Dirauen austenitak propietate honengan duen eragina 4.32 irudiko grafikak aztertuz ikus daiteke. Ezarritako tratamendu termiko guztien ondoren lortutako emaitzak antzeko jokaera dute. Gogortasun goranaren azpiko iraoketa tenperaturatan lortutako balio guztiak antzekoak dira. Hau da, dirauen austenitak ez dirudi garrantzi gehiegirik duenik haustura tentsioan. Beste ikuspuntu batetik ere begiratuko da. Iraoketa tenperatura igotzen doan heinean, eta beraz dirauen austenita kantitatea txikiagoa den heinean, haustura erresistentziak gorakako joera txiki bat dauka, baina gutxigorabehera % 60-ko austenita kantitatea eraldatzeke dagoenean, edo beste modu batera, %40 martensitara eraldatu denean, joera hori moztu egiten da austenita osoa eraldatzen den ditartean. Hau da, hasieran matrize austenitikoak kontrolatzen du propietate hau, ondoren martensita agertzen denean pixka bat behera egiten duelarik. Eraldaketa osoaren ondoren, hausturaren balioa handitu egingo da dudarik gabe, iraotutako martensitaren erresistentzia handiagoa baita gainiraoketa handiagoa den heinean.

Orain azaldutako hau nagusiki 4.33 irudiko 1140 °C tratamenduari dagokion adierazpenean ikus daiteke.

Tratamendu termikoei dagokienez, lan osoan bezala HIP tratamenduari dagozkion haustura tentsioaren balioak besteak baino zerbait altuagoak dira, ziurrena porositatea itxiagoa dutelako, eta balio txarrenak azpizero tratamenduari dagozkio, beraien gogortasuna askoz handiago izan arren hauskorragoak direlako, eta beraz materiale horren erresistentzia ere txikiagoa izango delako.

5.5.3. Fraktografia

Austenitak eta martensitak orain arte emaitzen arabera azaldu duten jokaera ezberdina, haustura gainazalak ikusterakoan berriz ere begi bistan azaldu da. 4.34 eta 4.35 irudiko mikroargazkietan argi ikusten da: lehenengoan (460 °C-tako iraoketa tenperatura) matrizearen %98a austenita da eta haustura ale ingurukoa da, eta bigarreanean (620 °C-tako iraoketa tenperatura) matrizearen % 91 martensita da eta haustura ale zeharkakoa da. Aurkezten diren beste tratamenduetakoetan antzeko zerbait gertatzen da, baina baliteke ikustea zailagoa izatea bien arteko austenita edukinaren ezberdintasuna txikiagoa baita. Gainera, azpizero tratamenduaren kasuan, 460 °C-tan iraotutakoak % 50eko austenita du eta puntu hau austenitak propietateak kontrolatzetik martensitak kontrolatzera aldatzen den puntutik oso gertu dagoenez zailtasuna handiagoa izango da.

Gauza bera zailtasuna neurtzeko erabili diren probetetan eginiko haustura gainazaleko mikroargazkietan ikusten da, azpizero tratamenduaz tratatuak egotean lehen aipatutako arrazoi horregatik austenitadunaren hasutura mota hain ale ingurukoa ez izatea eman dezakelarik.

Pitzaduraren hedapena mikroegituraren menpe dago baldin pitzaduraren puntan alderdi plastikoaren tamaina metalurgiko parametroen tamaina adinekoa den. Parametro hauek ale tamaina, karburoen tamaina, ... izan daitezke. ^[108]. Deformazio lauaren baldintzetan, alderdi plastikoaren radioa ondorengo ekuazioa erabiliz kalkulatzen da:

$$r_p = \frac{1}{6 \cdot \pi} \cdot \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_y} \right)^2 \quad (5.14)$$

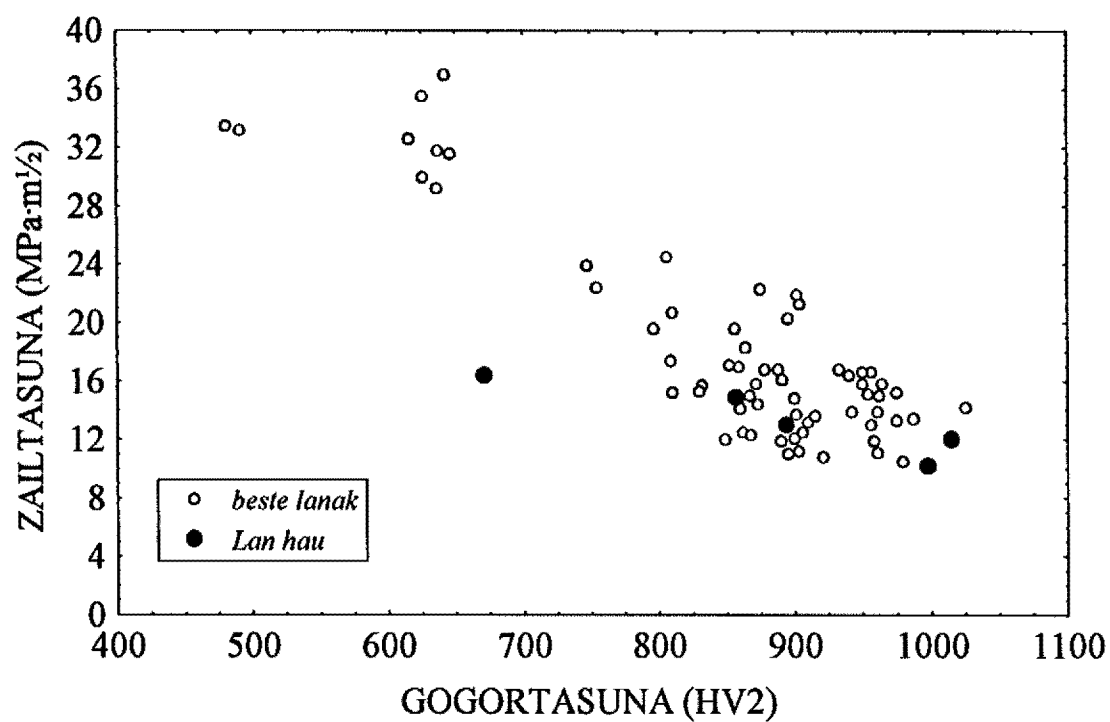
Zailtasun balioak eta lau puntutako makuduraz lortutako isurpen tentsioen balioak erabiliz zera lortzen da: iraoketa tenperatura 460 °C izan denean, zailtasuna

16.4 MPa $\sqrt{m}$ eta isurpen tentsioa 0.5 GPa ingurukoa da (gogora dezagun austenitak kontrolatzetik martensitak kontrolatzera aldatzen den mugatik gertu dagoela). Datu hauekin alderdi plastikoaren tamaina 57 μm tamaina ingurukoa lortzen da. Hau da, edozein mikroegituraren parametroren tamaina baino askoz altuagoa. Baldintza berdin hauetan martensitari dagokion 1 GPa-etako isurpen tentsioa erabiliko balitz, alderdi plastikoaren tamaina 14 μm izatera aldatuko litzateke. Baldintza okerrenak hartuko balira (iraoketa tenperatura 540 °C denean, zailtasuna 10.2 MPa $\sqrt{m}$ eta isurpen tentsioa 1 GPa) alderdi plastikoaren tamaina 5 μm -tako kalkulatuko litzateke.

Isurpen tentsioa batzuetan, Vickers-en neurtutako gogortasuna herena bezala kalkula daiteke (Kg/mm²-tan). Modu honetara egingo balitz isurpen tentsioak 2.2 eta 3.3 GPa-takoak eta alderdi plastikoaren tamainak 3 eta 0.5 μm -takoak izango lirateke. Azken hauek agian txikiegiak gerta daitezke.

Dena den, lortutako emaitzen arabera, mikroegiturak kasu honetan eragina baduela esan daiteke, orain arte azaldu izan den moduan.

5.11 irudian gogortasunaren funtzioan zailtasunaren balioak irudikatu dira. Bertan beste ikertzaileek Barker entsaiaren bitartez lorturiko emaitzekin konparaketa egiten da. Gogortasuna handia denean, bibliografian aurkitutako balioek osatzen duten multzo zabalaren barnean ^[110] aurkitzen dira lan honetako emaitzak. Gogortasun gutxi eta austenita kantitate handia duen probetarekin lortutako balioa espero zitekeen zailtasun balioa baino txikiagoa izan da. Hau beste ikertzaile batek ere ikusi zuen ^[111] altzairu lasterretan eta baita ADI burdinurtuan dirauen austenita handia zenean. Jokaera hau, austenitak duen ezegonkortasunarengatik izan daiteke, deformazio plastikoa ematen denean eralda daitekelako bi unetan: nekeduraz pitzadura egiten ari den bitartean edo haustura bera gertatzen ari denean.



5.11 irudia.- Lan honetan lortutako zailtasun balioak eta bibliografian aurkitutako balioen arteko konparazioa.

ONDORIOAK

6.- ONDORIOAK

1. T15 erreminta-altzairu lasterraren hauts esferiko finak lotzaile organiko termoplastiko batekin elkartzean lortzen den nahasdura, edozein itxurako molde batean injektatzea posiblea da. Era berean, lotzaile organiko hori termoegonkorra baldin bada, nahasduraren enbutizio sakona egitea ere posiblea da, pareta estuko ontziak hauts metalurgiaz zuzenean inolako mekanizaziorik gabe lortuz.
2. Uretan atomizatutako aurrez aleatutako T15 erreminta-altzairu lasterraren hautsak hutsean sinterizatzean, sinterizazio tenperatura egokiena 1270 eta 1255 °C dira karbono gehikuntzarik gabe eta gaikuntzadun kasuetan hurrenez hurren. Kasu berdinentzar, baina sinterizazioa % 90 N₂ - % 9 H₂ eta % 1 CH₄-z osatutako nahasketa industrial batean egiten bada, tenperaturak 1225 eta 1205 °C-tara jeisten dira. Bestalde, injekziozko moldeaketaz lortutako piezak, hau da hauts esferiko finaz osatutakoak, beraien sinterizazio tenperatura egokiena 1150 °C-tan dute.
3. Uretan atomizatutako aurrez aleatutako T15 erreminta-altzairu lasterraren hautsaz osatutako piezen gas sinterizazioan tenperatura egokiena, 1180 °C-tara jeisten da % 5 kobalto gehikuntzarekin, guztira % 10 edukina lortuz.. Materiala une horretan kobaltoz saturatu egiten da, gehikuntza handiago batek inolako eraginik izan gabe.

4. Gas atmosferan sinterizazioa egin ondoren, dirauen austenita hutseko sinterizazioan baino egonkorragoa da. Hau dela eta, eraldatu ahal izateko beharrezkoa den iraoketa tenperatura handiagoa da, eta beraz bigarren mailako gogorketa ere tenperatura handiago batean lortzen da. Hutseko sinterizaziotik lortutakoentzat tenperatura hau 525 °C izan da eta gasezkoentzat aldiz 575 °C. Era berean, gogortasun maila altuagoa da azken kasu honetan. Austenizazioa bi kasuetan sinterizazio tenperatura egokiena baino 15 °C azpitik eta tenplaketa oliotan egin da.
5. Materialari aplikatutako tratamendu termikoetan zenbait aldaketek, austenizazio tenperatura 1140 °C-tara jeitsi, tenplaketa nitrogeno likidotan egitea, tenplaketa eta iraoketa bitartean 24 orduko epea utzi edo HIP tratamendua aplikatu, ez dute eraginik materialak propietate mekanikoen aurrean izango duen jarrerari.
6. Materialaren gogortasuna eta berak duen dirauen austenita kopurua linealki erlazionaturik daude, eraldaketa osoa ematen den bitartean, edo beste modura, bigarren mailako gogortasun gorena ematen den bitartean. Hau da, tarte horretan materialaren jokaera edozein bi aldagaien funtzioan azter daiteke. Puntu honetatik aurrera, gainiraoketa maila da materialaren propietateen kontrola ezartzen duena.
7. Elastikotasun modulua matrizeak duen austenita eta martensita frakzioen menpe eta aplikatutako tratamenduen menpe dago, eta 200÷240 GPa arteko balioa dauka eraldaketa osoa ematen den bitartean. Une horretatik aurrera igotzeko joera dauka gainiraoketak gora egiten duen moduan.

8. Isurpen tentsioa matrizeak kontrolatzen du, baina austenitak eta martensitak bakarki ondo ezberdintzen dituen bi zatitan: matrizean austenita kopurua % 70 edo gehiagokoa denean bera da kontrola duena, baina portzentaia hau % 60tik jeisten denean martensitak du kontrola. Gelditzen den tartea transiziozkoa dela esan daiteke.
9. Austenitiko martensitiko eraldaketa ematen den bitartean, haustura tentsioa $1.0 \div 1.2$ GPa arteko balio konstanteak azaltzen ditu tratamendu termikoaren arabera. Eraldaketa osoa eman ondoren, bere joera gorakoa da gainiraoketa handiagoa den neurrian.
10. Muestraren austenita edukina %70tik gorakoa izan denean, mikroplastizitatearen aztarnak aurkitu dira haustura gainazaletan. Kasu hauetan, haustura ale-tartekoa izan da. Beste kasuetan aldiz, haustura ale-zeharkakoa izan da. Kasu guztietan, hausturaren jatorria, aurkitu denean, hondar porositatea izan da.

IRADOKIZUNAK

7. IRADOKIZUNAK

1. Sinterizazio baldintzatan batez ere nitrogenu xurgapenean garrantzi handia azaldu duten karbono eta bario edukina altuagoa duten konposizioen sinterizazioa ikasi.
2. Ondorengo sinterizazioan garrantzia izango duten karbono eta/edo nitrogenua hondar moduan utzi dezaketen lotzaile organikoak aztertu.
3. Ondoren propietate mekanikoak aztertzeko injekziozko moldeaketa zuzenean barrak sortu, hautu finaren ezaugarriak ezaugarritzeko.
4. Lan honetan gainraoketarekin propietateak duten joera ona noraino iritsi daitekeen ikusteko asmoz tratamendu termikoetan gainraoketa altuagoak egin
5. Lan honetan azaldutako nitrogenua aberatsa den atmosferan sinterizatu, baina presiopean, nitrogenuaren xurgapenean eraginik duen ikusteko.

ERREFERENTZIAK

ERREFERENTZIAK

- 1.- R. Piotrkowski y R.A. Versaci; *J. Mater. Sci. Lett.*, 6, 1987, p. 1382.
- 2.- H. Fredriksson, M. Hillert y M. Nica; *Scand. J. Metall.*, 8, 1979. p. 115
- 3.- J.J. Rayment y B. Cantor. *Met. Sci.*, Marzo 1978. p.156
- 4.- R.S. Irani, C.S. Wright y A.S. Wronski. *J. Mater. Sci. Lett.*, 1, 1982, p.318
- 5.- A. Basu, B.K. Ghosh, S. Jana y S.C. Dasgupta; *Met. Technol.*, (NY), Abril, 1980, p.151
- 6.- P. Maulik y W.J.C. Price; *Powder Metall.*, 30 (3), 1987, p.165
- 7.- T.A. Neumeyer y A. Kasak. *Metall. Trans.* (3), Agosto, 1972, p.2281
- 8.- W.J.C. Price, M.M. Rebbeck, A.S. Wronski y S.A.Amen. *Powder Metall.*, 28 (1), 1985. p.1
- 9.- M.R. Ghomashi y C.M. Sellars; *Met. Sci.*, (18), Enero, 1984, p.44
- 10.- F.L. Jagger, W.J.C. Price, P.I. Walker y P. Smith. *Powder Metall.* (3), 1977, p. 151
- 11.- P. Beiss y M.T. Podob; *Powder Metall.*, 30 (4), 1987. p.240
- 12.- A.S. Wronski, L.B. Hussein-Al-Yassari y F.L. Jagger. *Powder Metall.*, 22, 1979, p.109
- 13.- P.W. Shelton y A.S. Wronski, *Mater. Sci. And Techn.*, vol 13, abril, 1987, p.260.
- 14.- P.W. Shelton y A.S. Wronski; *J. Mater. Sci.*, vol 17, Nov. 1983, p.533.
- 15.- S.C. Lee y F.L. Worlaza, *Metall. Trans.*, vol 12A, Agosto 1981, p. 1477
- 16.- V.P. Martinez, R.H. Palma y J.J. Urkola; *Proc. II Congreso Mundial Vasco*, Dic 1987, Bilbao
- 17.- V.P. Martinez, R.H. Palma y J.J. Urkola; *Proc. Intern. Confer on Hot Isostatic Pressing of Materials*, abril 1987, Amberes, Belgica.
- 18.- K. Erichsson; *Scand. J. Metall.*, vol 2, 1973, p. 197
- 19.- E.A. Almond y R.S. Irani, *Powder Metall.* Vol 24, 1981, p.105

- 20.- I.Kvasnicka. *Powder Metallurgy*, 1983, vol 26 n°3, p.145
- 21.- I. Urrutibeaskoa, V.P. Martinez y J.J. Urkola. *Anales de la Mecánica de la Fractura*, 1992, vol 9, p.199
- 22.- R.H. Palma, I. Urrutibeaskoa, V.P. Martinez y J.J. Urkola. *Journal of Materials Science* 27, 1992, p.2026
- 23.- I. Urrutibeaskoa y J.J. Urkola. *Powder Metallurgy* 1993, vol 36 n°1, p.47
- 24.- R.H. PALMA HILLERNS; *Tesis Doctoral*, E.S.I.I., Universidad de Navarra, Donostia 1990
- 25.- V.P. MARTINEZ ZELADA; *Tesis Doctoral*, E.S.I.I., Universidad de Navarra, Donostia 1990
- 26.- G. Maeder, Y. Ramon, G. Thorel and J. Barrails; *Mémoires Scientifiques Revue Métallurgie*, Mai 1975, p. 397
- 27.- Materials science and technology. A comprehensive treatment. Edited by r.w.cahn, p. Haasen, e.j. Kramer. Vol. 7. Constitution and properties of steels. Volume editor f.b. Pickering.
- 28.- G. Hoyle. "*High Speed Steels*". Butterworths, 1988.
- 29.- Jacobs M.H., Newbery R.B., Taylor L., Coad J.P. (1984) in: *Heat Treatment 84*. London. The Materials society, 2.1.
- 30.- G. Roberts, R. Cary. "*Tool Steels*". 4th edition. American society for metals. Metals park, ohio. 1980.
- 31.- Hehemann R.F. y Troiano A.R., 1958, *Iron Age*, Dec 52 and 94.
- 32.- Merhar, J.R..*The International Journal of Powder Metallurgy*, 27, 1991. p. 105.
- 33.- Pease, L.F.*The International Journal of Powder Metallurgy*, 22, 1986. p. 177
- 34.- Mutsuddy, B.C. *Ceramic Bulletin*, 68, 1989. p. 1796
- 35.- Willermet, P.A., Pett, R.A., Whalen, T.J. *Ceramic Bulletin*, 57, 1978. p. 744
- 36.- Mangels, J.A., Williams, R.M. *Ceramic Bulletin*, 62, 1983. p. 601.
- 37.- Whalen, T.J., Trela, W., Baer, J.R.. *The International Journal of Powder Metallurgy*, 27, 1991. p. 155.

-
- 38.- Fanelli, A.J., Silvers, R.D., Frei, W.S., Burlew, J.V., *Journal of American Ceramic Society*, 72, 1989. p. 1833
- 39.- Mutsuddy, B. *Advanced Ceramic Materials*, 2, 1987. p. 213.
- 40.- German, R.M., Kubish, D.; *The International Journal of Powder Metallurgy*, 29, 1993. p. 47.
- 41.- Zhang, H., German, R.M., *Metallurgical Transactions A*, 23 A, 1992. p. 377
- 42.- Lin, S.T., German, R.M., *Metallurgical Transactions A*, 21 A, 1990. p. 2531.
- 43.- Kipphut, C.M., German, R.M., *The International Journal of Powder Metallurgy*, 27, 1991. p. 117.
- 44.- German, R.M. *Advances In Powder Metallurgy*, 3, 1989. p. 51.
- 45.- Lograsso, B.K. y col. *The International Journal of Powder Metallurgy*, 25, 1989. p. 337
- 46.- Chung, C.I., Rhee, B.O., Cao, M.Y., Liu, C.X. *Advancers In Powder Metallurgy*, 3, 1989. p. 67.
- 47.- Lin, S.T., German, R.M., Hens, K.F., Lee, D. *Advances In Powder Metallurgy*, 2, 1991. p. 33.
- 48.- Bankovic, D.R., German, R.M. *Advances In Powder Metallurgy*, 2, 1991. p.195.
- 49.- Fox, R.T., Lee, D. *The International Journal of Powder Metallurgy*, 26, 1990. p. 233
- 50.- "Powder Injection Molding, by R.M. German, MPIF, 1990 USA.
- 51.- R. Wähling, P.Beiss y W.J. Huppmann. *Powder Metallurgy*. 29 (1). 1986. p 53
- 52.- I. Urrutibeaskoa Irala; *Tesis Doctoral*, E.S.I.I., Universidad de Navarra, Donostia 1992
- 53.- P. R. Wilyman. *Powder Metallurgy*. 28 (2) 1985: p. 85
- 54.- D.B. Rayaprolu y A. Hendry. *Mater Sci. Technol*. 2. Febrero 1988. p. 136
- 55.- UNIVERSITY OF BRADFORD ENGIENERING MATERIALS GROUP. Internal Report. 1988
- 56.- J.V. Bee, J.V. Wood, P.R. Brevin, P.D. Nurthen. *Proc. Powder Metallurgy Meeting*, San Francisco, U.S. Sept, 1985

- 57.- J.D. Bolton and H.O. Baah. *Powder Metallurgy* vol 34 n°4 p 273. 1991
- 58.- W.A. Kaysser and G. Petzow. *Powder Metallurgy* vol 28, n° 3, p.145, 1985
- 59.- J. Weiss and W.A. Kaysser. *Progress in nitrogen Ceramics*. Edited by F.L. Riley M. Nijhoff Publishers, p.169, 1983
- 60.- R.M. German and K.A. D'Angelo. *International Metals Reviews*, vol 29, n°4, 1984
- 61.- B.A. James. *Powder Metallurgy*, vol 28, p.121, 1985
- 62.- R.M. German. *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol.26, n°1, p.23, 1990
- 63.- A.F. Sanin, D.M. Karpinos, V.I. Kalinichenco and V.A. Dororatskii, *Soviet Powder Metall. Met. Ceram.*, vol 25, p 202, 1986
- 64.- S. Takajo, M. Nitta and M. Kowano, *J. Japan Soc. Powder and Powder Metall.*, vol 33, p 398, 1986
- 65.- R.M. German: "*Liquid Phase Sintering*". Plenum Press, N.Y. 1985
- 66.- S. Banerjee, V. Gemenetzis and F. Thümmel. *Powder Metallurgy*, vol 23 (3), 1980, p.126
- 67.- O. Grindler, L. Berglin y M. Sporrang. *Modern Developments in Powder Metallurgy*. Vol 17, Princeton, N.J. MPIF, 1985, p. 407
- 68.- S. Banerjee y P.G. Mukanda. *Powder Metallurgy*, 27 (2) 1984: p. 93
- 69.- R. Wilson; "*Metallurgy and Heat Treatment of Tool Steels*", McGraw Hill, N.Y. 1975
- 70.- E.J. Dulis and T.A. Neumeyer; "*Materials for Metal Cutting*", n° 126, London, Iron and Steel Inst., 1970
- 71.- W.J.C. Price, M.M. Rebbeck and A.S. Wronski; *Powder Metallurgy* 28 (2) 1985 p.79
- 72.- T.A. Neumayer y A. Kasak; *Metall. Trans.* (3) Agosto 1972, p 2281
- 73.- R.H. Palma, V. Martínez y J.J. Urkola; *Proc VIII Cong. Int. De Minería y Metalurgia*, Octubre 1987, Oviedo
- 74.- V.P. Martínez, R.H. Palma y J.J. Urkola; *J. Met. Powder Report*, vol 44 (11), Nov 1989. p.751

-
- 75.- V.P. Martinez, R.H. Palma and J.J. Urkola; *Rev. Met, CENIM*, 25 (2) 1989: p.79
- 76.- C.S. WRIGTH, A.S. WRONSKI Y M.M. REBBECK; *Metals Tech.*, vol 11, Mayo 1984: p.181
- 77.- S. Talacchia, A. Andonegi y J.J. Urkola; "*Congreso Mundial de Metalurgia de Polvos*", Paris, 1994
- 78.- A.H. Grobe y G.A. Roberts: *Trans. ASM*, 40, 1948: p.435
- 79.- J.C. Hamaker, V.C. Strang y G.A. Roberts, *Trans ASM*, 49, 1957: p.550
- 80.- G. Hoyle y E. Ineson, *J. Iron Steel Inst.*, 191, 1959: p.44
- 81.- H. Takigawa, H. Manto, N. Kawai y K. Homma, *Powder Metallurgy*, 4, 1981, p.196
- 82.- W.T. Haswell, W. Stasko y F.R. Dax.: "*Processing and Properties of High Speed Tool Steels*", ed . M.G.H. Wells y L.W. Lherbier, The Metall Soc. Of AIME, Warrendals P.A., 1980: p.147
- 83.- A. Kasak y E.J. Dulis, *Powder Metall.*, nº 2, 1978: p.114
- 84.- P.K. Kar, B.P. Saha y G.S. Upadhyaya. *The International Journal of Powder Metallurgy* vol 29 nº2 1993: p. 139
- 85.- M.M. Oliveira, O Sousa Ribeiro y A.S. Wronski. *PMI* vol 25 nº 5 1993: p.215
- 86.- M.M. Oliveira, J. Masa Carehnas y A.S.Wronski. *Powder Metallurgy* vol 36, nº 4, 1993, pp.281
- 87.- M. Santos, M.M. Oliveira, M.M. Rebbeck y A.S. Wronski, *Powder Metallurgy* vol 34 nº 2, 1991, p.93
- 88.- S. Timoshenko; "*Strength of Materials*". 3 ed, ., London, Van Nostrand, 1969: p. 92-175
- 89.- A. Nadai; "*Theory of flow and fracture of solids*", 2 ed, vol 1, Ed. McGraw-Hill, N.Y., 1950, p. 363
- 90.- C.M. Sellars; "*Quantitative Metallography*". E.S.I.I. Universidad de Navarra, Donostia, nov 1981
- 91.- J.I. Astiazaran eta S. Jauregi. *Barne Lana*. Materialetako saila. C.E.I.T. Donsotia
- 92.- R.M. German. *Am. Ceram. Bull.* 70 (8) 1991, p. 1298

- 93.- R.H.Palma, V.P. Martinez, J.J. Urkola. *Powder Metallurgy* **1989**, vol 32 nº 4, p.291
- 94.- I. Urrutibeaskoa, R.H. Palma, V.P. Martinez, J.J. Urkola, *Powder Metallurgy* **1990** vol 33 nº4 p.305
- 95.- S. Talacchia, J. Amador , R. Reinstadler y J.J. Urkola. *Metal Powder Report*, Junio **1995**, p.16
- 96.- C.S: Wright. *Powder Metallurgy* **1989** vol 32 nº 2 p 114
- 97.- C.S:Wright, M. Lewicka, Price, Fontaine. *Powder Metall.* **1989**, vol 32 (2) pp.109-13
- 98.- M. Hirano and N. Kawai. *Met. Powder Report* **1986**, July, p.527
- 99.- C.S:Smith: *Trans. AIME*, **1948**, vol 175, p.15
- 100.- P. Hellmann and M. Hillert: *Scand. J. Metall*, **1975**, 4, 211-219
- 101.- S. Talacchia, J.I. San Martin, I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, R.H. Palma, V. Martinez y J.J. Urkoal, *Powder Metallurgy*, **1993**, vol 36 nº4, p.275
- 102.- R.L. Miller, *Transactions of the ASM*, vol 57, **1964**, p.893
- 103.- J. Durmin y K.A. Ridal, *Journal of the Iron and Steel Institute*, jan **1968**, p.60
- 104.- P. Beiss y R. Wähling; *Proc. Modern Developments in Powder Metall.*, vol 18, **1988**, Princeton, N.J., USA.
- 105.- K.S. Kumar, A. Lawley y M.J. Koczak. *Metallurgical Transactions A*, vol 22A, nov **1991**. p.2747
- 106.- J. Aranzabal; *Tesis Doctoral*, E.S.I.I., Universidad de Navarra, Donostia **1991**
- 107.- J.D. Bolton y M. Youseffi, *POwder Metallurgy*, **1993**, vol 36, nº2,p.142
- 108.- Olsson y H.F. Fichmeister; *Powder Metallurgy*, 1, **1978**, p. 13
- 109.- J.F. Knott; "*Fundamentals of Fractura Mechanics*", London, Butterworths, **1973**, p. 49
- 110.- I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, F. Fernandez, S. Talacchia, R.H. Palma, V.P. Martinez y J.J. Urkola. *The Internatinal Journal of Powder Metallurgy*, 29, **1993**, p. 367
- 111.- X. Irizar, *Karrera Bukaerako Proiektua*, ESII, Donostia, **1993**

PATENTEAK

PATENTEAK

Lan honetan zehar bi europa maila lortutako bi patentetan parte hartu izan da eta ondorengo tituloez erregistratuak izan dira:

- PROCESS FOR DEEP DRAWING OF CERAMIC AND/OR METALLIC POWDERS FOR THE FABRICATION OF GREEN COMPACTS FOR LATER SINTERING.
- PROCESS TO OBTAIN GREEN COMPACTS FOR LATER SINTERING



P.B.5818 - Patentlaan 2
2280 HV Rijswijk (ZH)
☎ (070) 3 40 20 40
TX 31651 epo nl
FAX (070) 3 40 30 16

Europäisches
Patentamt

Zweigstelle
in Den Haag
Eingangs-
stelle

European
Patent Office

Branch at
The Hague
Receiving
Section

Office européen
des brevets

Département à
La Haye
Section de
Dépôt

Jauregui Etxebeste, Sebastian
Puerto, 8 - 4 Drcha.
E-20003 Donostia
ESPAGNE

Datum/Date

13/09/95

Zeichen/Ref./Réf.

Anmeldung Nr./Application No./Demande n°./Patent Nr./Patent No./Brevet n°.

95500061.7-2111

Anmelder/Applicant/Demandeur/Patentinhaber/Proprietor/Titulaire

INDUSTRIAS QUIMICAS DEL URUMEA, S.A.

DESIGNATION AS INVENTOR - COMMUNICATION UNDER RULE 17(3) EPC

You have been designated as inventor in the above-mentioned European patent application. Below you will find the data contained in the Designation of Inventor and further data mentioned in Art. 128(5) EPC:

DATE OF FILING : 26.04.95

PRIORITY : ES/27.04.94/ ES 9400884

TITLE : Process to extract green compacts for later sintering

DESIGNATED STATES : DE FR GB IT NL

INVENTOR (PUBLISHED = 1, NOT PUBLISHED = 2):

1/Iglesias Hernandez, Luis/Carretera a Navarra-Epele, km. 39/E-20120 Hernani (Guipuzcoa)/ES

1/Echeverria Pascual, Jose Maria/Carretera a Navarra-Epele, km. 39/E-20120 Hernani (Guipuzcoa)/ES

1/Urkola Galarza, Jose Javier/Zaballarreta Lorategia, 2 - 1 A/E-20400 Tolosai (Guipuzcoa)/ES

1/Castro Fernandez, Francisco/Paseo Arriola, 27 - 2 B/E-20009 Donostia/ES

1/Jauregui Etxebeste, Sebastian/Puerto, 8 - 4 Drcha./E-20003 Donostia/ES

1/Gonzalez Lopez, Eva/Txingurri, 12 - 6 D/E-20017 Donostia/ES

DECLARATION UNDER ARTICLE 81 EPC:

The applicant(s) has (have) acquired the right to the European patent under an agreement dated 01-09-1995

RECEIVING SECTION





P.B.5818 - Patentlaan 2
2280 HV Rijswijk (ZH)
☎ (070) 3 40 20 40
TX 31651 epo nl
FAX (070) 3 40 30 16

Europäisches
Patentamt

Zweigstelle
in Den Haag
Eingangsstelle

European
Patent Office

Branch at
The Hague
Receiving
Section

Office européen
des brevets

Département à
La Haye
Section de
Dépôt

Jauregui Etxebeste, Sebastian
Puerto, 8 - 4 Drcha
E-20003 Donostia
ESPAGNE

Datum/Date

19/07/95

Zeichen/Ref./Réf.

Anmeldung Nr./Application No./Demande n°/Patent Nr./Patent No./Brevet n°

95500060.9-2111

Anmelder/Applicant/Demandeur/Patentinhaber/Proprietor/Titulaire

INDUSTRIAS QUIMICAS DEL URUMEA, S.A.

DESIGNATION AS INVENTOR - COMMUNICATION UNDER RULE 17(3) EPC

You have been designated as inventor in the above-mentioned European patent application. Below you will find the data contained in the Designation of Inventor and further data mentioned in Art. 128(5) EPC:

DATE OF FILING : 26.04.95

PRIORITY : ES/27.04.94/ ES 9400885

TITLE : Process for deep drawing of ceramic and/or
metallic dusts for the fabrication of green
compacts for later sintering

DESIGNATED STATES : DE FR GB IT NL

INVENTOR (PUBLISHED = 1, NOT PUBLISHED = 2):

1/Echeverria Pascual, Jose Maria/Carretera a Navarra-Epele, Km. 39/
E-20120 Hernani (Guipuzcoa)/ES

1/Iglesias Hernandez, Luis/Carretera a Navarra-Epele, Km. 39/E-
20120 Hernani (Guipuzcoa)/ES

1/Urkola Galarza, Jose Javier/Zabalarreta Lorategia, 2 - 1 A/E-
20400 Tolosa/ES

1/Castro Fernandez, Francisco/Paseo Arriola, 27 - 2 B/E-20009
Donostia/ES

1/Jauregui Etxebeste, Sebastian/Puerto, 8 - 4 Drcha/E-20003
Donostia/ES

1/Gonzalez Lopez, Eva/Txingurri, 12 - 6 D/E-20017 Donostia/ES

DECLARATION UNDER ARTICLE 81 EPC:

The applicant(s) has (have) acquired the right to the European patent
under an agreement dated 010991

RECEIVING SECTION



ARGITARAPENAK
ETA
KONGRESUAK

ARGITARAPEN ETA KONGRESUAK

NAZIOARTEKO ARGITARAPENAK

- *Influence of atmosphere on sintering of T15 and M2 steel powders..*

S. Jauregi, F. Fernandez, R.H. Palma, V.P. Martinez and J.J. Urcola.

Metallurgical Transactions A, vol 23 A, Febrero 1992, pp.389-400

- *Improved sintering response of vanadium-rich High Speed Steels.*

I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, F. Fernandez, S. Talacchia, R.H. Palma,
V.P. Martinez and J.J. Urcola

The International Journal of Powder Metallurgy, vol 29, n°4, pp:367-378

- *Increasing sintering rate and avoiding grain growth in high speed steels by sintering in nitrogen rich atmospheres.*

S. Talacchia, J.I. San Martin, I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, R.H. Palma,
V.P. Martinez and J.J. Urcola.

Powder Metallurgy 1993 ,vol 36, n°4 pp: 275-280

KONGRESUETAN PARTE HARTZEAK

- *Sintering to full density of high speed steels powders below 1150 °C in a nitrogen atmosphere.*

S. Talacchia, S. Jauregi and J.J. Urcola

Congreso mundial de Pulvimetalurgia, París 1994

- *Influence of the fatigue and fracture toughness of high speed steels powders sintered in a nitrogen atmosphere.*

J. Amador, S. Talacchia, A. Linaza, S. Jauregi, J.M. Rodriguez Ibabe y J.J. Urcola

Congreso mundial de Pulvimetalurgia, París 1994

- *Resistencia a la fractura en flexión de un acero de herramientas PX30 sinterizado en gas y vacío.*

I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, V.P. Martinez y J.J. Urcola.

Anales de mecanica de la fractura, 1991

- *Influencia de la microestructura en la fatiga y tenacidad a la fractura de aceros rápidos sinterizados en una atmósfera de nitrógeno.*

J. Amador, S. Talacchia, A. Linaza, S. Jauregi, J.M. Rodriguez Ibabe y J.J. Urcola

Anales de mecanica de la fractura, 1994

- *Avoiding grain growth during the supersolidus sintering of high speed steels.*

J.I. San Martin, S. Jauregi, I. Urrutibeaskoa, V.P. Martinez, R.H. Palma and J.J. Urcola.

Congreso Mundial de Recristalización, Donostia 1992

Influence of Atmosphere on Sintering of T15 and M2 Steel Powders

S. JAUREGI, F. FERNANDEZ, R.H. PALMA, V. MARTÍNEZ, and J.J. URCOLA

The sintering behavior of T15 and M2 water-atomized high-speed steel powders under vacuum and $N_2-H_2-CH_4$ atmosphere is analyzed. Sintering under the gas mixture allows high densities [99 to 100 pct total density (TD)] to be obtained at temperatures 45 to 50 K lower than for vacuum sintering for steel T15, but the high densities are reached at slightly higher temperatures (15K) than for vacuum sintering for steel M2. Chemical analysis of gas-sintered specimens has shown that a higher amount of nitrogen is absorbed during sintering of steel T15 (0.72 to 0.78 pct) than in the case of steel M2 (0.34 to 0.38 pct). 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 are very resistant to coarsening during oversintering. Sintering in the gas atmosphere allows important oversinterings (up to 50 K above the minimum sintering temperature for achieving a density higher than 99 pct of theoretical density) to be reached in the case of steel T15 without the formation of eutectic films. In the case of M2 steel, for gas sintering, the eutectic films appear for oversinterings smaller or equal to those for vacuum sintering.

I. INTRODUCTION

WORK carried out in the last two decades on the sintering of high-speed steel powders has resulted in 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 applied successfully 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.^[7,8,9] Such addition also results in an acceleration of the sintering kinetics, explained by some authors as the effect of carbon in reducing the steel solidus temperature.^[10] More recently, Wright^[11] has proposed that the sintering mechanism in this type of steel is "supersolidus."

Previous work at CEIT has shown the possibility of an alternative route to 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,^[13,14] T6,^[15] and M42^[16] steels. In a recent article on T42,^[17] a consistent decrease in the optimum sintering temperature (the minimum temperature at which a density >99 pct of the theoretical density is achieved) compared with vacuum has been reported. A finer microstructure is normally produced due to the substitution of massive MC carbides by fine MX coarsening-resistant

carbonitrides. It is also reported that oversintering by up to 40 K in the gas atmosphere does not significantly modify the microstructure and continuous films of eutectic are not observed. Fracture toughness tests performed on these steels gas-sintered,^[16,18-21] quenched, and tempered have shown K_{Ic} values similar to vacuum-sintered high-speed steels.

In the present work, the vacuum sintering behavior of steels T15 and M2 is compared with sintering in the gas mixture $N_2-H_2-CH_4$. The effect of addition of 0.2 wt pct elemental carbon to these two steels is also studied. After sintering, the carbon, oxygen, and nitrogen contents 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 tools and wear parts.

II. EXPERIMENTAL PROCEDURE

Vacuum-annealed, water-atomized T15 and M2 powders were bought from Powdrex Limited, Tonbridge, United Kingdom. The composition and sieve analysis of the powders provided by the manufacturer are given in Tables I and II. Additions of 0.2 wt pct of elemental carbon in the form of graphite, 15 μm mean size, were made, and appropriate amounts of dry powders and graphite were 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 5.6×10^3 and $6.0 \times 10^3 \text{ kgm}^{-3}$ for the T15 and M2 steels, respectively. These values are equivalent to 68 pct total density (TD) for T15 and 74 pct TD for M2.

S. JAUREGI and F. FERNANDEZ, Ph.D. Students, are with Escuela Superior de Ingenieros Industriales (ESII) de San Sebastián. J.J. URCOLA, Senior Researcher, is with the Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipuzcoa (CEIT), E-20009 San Sebastián, Basque Country, Spain. R.H. PALMA, Lecturer, is with the Universidad de Atacama, Copiapó, Chile. V. MARTÍNEZ, Lecturer, is with the Universidad de Santiago de Chile, Santiago, Chile. Manuscript submitted March 11, 1991.

Table I. Chemical Analysis of As-Received Steel Powders (Weight Percent)

	C	Si	Mn	Cr	W	Mo	V	Co
T15	1.64	0.25	0.24	4.37	12.40	0.56	4.70	4.99
M2	0.91	0.27	0.20	4.06	6.28	5.07	1.86	0.44

Table II. Sieve Analysis of As-Received Steel Powders (Microns)

	+150	+106	+75	+45	-45
T15	0.12	8.5	20.7	37.1	33.6
M2	0.05	11.0	26.8	40.5	21.8

The compacts were sintered either in a flowing atmosphere composed of 90 pct N_2 -9 pct H_2 -1 pct CH_4 by volume or in vacuum. In this second case, the pressure was less than 5 Pa during the sintering. In all cases, the samples were heated to the sintering temperature at a mean rate of 50 K/min and soaked for 60 minutes, being the temperature control within 2 K. Specimens were then cooled at a rate of 250 K/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 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.

*LECO is a trademark of LECO Corporation, St. Joseph, MI.

Transverse sections were mechanically polished. After etching with 5 pct Nital, these were observed with an optical microscope to measure the austenite grain size, using the mean linear intercept length technique. A minimum of 600 grains were measured. Specimen in the as-polished (with 1- μ m diamond) and some in the etched (with a solution composed by 45 cc of Nital, 45 cc of Picral, and 5 cc of HCl) conditions were observed in a 501B PHILIPS* Scanning Electron Microscope fitted with an EDAX* 9100 energy-dispersive X-ray system, in order

*PHILIPS and EDAX are trademarks of Philips Electronic Instruments Corporation, Mahwah, NJ.

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 analyzed. 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 these last brighter than the MX , which is even richer in V. To put in contrast the MC carbide in M2 steel, an electrolytic etching was used with a tension of 6 to 8 V in a solution formed by 1 g of chromium trioxide in 100 cc of distilled water. The amount of retained austenite was also determined by X-ray diffraction techniques.^[23]

III. RESULTS

Figures 1 and 2 summarize the densification results for T15 and M2 steels, respectively, with and without the addition of 0.2 pct C during the sintering under the mixed gases (90 pct N_2 , 9 pct H_2 , and 1 pct CH_4) and vacuum.

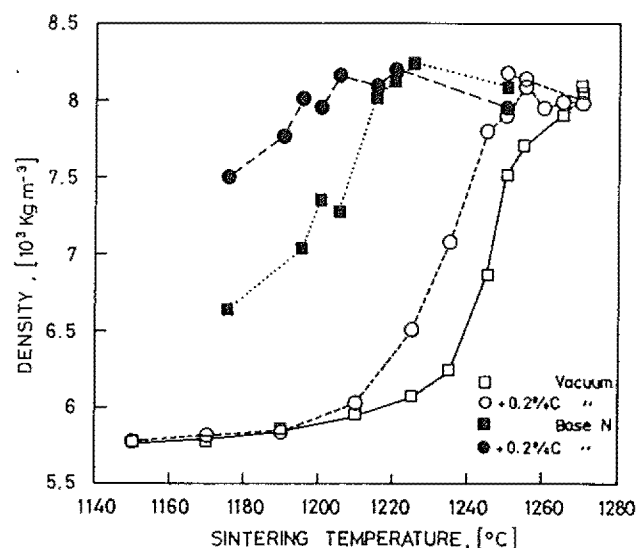


Fig. 1—Effect of sintering temperature and atmosphere on density of high-speed steel T15 with and without the addition of elemental carbon.

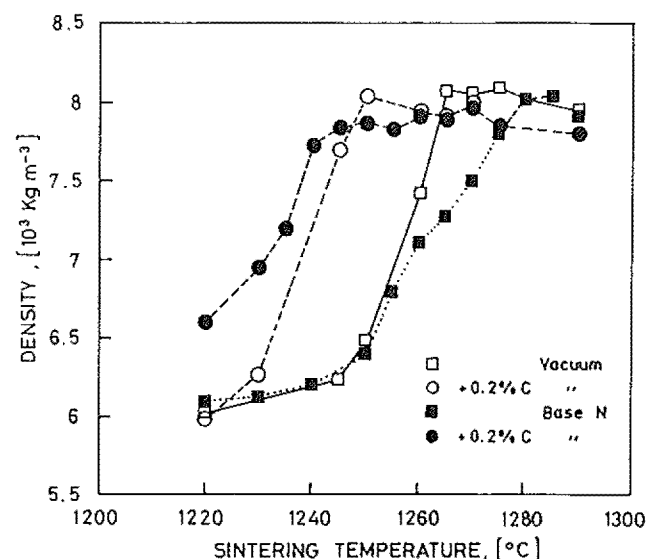


Fig. 2—Effect of sintering temperature and atmosphere on density of high-speed steel M2 with and without the addition of elemental carbon.

It is clearly apparent that the addition of 0.2 pct elemental carbon reduces the optimum densification temperatures (*i.e.*, the minimum temperature at which a density higher than 99 pct TD is achieved) by 15 K for vacuum sintering in both steels and between 20 K for T15 and 30 K for M2 during sintering in the gas atmosphere. Sintering in the gas atmosphere decreases the optimum densification temperature for T15 and increases it slightly for M2.

Table III summarizes the C, N, and O analyses, the densities, and the temperatures at which the optimum densification is reached. An important increase in the amount of N in the gas-sintered samples is observed with values ranging from 0.34 to 0.38 pct for the M2 steel to 0.72 to 0.78 pct for the T15 steel. These values are more than two orders of magnitude higher than in the vacuum-sintered samples, 0.001 to 0.002 pct for M2 steel, and nearly two orders of magnitude higher than in steel T15, 0.01 pct N. A decrease in oxygen and carbon concentration in the powders is also clearly apparent in Table III.

Figures 3(a) and (b) show the microstructures of specimens sintered at the optimum temperature in vacuum for T15 and T15 + 0.2 pct C, respectively. The presence of products of the decomposition of austenite is 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 type-massive MC ($>4 \mu\text{m}$) with a morphology similar in some cases to those formed from the liquid at triple points or at grain boundaries. For atmosphere sintering (Figures 3(c) and (d)), the incorporation of nitrogen to the steel, as shown in Table III, produces some important modification in the microstructure. In the first place, a significant increase in retained austenite is observed (see Table IV for quantitative values), and in the second place, the type MC carbides change to MX carbonitrides of smaller size. A small amount of eutectic is observed for all of the specimens sintered at the optimum temperature.

The microstructures of M2 and M2 + 0.2 pct C vacuum sintered are shown in Figures 4(a) and (b), respectively, being formed also by products of the decomposition of the austenite, some of them with acicular shape. The presence of some amount of retained austenite is also apparent together with a dispersion of M_6C carbides. A very small number of type MC carbides are present in these specimens, and they do not give any contrast in relation to the matrix after normal metallographic preparation. It was necessary to use an electrolytic etching in a solution of chromic trioxide to obtain contrast.

The microstructure of M2 sintered in the atmosphere ($\text{N}_2\text{-H}_2\text{-CH}_4$) for the optimum sintering temperature (shown in Figure 4(c)) presents particular features: an important amount of M_6C carbides with eutectic morphology together with about 2 pct of residual porosity. Some pearlite is also observed at original austenite grain boundaries; the MX carbonitrides are mainly placed at these grain boundaries. Adding 0.2 pct of carbon improves the densification behavior, reaching high densities at lower temperatures, without the presence of M_6C eutectic carbide (Figure 4(d)). Table IV summarizes the values of the microstructural features, such as austenite grain size, volume fraction of retained austenite, and percent of MX particles and M_6C carbides at the optimum sintering temperature.

A variation of austenite grain size with the deviation from optimum sintering temperature is observed in Figure 5 for the T15 steel. In the case of vacuum sintering, the grain growth results very fast at temperatures higher than the optimum sintering temperature (which obviously correspond to zero deviation). On the other hand, the austenite grain growth is much smaller during atmosphere sintering. In Figure 6, the variation of the austenite grain size with the deviation from the optimum sintering temperature for steel M2 is shown. It is observed that for both vacuum and atmosphere sintering, the growth rate, within the experimental scatter, is similar for both plain M2 powders and those with 0.2 pct of free carbon added.

Table III. Carbon, Nitrogen, and Oxygen Contents and Density at Optimum Densification Temperature

Condition	C (Wt Pct)	N (Wt Pct)	O (Wt Pct)	Density (10^3 kgm^{-3})	Temperature ($^{\circ}\text{C}$)
Powder T15	1.64	NA*	0.0794		
Powder T15 + 0.2 pct C	1.82	NA	NA		
Powder M2	0.91	NA	0.0525		
Powder M2 + 0.2 pct C	1.16	NA	NA		
Vacuum					
T15	1.55	0.0126	0.0078	8.04	1270
T15 + 0.2 pct C	1.74	0.0132	0.0108	8.09	1255
M2	0.83	0.0013	0.0078	8.08	1265
M2 + 0.2 pct C	1.07	0.0021	0.0120	8.04	1250
Atmosphere base N					
T15	1.56	0.7800	0.1000	8.23	1225
T15 + 0.2 pct C	1.76	0.7200	0.0500	8.15	1205
M2	0.82	0.3800	0.0450	7.96	1280
M2 + 0.2 pct C	1.07	0.3380	0.0928	7.91	1250

*NA = not analyzed.

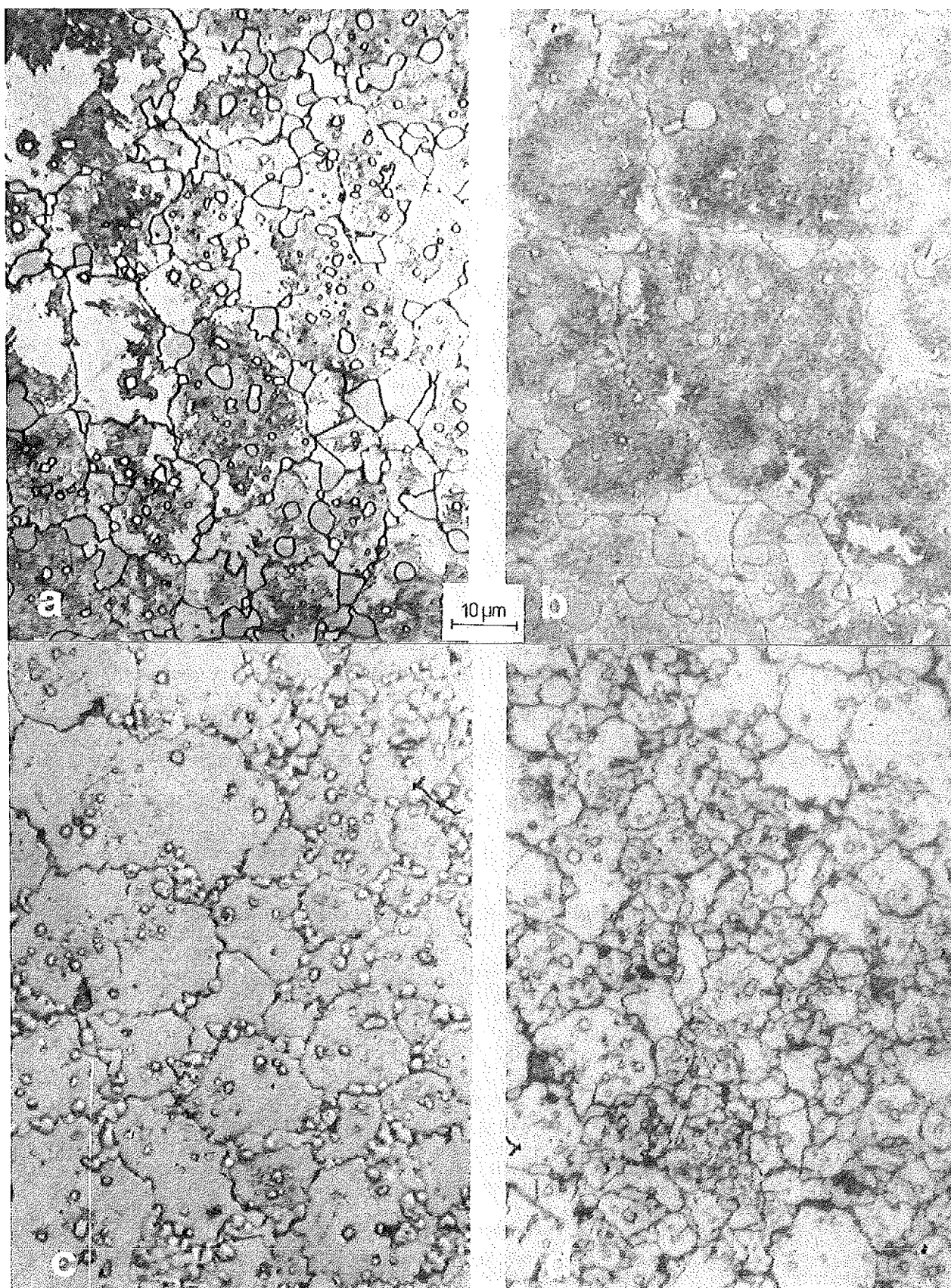


Fig. 3—Microstructures of high-speed steel T15 at optimum densification conditions: (a) and (b) T15 and T15 + 0.2 pct C, respectively, vacuum sintered; (c) and (d) T15 and T15 + 0.2 pct C, respectively, gas atmosphere sintered.

Table IV. Austenite Grain Size and Content and Primary Particles Content in As-Sintered Steels

Steel	Grain Size (μm)	Volume Fraction		
		Austenite	MX	M ₆ C
Vacuum				
T15	13.2 $\pm$ 0.8	12.7	6.6 $\pm$ 0.7	6.2 $\pm$ 0.7
T15 + 0.2 pct C	26.9 $\pm$ 1.5	18.8	8.5 $\pm$ 1.3	6.0 $\pm$ 0.7
M2	20.9 $\pm$ 1.1	10.7	0.0	10.1 $\pm$ 0.9
M2 + 0.2 pct C	22.5 $\pm$ 1.4	13.4	1.4 $\pm$ 0.4	8.2 $\pm$ 0.7
Atmosphere base N				
T15	13.3 $\pm$ 0.5	58.3	7.4 $\pm$ 1.0	10.9 $\pm$ 1.3
T15 + 0.2 pct C	10.4 $\pm$ 0.6	70.0	8.5 $\pm$ 0.5	13.2 $\pm$ 0.9
M2	36.8 $\pm$ 1.7	33.3	2.1 $\pm$ 0.2	0.0
M2 + 0.2 pct C	16.0 $\pm$ 0.8	37.9	2.1 $\pm$ 0.9	4.3 $\pm$ 0.5

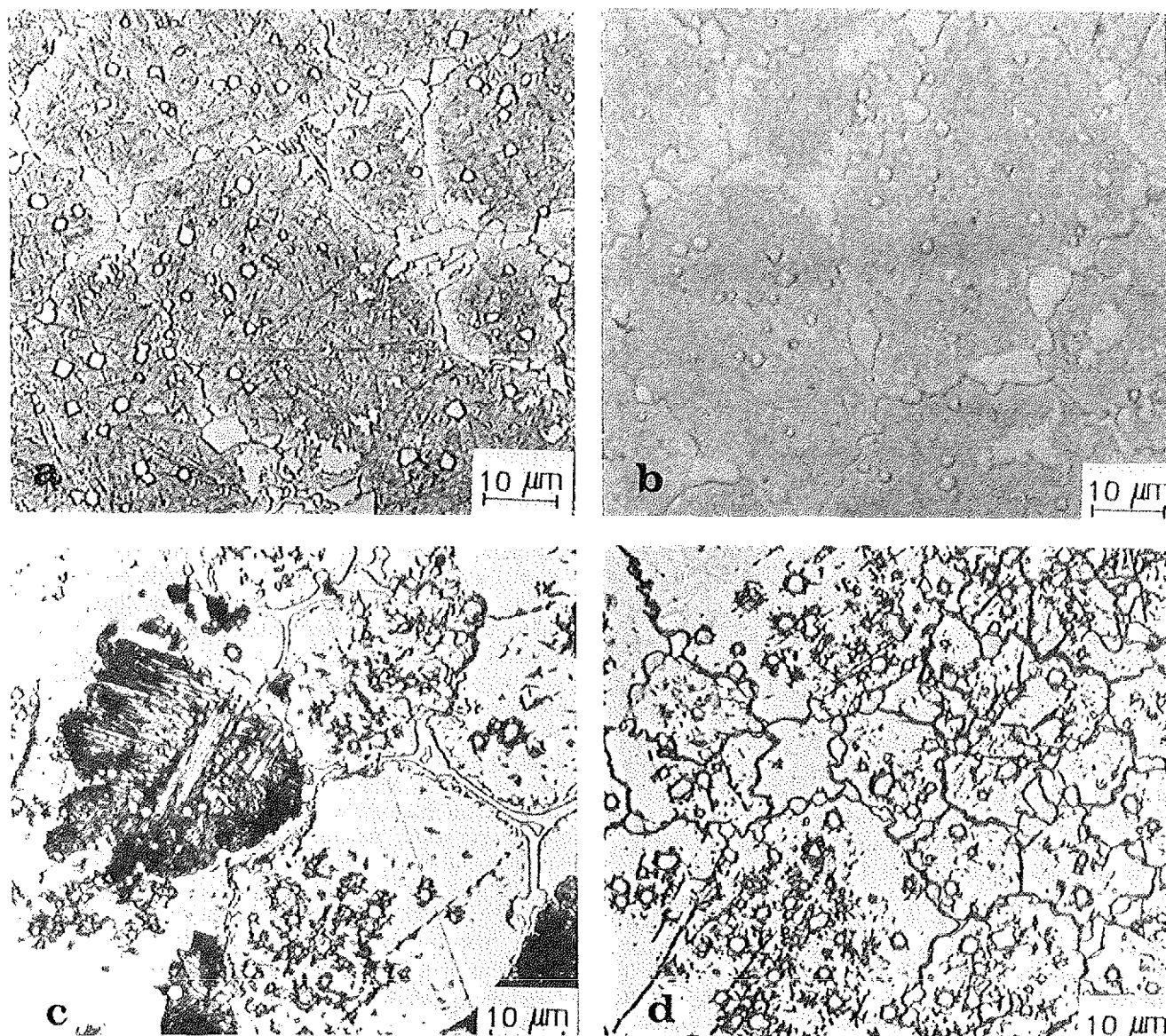


Fig. 4—Microstructures of high-speed steel M2 at optimum densification conditions: (a) and (b) M2 and M2 + 0.2 pct C, respectively, vacuum sintered; (c) and (d) M2 and M2 + 0.2 pct C, respectively, gas atmosphere sintered.

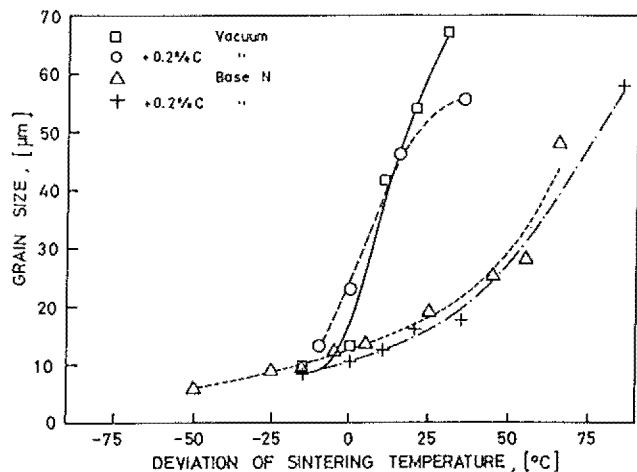


Fig. 5—Variation of austenite grain size with the deviation from the optimum sintering temperature for different sintering atmospheres in T15 steel.

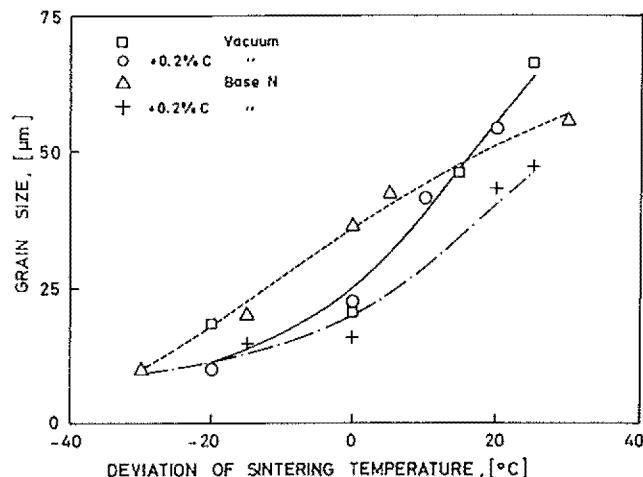


Fig. 6—Variation of austenite grain size with the deviation from the optimum sintering temperature for different sintering atmospheres in M2 steel.

Figures 7 and 8 show scanning electron microscopy (SEM) micrographs at the optimum sintering for T15 and M2, respectively. Figures 7(a) and 8(a) correspond to vacuum sintering and Figures 7(b) and 8(b) to gas atmosphere sintering. For both materials, the big round and gray MC carbides, rich in V, observed in vacuum-sintered specimens, are substituted by the small black and square MX carbonitrides, even richer in V than the MC. In all four micrographs, the bright M_6C carbides, rich in W or/and Mo, present similar rectangular forms.

Chemical analysis of dispersed particles has 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. On the other hand, the chemical composition of M_6C -type particles remains similar in all cases. Table V summarizes the mean chemical composition of primary particle types MX and M_6C .

The sintering atmosphere has an important influence on the amount of oversintering necessary for the ap-

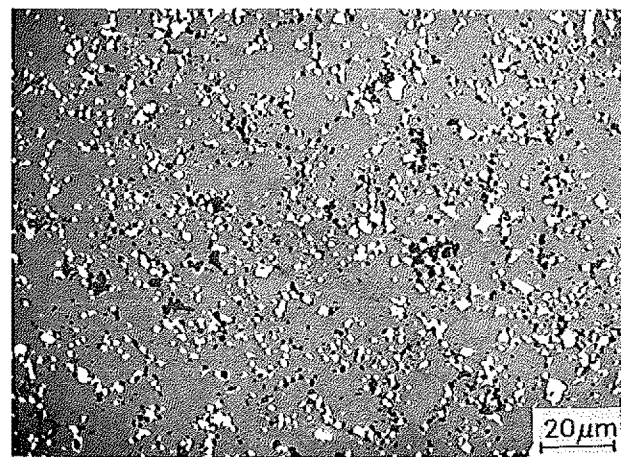
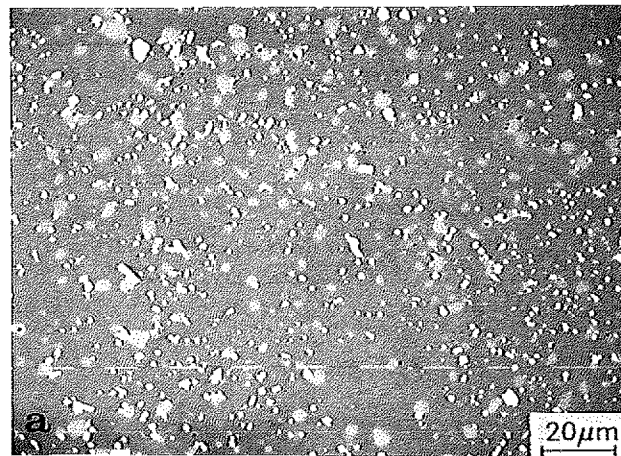


Fig. 7—SEM micrographs of the effect of atmosphere on the nature of primary particles at the optimum sintering temperature on T15 steel: (a) vacuum sintering and (b) gas atmosphere sintering.

pearance of a continuous eutectic phase at the austenitic grain boundaries. Table VI summarizes the minimum sintering temperatures at which some amount of a (type I, MC, or M_6C) eutectic carbide was observed for the different composition and sintering atmospheres. It is worth emphasizing that the type I carbide was detected in M2 specimens sintered in the gas atmosphere at 5 K below the optimum sintering temperature. The MC and needle-type carbides are not present in a massive way like the M_6C , which is present in all observed cases in the form of a continuous phase at the austenite grain boundaries. In Table VI, it is clearly apparent that for steel T15, the oversintering necessary for the appearance of a continuous M_6C eutectic carbide increases from 15 to 20 K for vacuum sintering to 50 to 55 K for atmosphere sintering. In contrast, for steel M2, the oversintering allowed without continuous M_6C eutectic is greater in vacuum (20 to 25 K) than in gas sintering.

Table VII gives the chemical composition of four eutectic carbide types found in the present work, namely:

Type I: appearing in very small amounts near the optimum sintering temperatures; rich in Fe, Cr, and Mo or W.

M_6C : similar in contrast and in composition to M_6C carbide. It appears, in general, in oversintered specimens, except in the case of M2 sintered in the gas

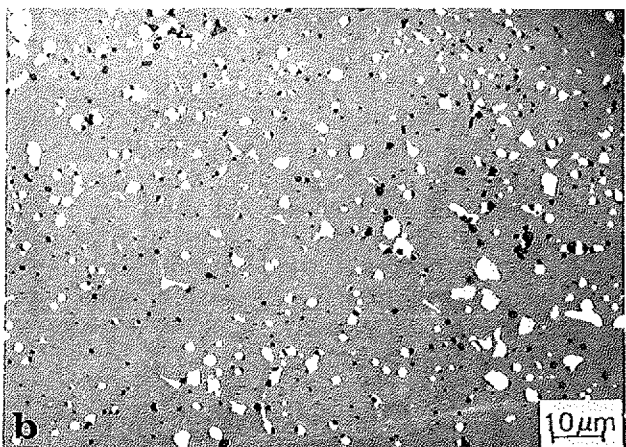
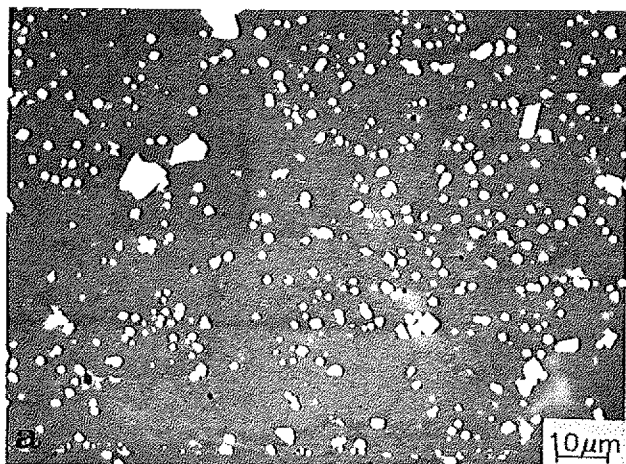


Fig. 8—SEM micrographs of the effect of atmosphere on the nature of primary particles at the optimum sintering temperature on M2 steel: (a) vacuum sintering and (b) gas atmosphere sintering.

atmosphere that appears at the optimum sintering temperature.

MC: similar in contrast and composition to the primary carbide MC. It appears only when the sintering is made in vacuum for oversintered specimens of steel T15 with and without addition of carbon and M2 with carbon addition and at temperatures near the optimum for M2 without carbon addition.

Needle-type: observed only at highly oversintered specimens and only for vacuum sintering.

Figures 9(a) and (b) are typical SEM micrographs of several eutectic carbides present in vacuum-oversintered T15 steel and in gas atmosphere-oversintered M2 steel. The different eutectic carbides are observed in the micrograph.

IV. DISCUSSION

Densification Kinetics

The nitrogen analyses for specimens sintered using the gas mixture show clearly that this element diffuses into the steel. In this case also, the uniformity of microstructures between the specimen periphery and the center would indicate, as proposed for T42 steel in a previous article,^[17] that nitriding is taking place during the heating of the specimens and/or at the beginning of sintering. In the present work, it has been also found that on reaching 1200 °C, 90 pct of the total nitrogen, which is incorporated in the steel by sintering during 45 minutes at 1215 °C, is present. It is worth emphasizing that the amount of nitrogen absorbed in steel T15 (0.72 to 0.78 pct) is clearly higher than that absorbed by steel M2 (0.34 to 0.38 pct); if, in addition to these values, those recently reported^[17] for steel T42 (0.41 to 0.48 pct)

Table V. Average Composition of Primary Particles (Only Metallic Elements)

Particle	Steel	Atmosphere	Mo (Wt Pct)	V (Wt Pct)	Cr (Wt Pct)	Fe (Wt Pct)	Co (Wt Pct)	W (Wt Pct)
M ₆ C	T15	vacuum	6.8	3.4	3.0	26.8	1.4	58.7
	T15	base N ₂	5.8	1.9	2.2	26.4	1.3	62.5
	M2	vacuum	20.9	4.3	2.6	32.4	—	39.7
	M2	base N ₂	21.4	1.6	2.6	31.6	—	42.9
MX	T15	vacuum	5.7	44.7	3.5	2.8	0.0	43.1
	T15	base N ₂	1.3	72.0	4.4	6.2	0.1	6.2
	M2	vacuum	19.4	48.5	2.8	2.5	—	26.8
	M2	base N ₂	2.7	77.3	5.4	11.5	—	3.1

Table VI. Temperatures at Which Eutectic Carbides are Present

Steel	Atmosphere	Optimum Sintering Temperature	Eutectic Carbides Type		
			M ₆ C	Needle	MC
T15	vacuum	1270	1285	1290	1300
T15 + 0.2 pct C	vacuum	1255	1275	1280	1290
T15	base N ₂	1225	1275	—	—
T15 + 0.2 pct C	base N ₂	1205	1260	—	—
M2	vacuum	1265	1285	1290	1280
M2 + 0.2 pct C	vacuum	1250	1275	1280	1260
M2	base N ₂	1280	1280	—	—
M2 + 0.2 pct C	base N ₂	1250	1270	—	—

Table VII. Chemical Composition of Carbides with Eutectic Morphology (Only Metallic Elements)

Steel	Carbide	Atmosphere	Mo (Wt Pct)	V (Wt Pct)	Cr (Wt Pct)	Fe (Wt Pct)	Co (Wt Pct)	W (Wt Pct)
T15	type I	vacuum	9.6	11.2	15.0	14.6	0.0	50.0
		base N ₂	9.4	5.9	18.4	36.1	1.0	29.3
	type II	vacuum	5.1	2.7	15.3	62.5	3.3	12.4
	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
		base N ₂	7.0	2.1	3.5	29.8	1.2	56.4
	needletype	vacuum	9.8	13.1	10.6	12.1	0.0	54.4
M2	type I	vacuum	31.5	13.4	14.6	26.5	—	14.0
		base N ₂	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
		base N ₂	24.1	2.6	3.7	35.2	—	34.5
	needletype	vacuum	31.0	14.7	7.7	10.7	—	36.0

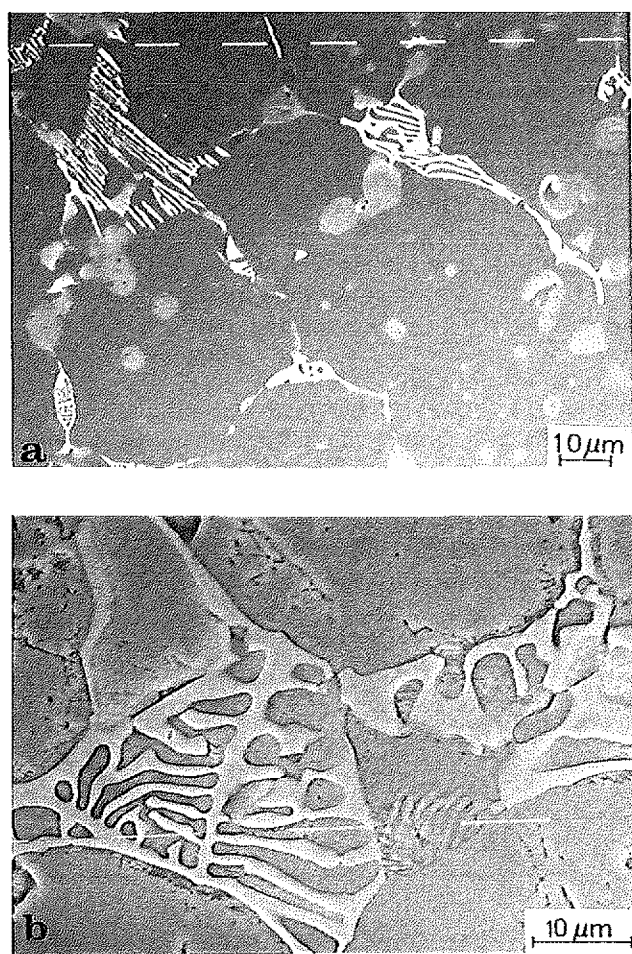


Fig. 9—SEM micrographs of the effect of atmosphere on type and morphology of eutectic carbides produced by oversintering: (a) T15 vacuum oversintered by 20 K and (b) M2 gas atmosphere oversintered by 30 K.

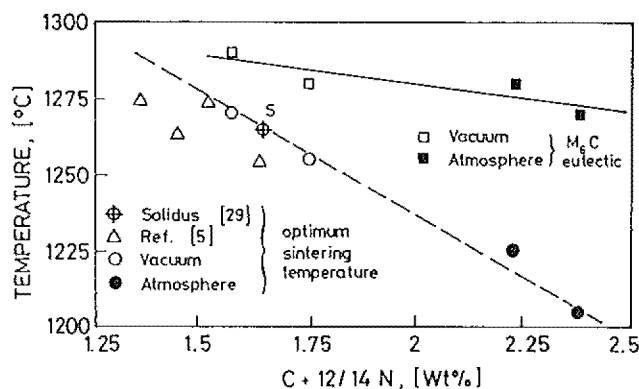
are taken into account, it is clear that the amount of absorbed nitrogen is higher with higher vanadium concentrations in the steel (4.7 pct V for T15, 1.86 pct V for M2, and 2.91 pct V for T42). This effect, which is related to the formation of vanadium carbonitrides, has also

been found in other high-speed steels^[24] and other steels^[25] and is the basis of a recent patent.^[26] As a first approximation, the carbon in MC would be substituted by nitrogen, forming carbonitrides. The carbon rejected due to the substitution by nitrogen in MX would have an opportunity to form more M₆C (as is the case in steel T15; 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 example, the case in the present steels, as shown in Table IV).

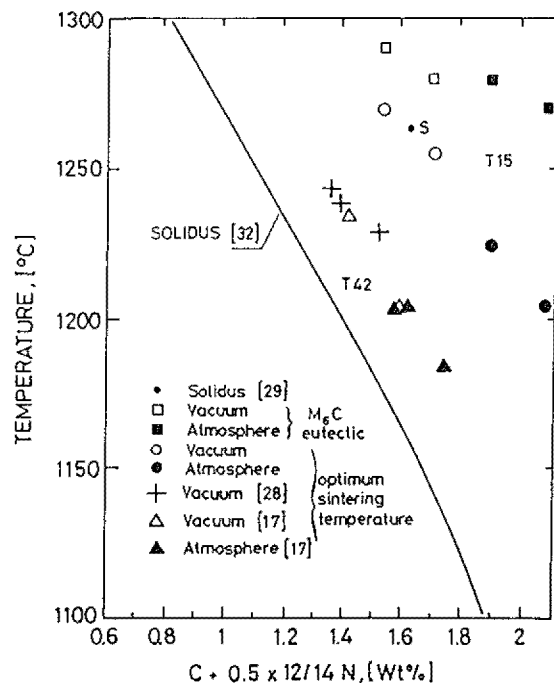
1. Steel T15

In Figure 10(a), the optimum sintering temperature as a function of the carbon content (in weight percent) plus nitrogen—relative to the carbon in an atomic relationship 12/14 (pct N)—after sintering is compared with other data for T15, vacuum sintered, found in the literature.^[5] It is worth emphasizing that direct nitrogen addition to carbon assumes a total substitution of carbon by nitrogen. The actual experimental results fit a straight line of slope -80 K/pct C. An experimentally measured^[29] point of the solidus line for T15 is also represented in the figure. This point is on the line representing the optimum sintering temperature, and although the points reported in the literature^[5] are slightly below, the relative position between the temperatures for the optimum densification and the solidus could indicate that the densification in the present material takes place by a supersolidus mechanism, as reported by other authors^[11,17] for the densification of high-speed steels. However, the slope of the optimum densification line is much lower than those reported for the solidus line of grade T high-speed steel: -180 K/pct C for T42^[32] and -155 K/pct C for T1.^[33]

The nitrogen effect in decreasing the optimum sintering temperature seems to be very similar to that of the carbon content on an atomic basis. This behavior could indicate that nitrogen has the same effect as carbon in decreasing the solidus temperature, or that the combination of nitrogen with vanadium of the MC carbides makes the carbon available to decrease the solidus temperature. In a previous work,^[17] it was estimated from the data of Hirano and Kawai^[27] that 1 pct N could be equivalent to 0.2 pct C in decreasing the solidus temperature and would indicate a slope between -36 K/pct



(a)



(b)

Fig. 10—Influence of combined effect of carbon plus nitrogen on the optimum sintering temperature and the temperature for M_6C eutectic carbide formation in T15 steel: (a) pct C + (12/14) pct N and (b) pct C + 0.5 × (12/14) pct N.

N and -31 K/pct N for steels T42 and T1, respectively. The experimentally determined effect of nitrogen in decreasing the optimum sintering temperature is between -60 and -70 K/pct N. These values indicate that a value of around 0.4 pct C/pct N would be more correct in the present case. On the other hand, in a recent work,^[24] it has been postulated that the amount of carbon freed by the nitrogen during sintering in the nitrogen-rich atmosphere would be

$$\text{Pct C} = (12/14) \times 0.5(\text{Pct N}) = 0.43(\text{Pct N})$$

this would give a decrease in the solidus temperature of about 68 to 77 K/pct N, which is very close to the experimentally observed decrease in the optimum sintering temperature.

Figure 10(b) shows the optimum sintering temperature variation with the combined action of carbon and nitro-

gen but, in this case, using the above equivalence for the substitution of carbon by nitrogen. For T15, the experimental solidus point referred to above^[29] is also included and, again, is on the line marked by the optimum sintering temperature points. The slope of the line of -150 K/pct C is close now to the values reported for the solidus line slope in T42 of -180 K/pct C^[32] and in T1 of -155 K/pct C.^[33] Also included are results reported before for T42 (see Figure 11 in Reference 17). The actual results fall in a line parallel to and above the solidus line reported by Grindler *et al.*^[32]

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 in Figure 10(b). The slope of the line for the appearance of the eutectic carbide is smaller than that corresponding to the optimum sintering temperature. This figure explains clearly why increasing the amount of carbon and/or nitrogen broadens the sintering range or the "sintering gate."

2. Steel M2

Carbon addition has the same effect in the densification behavior of M2 steel and T15. The optimum sintering temperature in this case decreases by -63 K/pct C for vacuum sintering and by -120 K/pct C for atmosphere sintering. Taking into account this effect, several authors^[11,17,30,31] have assumed that the densification takes place by a supersolidus mechanism, and they have observed that the sintering temperature is close to but slightly higher than the solidus temperature. In Figure 11, the pseudo-binary phase diagram of M2 high-speed steel^[34] is shown together with the optimum sintering temperatures in vacuum found in the present work and some values found in the literature.^[28] It is clearly apparent in the figure that the optimum sintering temperature points are within the liquid + austenite + carbide region, and therefore, the supersolidus sintering mechanism is justified. Bee *et al.*^[29] reported an optimum sintering temperature of 1250 °C for M2 powders containing 0.94 pct C and 546 ppm of oxygen. Although they do not report the final carbon content, it is possible

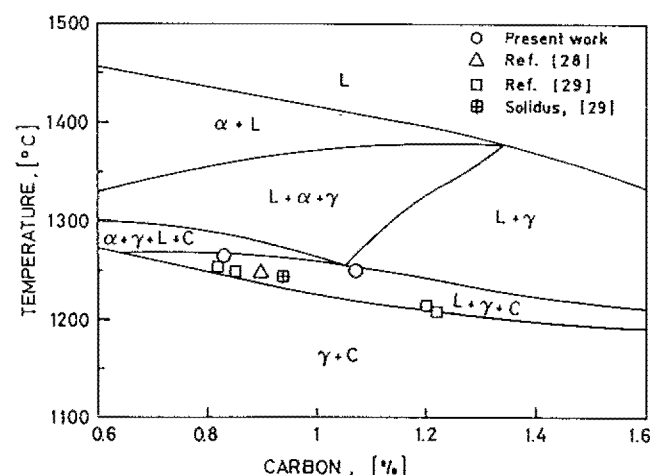


Fig. 11—Comparison of the optimum sintering temperatures with the solidus line in a pseudobinary equilibrium diagram for M2 high-speed steel.

to work it out from data obtained in the present work. It has been observed that 2 pct C is necessary to compensate for the elimination of 1 pct O, and that around 100 ppm of O remain after vacuum sintering. With these figures, a final carbon content of about 0.86 pct C can be estimated. This value, together with the optimum sintering temperature, has also been represented in Figure 11, and it has been observed that the experimental point is slightly above the solidus temperature, indicating supersolidus sintering.

An unexpected effect has been observed in the increasing of optimum sintering temperature by sintering in the industrial atmosphere in which the steel increases the nitrogen content up to 0.34 to 0.38 pct N. This effect contrasts with that observed for T15 steel in the present work and for T42 steel reported previously.^[17] This different effect of increasing the optimum sintering temperature by sintering in the atmosphere containing nitrogen in the case of M2 steel could be due to the effect observed by Steven *et al.*^[35] that nitrogen increased the solidus temperature of an M grade steel, M7. Although they analyzed the effect of nitrogen contents lower than these used in the present work, they found an increment in solidus temperature of 125 K/pct N. With this value, an increase in the solidus temperature of 42 to 47 K is estimated for the actual content of 0.34 to 0.38 pct N. On the other hand, with the slope of solidus line of -90 K/pct C and taking into account that 1 pct N = 0.43 pct C, a decrease in solidus temperature around 13 to 15 K will result. Assuming that both effects can linearly add, an increase of 29 to 32 K would result. These values could be compared to the 15-K increase observed experimentally for steel M2. In the case of steel M2 with 0.2 pct C addition, the slope of the optimum sintering temperature is -120 K/pct C. If this value is taken as the slope of the solidus line in the present case, increases between 24 and 27 K in optimum sintering temperature are estimated, which can be compared to the experimentally found value of 15 K.

3. Precipitates: effect on austenite grain growth

As pointed out before, sintering in nitrogen-rich atmosphere produces the transformation of MC carbides to MX carbonitrides. This transformation has been confirmed using wave length dispersive spectroscopy (WDS) microanalysis, 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 the corresponding carbides. This effect has also been observed in other high-speed steels sintered in nitrogen atmospheres.^[17] It is worth emphasizing that the MX carbonitrides in gas-sintered specimens present a mean particle size of about 1 μm , while MC carbides after vacuum sintering have mean sizes around 5 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] and after nitrogenation and "hipping" (hot isostatic pressing).^[27] The presence of these carbonitrides, which are not dissolved at high temperatures, can explain the features observed in Figures 5 and 6. For T15 (Figure 5), in which an important amount of MX carbonitrides is present for atmosphere sintering (Table IV), oversintering has only a

minor effect in grain growth, while in vacuum sintering, oversintering produces fast austenite grain size growth. Using the expression proposed by Zener for the relation between the limiting grain size^[36] and the size (r) and volume fraction (f) of second-phase dispersion:

$$d = 4r/3f$$

using the data of Table IV referring to volume fraction, and taking into account that the mean size of carbonitrides MX was about 1 μm and those of MC and M_6C about 5 μm , the limiting grain sizes shown in Table VIII are calculated. The values obtained for T15 steel sintered in the gas atmosphere of 16 to 18 μm , when the MX particles control the grain size, agree well with the grain sizes observed experimentally (Figure 5). The values obtained for vacuum sintering of 46 to 52 μm due to the combined effect of MC and M_6C , although bigger than the values observed at the optimum sintering temperature, also compared well with the experimental sizes for slight oversinterings. The dissolution of these carbides at higher temperatures would produce bigger grain sizes. In the case of M2 steels, the small volume fraction of MX in atmosphere sintering, of about 2 pct, results in limiting grain sizes of about 63 μm , close to those calculated for the combined effect of MC and M_6C in vacuum sintering of 66 μm . These values, although larger than the experimental values at the optimum sintering temperature, are close to those found in oversintered samples both after atmosphere and vacuum sintering and can also explain the similar behavior found experimentally between vacuum- and atmosphere-sintered M2 steels.

4. Chemical composition of carbides and carbonitrides

The chemical compositions of MC- and M_6C -type carbides found following vacuum sintering are very close to those found by other authors for the same and similar materials.^[17,28,37,38] The M_6C carbide composition can be adjusted to a chemical composition $(\text{Fe}, \text{Co})_3(\text{W}, \text{Mo})_{2.5}(\text{V}, \text{Cr})_{0.5}\text{C}$ for all steel compositions and sintering atmospheres used in the present work. On the other hand, in MC carbides, present only for vacuum sintering, the amounts of W plus Mo in atomic percent are constant (about 26 pct) and the atomic percent of V is also nearly constant (around 66 pct). Carbides with similar composition have been found by other authors.^[17,28,37,38] During atmosphere sintering, as pointed out before, the MC

Table VIII. Limiting Grain Size Obtained from Zener Equation

Steel	Atmosphere	Limiting Grain Size (μm)
T15	base N ₂	18
	vacuum	52
T15 + 0.2 pct C	base N ₂	16
	vacuum	46
M2	base N ₂	63
	vacuum	66
M2 + 0.2 pct C	base N ₂	63
	vacuum	69

carbides are transformed to MX carbonitrides, which contain a much higher concentration of vanadium (around 80 at. pct) and a lower concentration of W + Mo (around 5 at. pct). When an important amount of MC is transformed to MX, for instance, in T15 steel, the rejection of W and/or Mo allows the precipitation of additional M_6C carbides, as shown clearly in Table IV. These results agree with those found in a T42 steel sintered in a gas atmosphere rich in nitrogen.^[17]

5. Eutectic carbides

The eutectic carbide types 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 emphasizing that MC carbides have not been observed in steels sintered in the industrial atmosphere. This observation 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 seem to be present in the 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 the industrial atmosphere seems to define the upper limit of temperature for sintering with an appropriate microstructure.

The composition and morphology of the needle-type eutectic carbides present in both steels after oversintering in vacuum have been analyzed with detail in two recent articles^[39,40] and were identified as M_2C . It is worth emphasizing that this eutectic carbide needle type is not present in specimens sintered in the industrial atmosphere rich in nitrogen. A similar effect of nitrogen, causing difficulty in the formation of M_2C carbides, has been observed by Steven *et al.*^[35] in some M-grade steels. Finally, the eutectic carbide called type I in the present work seems to be a $M_{23}C_6$ type, as described elsewhere.^[39,40]

V. CONCLUSIONS

1. Addition of free carbon causes a reduction in the optimum sintering temperature in both T15 and M2 steels for vacuum and gas atmosphere sintering.
2. Sintering in the nitrogen-rich gas atmosphere increases the nitrogen concentration of both steels, with the nitrogen content being higher in T15 than in M2.
3. Sintering in the gas atmosphere also produces a decrease in the optimum sintering temperature in steel T15 but has no effect or produces only a slight increase in optimum sintering temperature in steel M2.
4. The increase in nitrogen content of both steels during gas atmosphere sintering has no effect on M_6C carbides but transforms the MC carbides found in vacuum sintering to MX carbonitrides.
5. The different densification behavior of M2 compared with T15 during industrial atmosphere sintering seems to be related to the low vanadium content of M2 steel compared with the vanadium content of T15. In M2, the transformation of VC carbides to VX carbonitrides leaves only a small amount of carbon free, given the low content of vanadium. The opposite effect happens in T15 steel, in which an important amount

of free carbon is produced during sintering. This free carbon reduces the optimum sintering temperature.

6. Sintering in the atmosphere rich in nitrogen, as well as the technological and economic benefits of allowing a continuous sintering, 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, consequently, improved mechanical properties.
7. The potential cost saving with low-temperature atmosphere sintering and improvement in microstructure, mechanical properties, and performance in service offer the prospect of significant competitive advantage to manufacturers of tools and wear parts.

REFERENCES

1. F.L. Jagger and W.J.C. Price: *Powder Metall.*, 1971, vol. 14, suppl. 1, pp. 407-28.
2. A.S. Wronski, L.B. Hussain Al-Yasiri, and F.L. Jagger: *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. Wronski, and M.M. Rebbeck: *Met. Technol.*, 1984, vol. 11, pp. 181-88.
5. A.S. Wronski, *et al.*: Engineering Materials Group, University of Bradford, Internal Report, 1987.
6. A.S. Wronski, *et al.*: Engineering Materials Group, University of Bradford, Bradford, UK, 1987, unpublished work.
7. K.M. Kulkarni, A. Ashurst, and M. Svilar: *Modern Developments in Powder Metallurgy*, MPIF, Princeton, NJ, 1981, vol. 13, pp. 93-120.
8. R.G. Shephard, H.D.L. Harrison, and I.E. Russell: *Powder Metall.*, 1973, vol. 16 (32), pp. 200-19.
9. W.J.C. Price, M.M. Rebbeck, A.S. Wronski, and S.A. Amen: *Powder Metall.*, 1985, vol. 28, pp. 1-6.
10. R. Wähling, P. Beiss, and W.J. Huppmann: *Powder Metall.*, 1986, vol. 29 (1), pp. 53-56.
11. C.S. Wright: *Powder Metall.*, 1989, vol. 32 (2), pp. 114-17.
12. R.H. Palma, V. Martinez, and J.J. Urcola: *Proc. II Congreso Mundial Vasco*, Bilbao, Spain, 1987, Eusko Jaurlaritzako Argitalpen Serbitzua (Basque Government), Gasteiz, 1988.
13. V. Martinez: Master's Thesis, Escuela Superior de Ingenieros Industries (ESII), Universidad de Navarra, Spain, 1987.
14. R.H. Palma: Master's Thesis, ESII, Universidad de Navarra, Spain, 1988.
15. V. Martinez, R.H. Palma, and J.J. Urcola: *Proc. Int. Conf. on HIP of Materials*, Antwerp, Belgium, April 1988.
16. V. Martinez, R.H. Palma, and J.J. Urcola: Presented in *Revista de Metalurgia*, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas a National Research Institute (CENIM), Spain, 1988.
17. R.H. Palma, V. Martinez, and J.J. Urcola: *Powder Metall.*, 1989, vol. 32 (4), pp. 291-99.
18. R.H. Palma, V. Martinez, and J.J. Urcola: *Proc. VIII Congreso Internacional de Minería y Metalurgia*, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, Oviedo, Spain, 1988, vol. 5, pp. 137-49.
19. V. Martinez, R.H. Palma, and J.J. Urcola: *Proc. II Congreso Mundial Vasco*, Bilbao, Spain, Dec. 1987.
20. V. Martinez, R.H. Palma, and J.J. Urcola: *Proc. VIII Congreso Internacional de Minería y Metalurgia*, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, Oviedo, Spain, 1988, vol. 5, pp. 122-36.
21. V. Martinez, R.H. Palma, and J.J. Urcola: *J. Mater. Sci.*, 1990, vol. 25, pp. 3359-67.
22. Swedish Standards Institution: *Powder Metallurgy MNC Handbook 6E*, 1978.
23. R.L. Miller: *Trans. ASM*, 1964, p. 892.
24. R.H. Palma: Ph.D. Thesis, ESII, San Sebastián, Basque Country, Spain, 1990.
25. D.B. Rayaprolu and A. Hendry: *Mater. Sci. Technol.*, 1988, vol. 4, pp. 136-45.

26. R.H. Palma, V. Martinez, and J.J. Urcola: Patent Application No. 9,001,849, 1990.
27. M. Hirano and N. Kawai: *Met. Powder Rep.*, 1986, July, pp. 527-31.
28. P. Maulik and W.J.C. Price: *Powder Metall.*, 1987, vol. 30 (3), pp. 165-74.
29. J.V. Bee, J.V. Wood, P.R. Brewin, and D.P. Nuthern: *Proc. United States Powder Metallurgy Conf.*, San Francisco, CA, 1985, MPIF, Princeton, NJ.
30. R.M. German: *Int. J. Powder Metall.*, 1990, vol. 26 (1), pp. 23-34.
31. R.M. German: *Int. J. Powder Metall.*, 1990, vol. 26 (1), pp. 35-43.
32. O. Grinder, L. Berglin, and M. Sporrang: *Modern Developments in Powder Metallurgy*, MPIF, Princeton, NJ, 1985, vol. 17, pp. 407-25.
33. C.S. Wright, M. Lewicka, W.J.C. Price, and L. Fontaine: *Powder Metall.*, 1989, vol. 32 (2), pp. 109-13.
34. G. Hoyle: in *High Speed Steels*, Butterworth's, London, 1988, p. 13.
35. G.S. Steven, J.J. Hausner, T.A. Neumeyer, and J.M. Capenos: *Trans. AIME*, 1965, vol. 62, pp. 180-94.
36. C.S. Smith: *Trans. AIME*, 1948, vol. 175, p. 15.
37. P. Maulik and W.J.C. Price: *Powder Metall.*, 1987, vol. 30 (4), pp. 240-48.
38. P. Maulik: *Scripta Metall.*, 1988, vol. 22, pp. 441-44.
39. R.H. Palma, I. Urrutibaskoa, V. Martinez, and J.J. Urcola: *J. Mater. Sci.*, in press.
40. I. Urrutibaskoa, R.H. Palma, V. Martinez, and J.J. Urcola: *Powder Metall.*, 1991, vol. 33, pp. 305-12.

Improved Sintering Response of Vanadium-Rich High Speed Steels

Idoia Urrutibeaskoa*, Sebastián Jauregi**, Felix Fernández***, Sandra Talacchia**, Rodrigo Palma****, Vincente Martínez*****, and Javier Urcola*****

Sintering characteristics in vacuo and in an atmosphere of 90 v/o N₂/10 v/o H₂/1 v/o CH₄ of T15, T42 and Px30 water-atomised powders are reported together with the resulting microstructures, heat treatment response, hardness and toughness. As a consequence of the formation of fine MX carbonitrides, in place of coarser MC carbides in vacuo, atmosphere sintering results in full densification at lower temperatures (15-50 °C) with a wider sintering gate (30-50 °C). The as-sintered microstructures are also characterised by larger amounts of retained austenite (30-80 v/o) and a finer austenite grain size, which is not prone to excessive coarsening on oversintering, as in vacuum sintered high speed steels. Peak hardness (>1000 HV for T42) is reached at higher tempering temperatures (20-25 °C) in the gas sintered steels. Choice of the tempering treatment makes it possible to achieve various combinations of hardness and toughness (up to 35MPa m^{1/2}), though always in the opposite sense. Lower gas sintering temperatures than in vacuo offer processing cost savings which are supplemented by improvements in microstructure and mechanical properties, after appropriate heat treatments; thus the prospect exists for a significant competitive advantage for the manufacturers of tools and wear resistant parts.

Introduction

Work carried out over the last two decades on the sintering of high speed steel powders has resulted in high density components with near net shapes. One of these routes is direct sintering, con-

sisting of cold compaction of annealed water atomised powders, and subsequent vacuum sintering to full density. This technique has been successfully applied to T1,¹ M2,¹ T6,² T42,^{3,4} T15⁵ and several other steels.⁶ Limitations of this technique include batch processing, as the sintering ranges for standard alloys lie above the maximum operating temperature for metal link belt furnaces (~1150°C), and the narrow sintering window, as small as a few degrees, especially for M-type alloys.⁷ To lower the densification temperatures, sintering aids such as boron or phosphorus (in association with copper) can be added, but the resulting mechanical and cutting properties disqualify these alloy variants in cutting tool materials.

Nitrogen does not produce undesirable microstructural changes, and recent work at the Centro de Estudios de Investigaciones Técnicas (CEIT) has demonstrated an alternative route to vacuum processing which results in high sintered densities, namely sintering in a dynamic atmosphere of N₂-H₂-CH₄. Research has been performed

* Lecturer, Escuela Politécnica de Mondragón, Mondragón, Basque Country, Spain

** Industrial Engineer/PhD Student, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Pº Manuel de Lardizabal, 15 - 20009 San Sebastián, Basque Country, Spain

*** Researcher, Goikerri, Ordizia, Basque Country, Spain

**** Lecturer, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile, Beauchel 850., Santiago, Chile

***** Lecturer, Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Santiago de Chile, Avenida O'Higgins, Santiago, Chile

***** Senior Researcher, Centro de Estudios de Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT) Apartado 1.555/20080 San Sebastián, Basque Country, Spain and Professor, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Pº Manuel de Lardizabal, 15 - 20009 San Sebastián, Basque Country, Spain

on M2,⁷ T15,⁸ T42,⁹ T6,¹⁰ M42¹¹ and Px30.¹² This technique allows for the continuous sintering of compacted water atomised powders to full density and near net shapes at temperatures 30-50°C lower than in vacuum. Hence it offers an innovative route to the production of several kinds of tools, dies, and engineering components. Some information can be found in the literature about continuous sintering in gas atmospheres rich in nitrogen,¹³ although it refers mainly to sintering in the solid state, with emphasis on dimensional changes during sintering. Sintering to full density in an atmosphere rich in nitrogen, as well as the technological and economic benefits of continuous sintering, including a decrease in the optimum sintering temperature and a widening of the sintering gate^{12,14} compared with vacuum sintering, offers additional benefits associated with microstructural control. Thus, such processing can lead to finer grain sizes, finer carbonitrides instead of massive carbides,^{12,14} and improved mechanical properties (higher hardness and toughness^{15,16}) originating from appropriate heat treatments which lead to modified microstructures.

In this study the advantages of sintering in a nitrogen rich gas atmosphere compared to vacuum sintering are summarized with reference to new data on T42, T15 and Px30 (water-atomised powder, similar to gas-atomised ASP30). The effects of vanadium on displacing carbon by nitrogen in high speed steels, both HIPped¹⁷ and directly sintered⁷, are now established, and the alloys contained high vanadium contents: approximately 3, 5 and 3w/o, respectively.

Experimental Procedure

Vacuum annealed, water atomised T42, T15 and Px30 powders were obtained from Powdrex Limited, Tonbridge, U.K. The compositions of the powders are given in Table I. Additions of 0.2w/o elemental carbon in the form of graphite, (mean particle size 15µm) were made in some cases.

Compacts 16mm in diameter and about 4mm in length were cold compacted uniaxially at a pressure of 500MPa with die wall lubricant. The compacts were sintered in a dynamic atmosphere composed of 90 v/oN₂-9v/oH₂-1v/oCH₄, or in vacuum. The gas mixture was supplied in bottles by Sociedad Española de Oxígeno and the dew point specified by the supplier was of -20°C. Sintering in the gas atmosphere was car-

ried out in a closed refractory steel tube; the flowing gas was introduced, through a hole in one end of the tube and, after flowing through the tube, exited through the other. The steel tube formed part of a Lindberg furnace. The same furnace was used for vacuum sintering; in this case the vacuum system was directly connected to the tube and maintained at a pressure less than 5Pa during sintering. In all cases the samples were heated to the sintering temperature at a rate of 50°C/min and soaked for 60min. The temperature control was within 2°C over a length of 200mm at the center of the tube. Specimens were cooled at a rate of 250°C/min. The sintered density was normally evaluated by the Archimedes method; for some samples, however it was calculated using weight and dimensions.

Specimens were austenitized for 3min at the following temperatures: 1150 and 1175°C for gas sintered T42; 1150, 1200 and 1225°C for gas sintered T15, and 1150, 1200, 1250 and 1270°C for vacuum sintered T15; 1200 and 1220 for gas sintered Px30, and 1230 and 1250°C for vacuum sintered Px30. Tempering temperatures (double tempering x 1hr) were in the range 475 to 625°C.

Transverse sections were polished mechanically. After etching in 5% Nital samples were observed by means of an optical microscope to measure the austenite grain size via 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 technique.¹⁸ Quantitative metallography techniques were used to measure the volume fraction and the distribution of primary carbides and/or carbonitrides.

For thin foil preparation, 3mm diameter x 200µm thick disks were perforated by ion milling in a Gatan 600 ion thinning unit at 4kV. The thin foils were examined in a Philips CM12 Scanning-Transmission Electron Microscope fitted with an EDAX PV 9900 X-ray microanalyser. Accelerating potentials of 100kV and 40kV were used in the transmission mode and in the scanning mode, respectively.

Fracture toughness of quenched and tempered specimens was measured using "short rod" specimens via the Barker test technique.¹⁵ Cylindrical samples 12mm in diameter and 18mm long were machined from sintered specimens. After quenching and tempering, cuts were made to produce the V ligament using a disc impregnated with diamond. Testing details are described elsewhere.¹⁹

Table I: Chemical Composition of As-Received Steel Powders (w/o)

	C	Si	Cr	O	Co	V	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	W
PX30	1.33	0.31	4.28	0.0488	8.70	3.32	0.08	0.23	5.14	0.29	0.024	0.015	6.63
T15	1.64	0.25	4.37	0.0757	4.99	4.70	0.11	0.24	0.56	0.13	0.023	0.019	12.40
T42	1.43	0.28	4.18	0.0478	9.44	2.94	0.10	0.21	3.22	0.12	0.024	0.013	8.89

Results

Figures 1, 2 and 3 summarize the densification results for T42, T15 and Px30 respectively, with and without the addition of 0.2 w/o C, for sintering in 90v/o N₂/9 v/oH₂/1v/oCH₄, and in vacuum. Table II summarizes the C, N and O analyses, the densities and the temperatures at which the optimum densification is reached. The optimum sintering temperature and the sintering gate are defined with respect to density and microstructure. The temperatures listed in Table II are the minimum ones at which a density higher than 99% of theoretical is achieved in the three steels. The addition of 0.2 w/o elemental carbon activates the sintering process and optimum densification is reached at lower temperatures

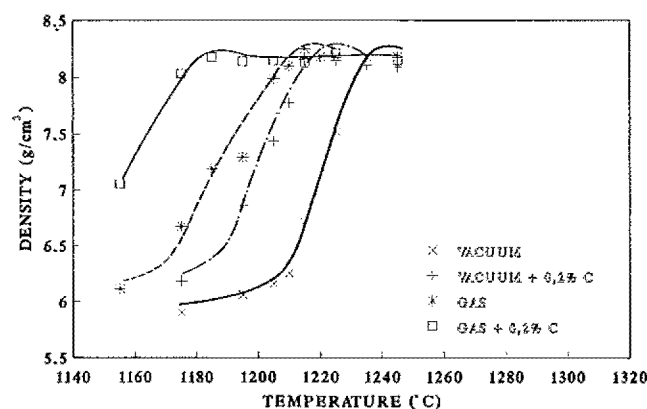


Figure 1. Effect of sintering temperature and atmosphere on density of T42 with and without elemental carbon addition.

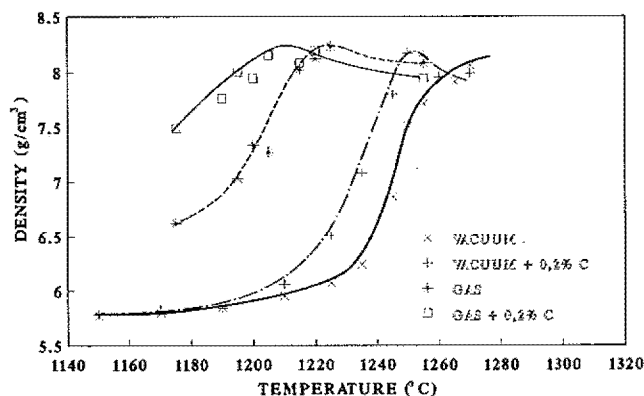


Figure 2. Effect of sintering temperature and atmosphere on density of T15 with and without elemental carbon addition.

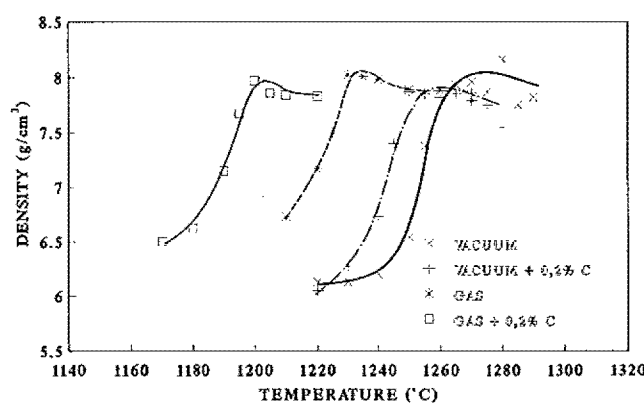


Figure 3. Effect of sintering temperature and atmosphere on density of PX30 with and without elemental carbon addition.

Table II: Interstitial Levels, Sintered Density and Optimum Sintering Temperature

Processing			C (w/o)	N (w/o)	O (w/o)	Density (g/cm ³)	Temperature (°C)
POWDER	—	PX30	1.37	0.015	0.075		
		T15	1.67	NA	0.079		
		T42	1.43	0.003	0.052		
	+0,2w/oC	PX30	1.57	NA	NA		
		T15	1.82	NA	NA		
		T42	1.61	0.004	0.052		
GAS	—	PX30	1.24	0.760	0.025	8.11	1230
		T15	1.56	0.780	0.100	8.23	1225
		T42	1.39	0.480	0.014	8.25	1215
	+0,2w/oC	PX30	1.55	0.710	0.038	8.00	1200
		T15	1.76	0.720	0.050	8.15	1205
		T42	1.54	0.410	0.015	8.14	1185
VACUUM	—	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
	+0,2w/oC	PX30	1.49	0.012	0.014	7.92	1250
		T15	1.74	0.013	0.010	8.09	1255
		T42	1.59	0.003	0.005	8.11	1215

NA = Not Analysed

namely, 20K and 30K in T42, 15K and 20K in T15, and 10K and 30K in Px30, for vacuum and gas atmosphere sintering respectively. An appreciable increase in the amount of nitrogen in the gas sintered samples is observed compared with vacuum sintering, Table II. This varying increase in nitrogen decreases 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 w/o carbon additions, respectively.

Figures 4, 5, 6(a) and 6(b) show the microstructures of T42, T15 and Px30 sintered at the optimum temperature in vacuum and gas, respectively. The primary carbides are mainly MC and M_6C for vacuum sintering. The carbides present in the grain boundaries are primarily massive type MC ($> 4\mu\text{m}$). For atmosphere sintering (Figures 4, 5 and 6(b)), the incorporation of nitrogen results in a significant increase in retained austenite, in refining of the austenitic grain size, and in MC type carbides changing to MX carbonitrides of smaller size ($<$

$1\mu\text{m}$). Table III presents these data together with the volume percentages of MX/MC and M_6C . A small

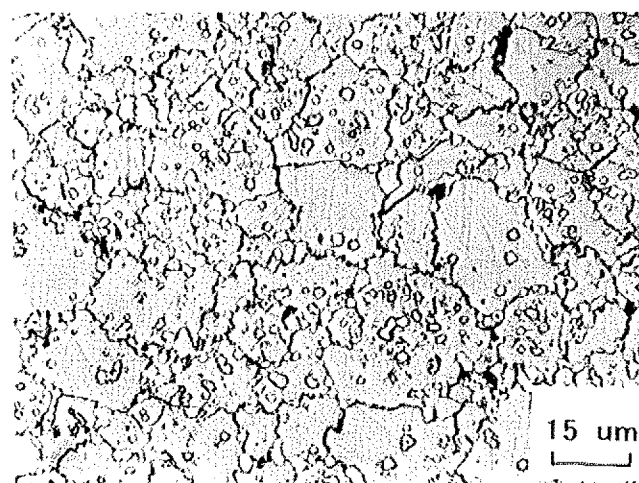
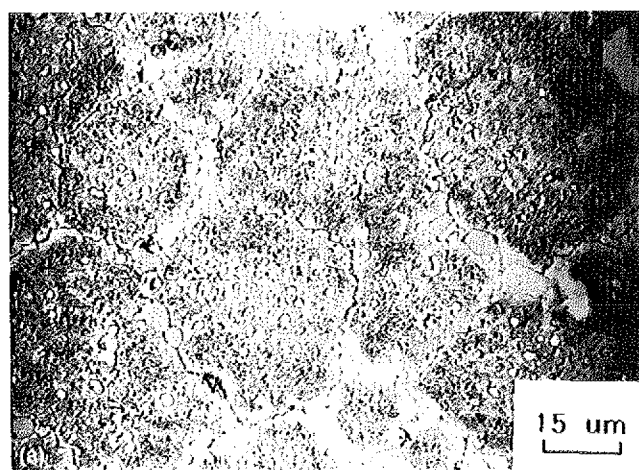


Figure 4. Microstructure of T42 sintered at the optimum temperature:
 (a) Vacuum, and (b) Nitrogen-rich atmosphere.

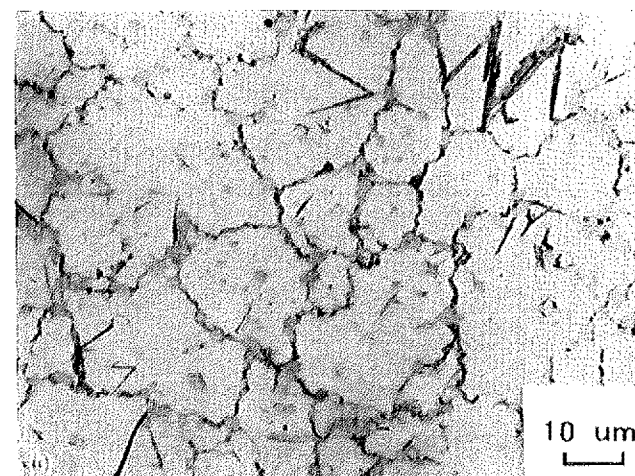
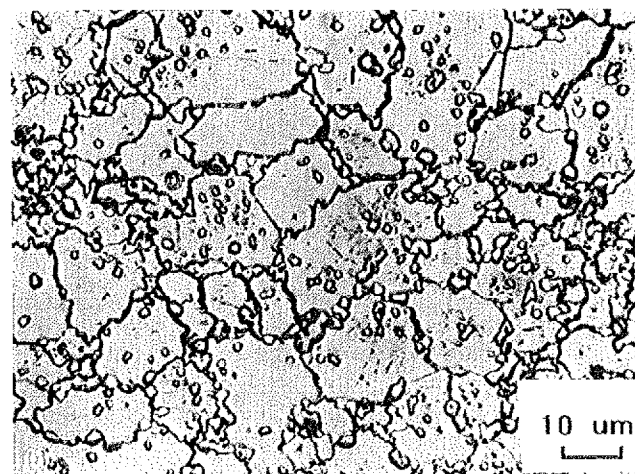
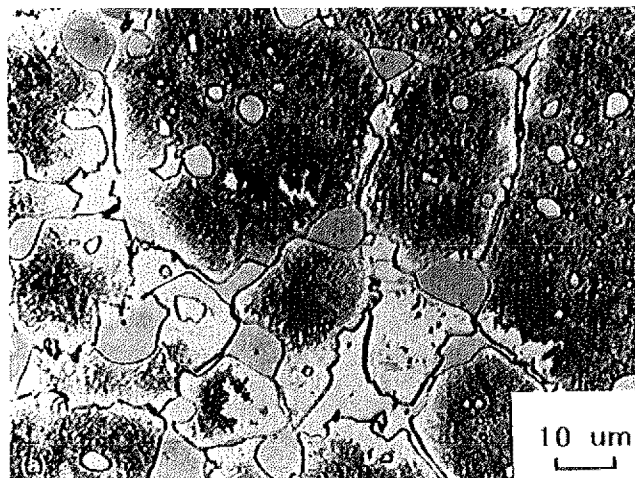


Figure 5. Microstructure of T15 sintered at the optimum temperature: (a) Vacuum, (b) Nitrogen-rich atmosphere, and (c) Nitrogen-rich atmosphere sintered, austenitized (1200°C) and quenched (525°C).

amount of eutectic is observed in all the specimens sintered at the optimum temperature; normally this would

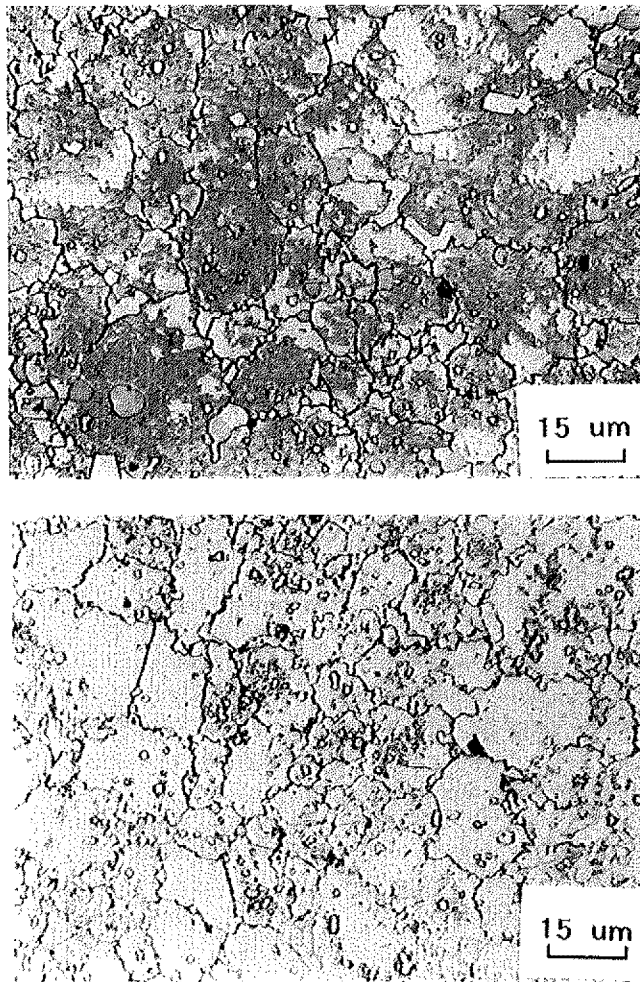


Figure 6. Microstructure of PX30 sintered at the optimum temperature: (a) Vacuum, (b) Nitrogen-rich atmosphere.

be associated with oversintering. Subsequent heat treatment (austenitizing plus quenching) however, eliminates this small amount of eutectic, as shown in Figure 5(c).

The variation of austenite grain size with deviation from the optimum sintering temperature is shown in Figures 7, 8 and 9 for T42, T15 and Px30, respectively. The grain size increases rapidly above the optimum sintering temperature for vacuum sintered steels, but only slowly for gas sintered steels.

The sintering atmosphere also 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 IV the minimum sintering temperatures at which (type I, M_6C , MC or needle type) eutectic carbide was detected are recorded for the three steels and different sintering atmospheres. It is worth recalling that the type I carbide was detected in all steels at, or even below, the optimum sintering temperature, but MC type carbides are not present in eutectic form in gas atmosphere sintering. M_6C eutectic carbide is present in vacuum sintered specimens for smaller degrees of oversintering than in gas sintering. Thus for T15 steel the amount of 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, Table IV.

Hardness (Vickers) was measured after quenching and tempering. Figure 10 shows the variation of hardness with tempering temperature for triple tempered T42* steel sintered in the gas atmosphere; literature data for vacuum sintered T42³ are included. The maximum hardness is reached for tempering temperatures above 550°C, and is higher than 1040 HV50 and 1000 HV50 for austenitization at 1150 and 1175°C respectively, for

(*) These values were obtained by Dr. B. Ogel of the Engineering Materials Group of the University of Bradford

Table III: Austenitic Grain Size, Carbide(s) Content and Size

PROCESSING			GRAIN SIZE (μm)	MX/MC (v/o)	M_6C (v/o)	MX/MC (μm)	M_6C (μm)
GAS	—————	PX30	11.2 $\pm$ 0.5	5.0 $\pm$ 1.0	10.0 $\pm$ 1.0	1.11 $\pm$ 0.06	1.33 $\pm$ 0.07
		T15	13.3 $\pm$ 0.5	7.4 $\pm$ 1.0	10.9 $\pm$ 1.3		
		T42	14.1 $\pm$ 0.8	3.8 $\pm$ 0.2	7.7 $\pm$ 0.5		
	+0,2w/oC	PX30	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
		T15	10.4 $\pm$ 0.6	8.5 $\pm$ 0.5	13.2 $\pm$ 0.9		
		T42	13.5 $\pm$ 0.9	3.8 $\pm$ 0.3	8.3 $\pm$ 0.5		
VACUUM	—————	PX30	21.0 $\pm$ 1.0	7.1 $\pm$ 0.6	8.5 $\pm$ 0.5	3.1 $\pm$ 0.2	1.38 $\pm$ 0.05
		T15	13.2 $\pm$ 0.8	6.6 $\pm$ 0.7	6.2 $\pm$ 0.7		
		T42	16.4 $\pm$ 1.0	5.4 $\pm$ 0.6	6.3 $\pm$ 0.7		
	+0,2w/oC	PX30	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
		T15	26.9 $\pm$ 1.5	8.5 $\pm$ 1.3	6.0 $\pm$ 0.7		
		T42	18.0 $\pm$ 1.5	6.5 $\pm$ 0.8	4.4 $\pm$ 0.4		

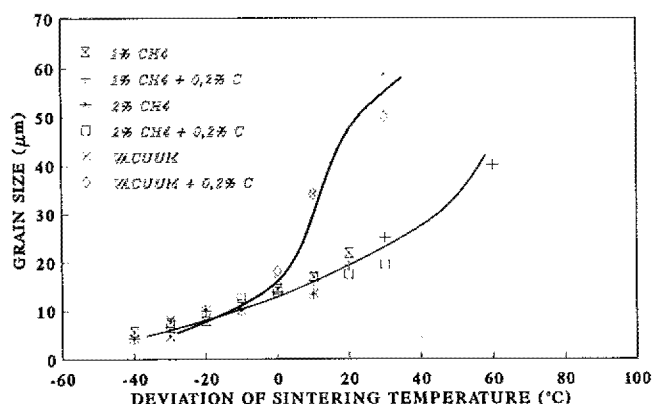


Figure 7. Variation of austenite grain size with deviation from the optimum sintering temperature for T42 processed with and without 0.2w/oC addition in vacuum, and in nitrogen-rich atmospheres containing 1 or 2v/o CH₄, 9v/o H₂, and 90v/o N₂ respectively.

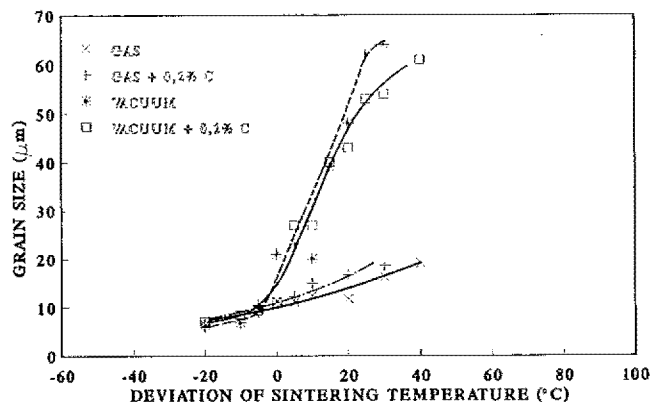


Figure 9. Variation of austenite grain size with variation from the optimum sintering temperature for PX30 processed with and without 0.2w/oC addition in vacuum, and in nitrogen-rich atmosphere.

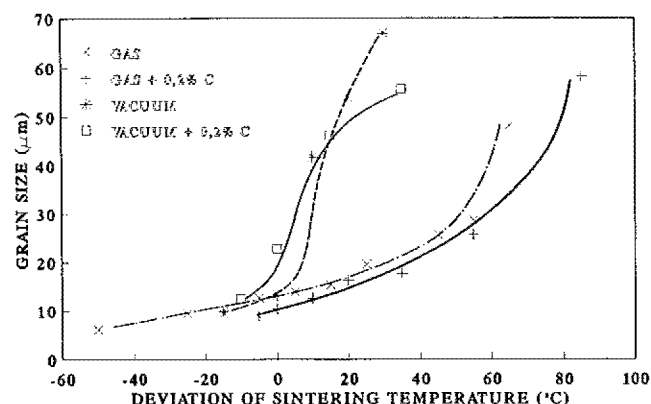


Figure 8. Variation of austenite grain size with deviation from the optimum sintering temperature for T15 processed with and without 0.2w/oC addition in vacuum, and in nitrogen-rich atmosphere.

gas sintered specimens. Figure 11 compares the hardness after triple tempering for atmosphere and vacuum sintered T15. Again the maximum in hardness for atmosphere sintered specimens is reached at higher temperatures (575°C) than for vacuum sintered specimens (525°C). Peak hardness at about 850 HV10, are comparable for the different sintering atmospheres. Figure 12 shows hardness (HV10), versus tempering temperature for Px30 steel sintered in vacuum and in the gas atmosphere for two austenitizing temperatures. It should also be noted that the hardness in the as-quenched condition is markedly lower for the gas sintered material, due to a higher amount of retained austenite. Nevertheless the peak tempered hardness occurs at higher temperatures (575°C) and with higher values (1000 HV) than for the vacuum sintered material (the peak occurs at 500°C with a value < 950 HV). It is observed also that negligible

Table IV: Optimum Sintering Temperature and Minimum Temperature to Detect Eutectic Carbides

PROCESSING			Optimum Sintering Temperature (°C)	Temperature (Min.) to Detect Eutectic Carbide (°C)			
				Type I	M ₇ C	MC	Needle
GAS	—	PX30	1230	1220	>1270	—	>1270
		T15	1225	1225	1275	—	—
		T42	1215	1215	1245	—	—
	+0,2w/oC	PX30	1200	1195	>1240	—	>1240
		T15	1205	1205	1260	—	—
		T42	1185	1185	1245	—	—
VACUUM	—	PX30	1260	1260	1280	1280	1285
		T15	1270	1270	1285	1300	1290
		T42	1235	1235	1265	1245	1275
	+0,2w/oC	PX30	1250	1250	1265	1270	1285
		T15	1255	1255	1275	1290	1280
		T42	1215	1215	1245	1225	1265

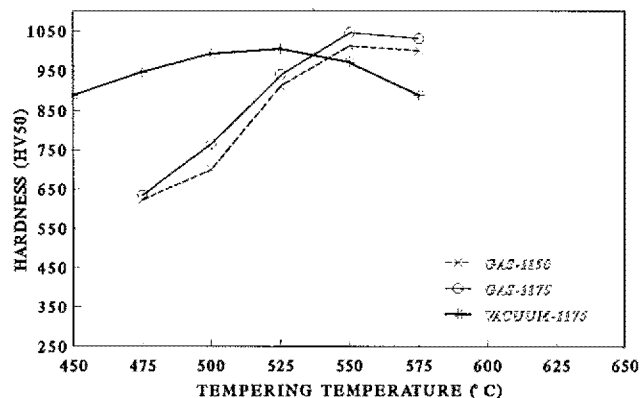


Figure 10. Variation of hardness with tempering temperature for different sintering atmospheres and austenitizing temperatures (1150 and 1175°C) for T42.

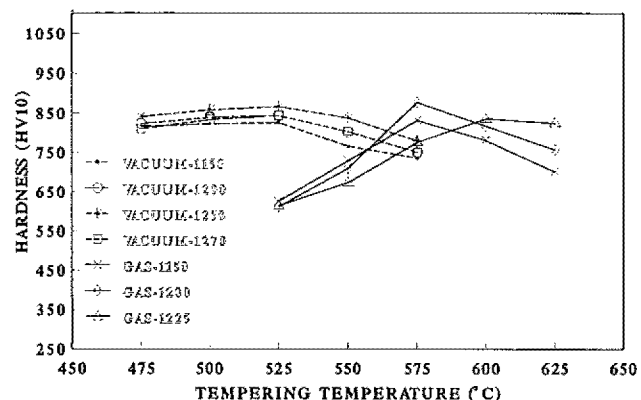


Figure 11. Variation of hardness with tempering temperature for different sintering atmospheres and austenitizing temperatures (1150 and 1175°C) for T15.

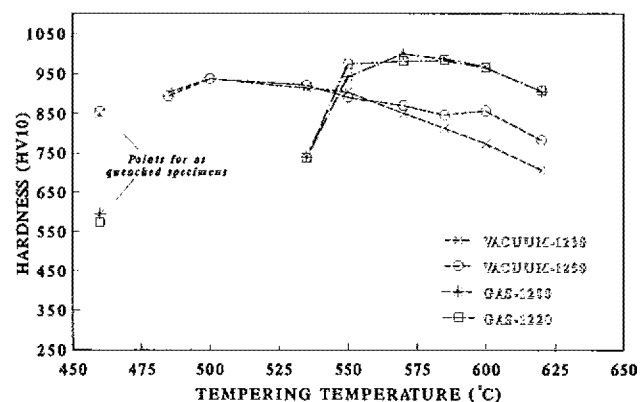


Figure 12. Variation of hardness with tempering temperature for different sintering atmospheres and austenitizing temperatures (1200 and 1250°C) for PX30.

differences in hardness result from the use of different austenitizing temperatures, both for atmosphere sintered specimens (1200 and 1220°C) and for vacuum sintered

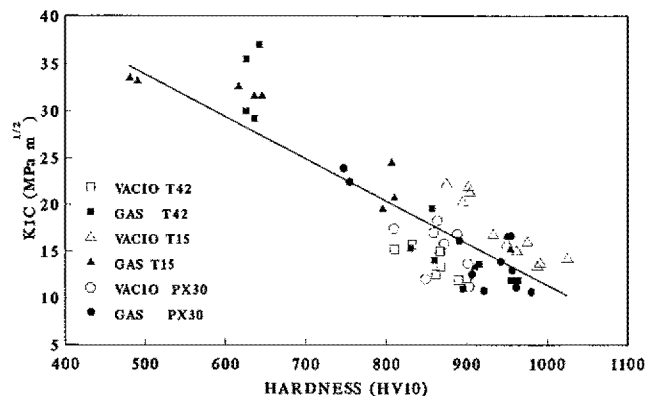


Figure 13. Variation of fracture toughness with hardness for different sintering atmospheres: T42, T15 and PX30.

specimens (1230 and 1250°C).

The fracture toughness results for the three steels and various processing histories are shown as a function of hardness in Figure 13. Within experimental scatter, the data can be fitted to a straight line given by:

$$K_{IC} = 65.4 - 4.5 \times 10^{-2} (HV) \text{ MPa} \sqrt{\text{m}} \quad (1)$$

Discussion

Densification Kinetics

Table II shows that the residual oxygen level is higher after sintering in the gas atmosphere than after vacuum sintering. This is attributed to the low level of dryness of the gas atmosphere.

Nitrogen analyses for specimens sintered using the gas mixture show clearly that this element diffuses into the sheet. Examination of the nitrogen and vanadium contents indicates that the lowest is in T42 (0.41 - 0.48w/o N, 2.91w/o V) but that higher nitrogen was present in Px30 (0.71 - 0.76w/o) of similar vanadium content (3.32w/o) and in T15 (0.72-0.78w/o) containing 4.7w/o V. In a recent publication, in which the relation between nitrogen and vanadium has been analysed²⁰ for a wide group of steels, it has been reported that for the same vanadium content, the amount of nitrogen absorbed by the M grades is larger than that absorbed by the T grades. Accordingly the nitrogen take-up, though related to the formation of vanadium carbonitrides, may be influenced not only by vanadium, as reported previously,²⁰ but also by the relative amounts of Mo and W. This effect which is related to the formation of vanadium carbonitrides, has also been found in other high speed steels⁷ and is the basis of a recent patent.²¹

As a first approximation some carbon in MC would be substituted by nitrogen, giving carbonitrides, MX. The fact that the carbonitrides are small than the origi-

nal MC carbides indicates that a process of dissolution of MC carbides and reprecipitation of MX carbonitrides is taking place. In a recent paper Igharo and Wood¹³ report the presence of an important proportion of liquid phase at 1230°C in M3/2 high speed steel with 1.01 w/o C sintered in a N₂-H₂ atmosphere. Although these authors do not comment on the formation of MX carbonitrides, the presence of a liquid phase at this low temperatures could indicate the formation of carbonitrides, and therefore some additional carbon could be available to decrease the temperature at which the liquid is formed. The formation of MX carbonitrides, and a decrease in the optimum sintering temperature of about 20°C for M3/2 steel sintered in N₂ atmospheres, have been reported recently.²²

The carbon rejected as a result of this process, has the opportunity to form more M₆C, (which is the case in T42, T15 and Px30; Table III), or to dissolve in the austenite. In this latter case, the amount of retained austenite after cooling would increase, which is also the case in these three steels. To relate the amount of retained austenite to the level of the elements in solution, the concept of "excess carbon equivalent", used by Hirano and Kawai²³, can be used. This excess corresponds to the amount of carbon and nitrogen remaining in the steel after precipitation of MX carbonitrides and M₆C carbides. A definition of the "equivalent carbon excess", used by Hirano and Kawai is:

$$ECE = C + 12/14 N - (0.19 + 0.017(W + 2Mo) + 0.22V) \quad (2)$$

Figure 14 plots this excess carbon equivalent, ECE in w/o against the retained austenite in the as-sintered samples for the three and other M and T-type high speed steels¹⁹, sintered in gas and in vacuum. As the ECE increases beyond ~0.5% (~40% austenite), the gas sintered steels are seen to retain less austenite for the same

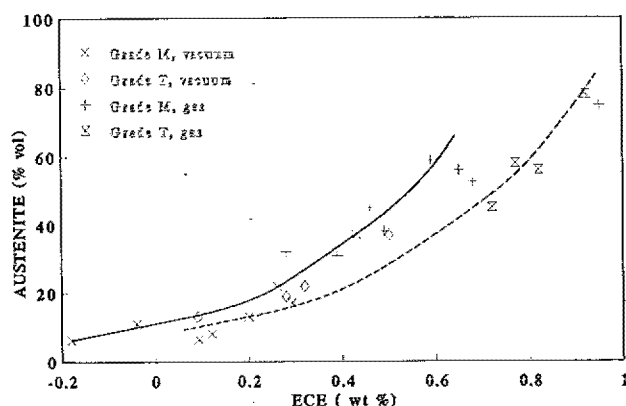


Figure 14. Variation of retained austenite with the excess carbon equivalent for different sintering atmospheres: T and M-type high speed steels.

ECE. Thus, up to this critical value there is either a direct effect of nitrogen in solid solution retaining the austenite, or an indirect effect of nitrogen substituting for carbon in the formation of carbonitrides, and therefore leaving extra carbon to stabilize the austenite. Recently¹⁴, however, it has been postulated that the amount of carbon 'released' by sintering in the nitrogen rich atmosphere is only:

$$w/oC = (12/14) \times 0.5(w/oN) = 0.43 (w/oN) \quad (3)$$

This could account for the divergence of the vacuum and gas sintering curves at higher values of ECE.

Using this modified equivalence for the substitution of carbon by nitrogen, the optimum sintering temperature variation with the combined action of carbon and nitrogen is shown for the three steels in Figure 15. For T42 the actual results lie on a line parallel to and above the solidus line reported by Grindler et al.²⁴ The locus for the appearance of eutectic carbide in T42 is above the optimum sintering temperature, and the shift between these temperatures increases with the combined action of carbon and nitrogen. For T15, the solitary solidus result falls on the optimum sintering temperature plot, which again lies below the eutectic carbide formation locus. For Px30 steel, comparison of the optimum sintering curve is made with the M2 solidus and it is seen that it lies below the temperatures for optimum sintering, and even more so for the appearance of eutectic carbides. This could indicate that densification takes place also by a supersolidus mechanism, as postulated¹⁴ for the densification of high speed steels. The shift between the M2 solidus and the optimum sintering temperature is higher than anticipated. This could be due to the presence of Co in this M type steel, which has the effect of increasing the optimum sintering temperature, at least at low Co levels when added to M3/2.²² The

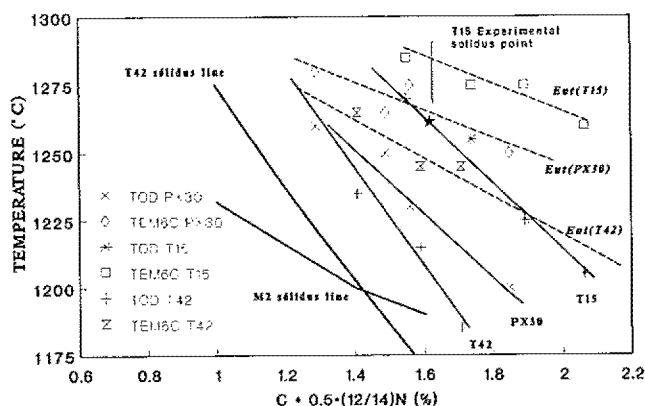


Figure 15. Optimum sintering temperatures (data points) and temperatures for appearance of eutectic carbide, plotted as a function of modified carbon equivalent for M2 and T42.

slopes of the plots for the appearance of the eutectic carbide are smaller than those corresponding to the optimum sintering temperature loci. Thus it becomes clear why increasing the amount of carbon and/or nitrogen broadens the sintering range. Excessive amounts of carbon can lead to unacceptable microstructures.¹³

Precipitates: Effect on Austenite Grain Growth

Sintering in nitrogen rich atmosphere results in the formation of MX carbonitrides in place of MC carbides resulting from vacuum sintering. This has been confirmed using WDS microanalysis, described elsewhere,¹⁹ and also by X-ray diffraction.¹⁹ It is worth emphasizing that the mean particle size of the MX carbonitrides in the gas sintered steels is smaller than 1 μm , whereas MC carbides after vacuum sintering have mean sizes between 3 and 4 μm .

The presence of these carbonitrides, which are not dissolved at the high temperatures, is linked to the austenite grain size evolution as a function of the deviation from the optimum sintering temperature, Figure 7-9. In the three steels, when a substantial amount of MX carbonitrides is present after atmosphere processing (Table III), oversintering has only a minor effect on grain growth. In contrast, for vacuum sintering, in the absence of these MX particles and the dissolution of carbides, oversintering produces rapid austenite grain growth as reported recently in T42.²⁵

Zener's²⁶ relation:

$$D = 4d/3f \quad (4)$$

between the limiting grain size (D), the size (d) and volume fraction (f) of the second phase dispersion, has been used previously²⁷ to interpret the different grain coarsening behavior observed for the steels sintered in vacuum and in the nitrogen-rich atmosphere. The fact that the MX carbonitrides do not dissolve (f remains constant) and do not grow (d remains constant) during oversintering, explains why the grain size remains nearly the same, although a small increase in grain size can take place due to the dissolution of M_6C , which also contributes to the inhibition of grain growth. On the other hand, oversintering in vacuum results in MC and M_6C dissolution, which explains the continuous grain growth in vacuum sintered specimens. The actual values of the limiting grain sizes evaluated from the Zener equation agree reasonably well with those found experimentally for the steels studied here²⁷.

Tempering Behavior

The peak hardness is reached in the three steels on tempering at higher temperatures for the gas-sintered

steels in comparison with the vacuum sintered steels. Thus the maxima in hardness in T42 and T15 steels are reached after triple one hour tempering above 550 and at 575°C respectively. These values are about 25°C above the 525°C temperature reported by Wright et al.²⁸ for T42 steel sintered in vacuum and 35°C above the 540°C temperature (also found in the present work) reported by Beiss et al.²⁹ for vacuum sintered T15. A similar effect is found for Px30 (M grade steel), namely a peak in hardness at 575°C for gas sintering, 40-50°C above the value for the vacuum sintered steel. These increases in the peak hardness tempering temperature have practical relevance to continuous cutting with accompanying heat generation. The absolute increase in peak hardness of more than 50HV could also allow this steel to be used as a substrate for harder coatings.

Higher tempering temperatures are needed to reach peak hardness in these steels because of the high levels of nitrogen picked-up during sintering in the N_2 - H_2 - CH_4 atmosphere. This has as a consequence in the formation of MX carbonitrides, leaving some carbon free and producing an appreciable increase in the amount of retained austenite. To transform this more stable phase it is necessary to resort to higher tempering temperatures for conditioning and transformation to martensite on cooling. It is reasonable to assume that the higher the carbon equivalent excess, the larger the amount of retained austenite, as shown in Figure 14, and the higher the tempering temperature required for transformation.

Following Hirano and Kawai,²³ the ECE has been calculated via Eq. (2), and the data are presented in Figure 14; it is instructive to also calculate the excess in stoichiometric carbon equivalent (SCE):

$$\Delta SCE = w/oC + 12/14 w/oN [0.033(w/oW) + 0.063(w/oMo) + 0.176(w/oV) + 0.060(w/oCr)] \quad (5)$$

The ΔSCE values are presented in Table V together with values of ΔECE and the R ratio,³⁰ the ratio between carbide formers and carbon, defined as:

$$R = \Sigma w/o \text{ carbide formers} / w/o (C+N) \quad (6)$$

For the steels investigated here, when the gas sintered specimens are compared with the vacuum sintered specimens, it is seen that larger carbon equivalent excesses and lower R values are obtained for the former. For excesses in carbon equivalent of about 0.7%, corresponding to an equivalent stoichiometric carbon excess of about 0.5%, increase in the peak hardness can be obtained by appropriate tempering. When these excesses are very high, (e.g. $\Delta C_{eq} = 0.92\%$ and $\Delta SCE = 0.85\%$ for T15) supersaturation by carbon is so high that for tempering at high temperatures a coarse $(Fe,Cr)_7C_3$ car-

Table V: Excess Carbon Equivalent, Excess Stoichiometric Carbon Equivalent and the R-Ratio

PROCESSING			ΔECE (%)	ΔSCE (%)	R
GAS	—	PX30	0.68	0.50	1.51
		T15	0.77	0.69	1.35
		T42	0.70	0.53	1.46
	+0,2w/oC	PX30	0.95	0.77	1.31
		T15	0.92	0.84	1.26
		T42	0.79	0.62	1.40
VACUUM	—	PX30	0.09	-0.08	2.19
		T15	0.11	0.03	1.92
		T42	0.31	0.15	1.88
	+0,2w/oC	PX30	0.29	0.11	1.89
		T15	0.29	0.21	1.71
		T42	0.49	0.33	1.66

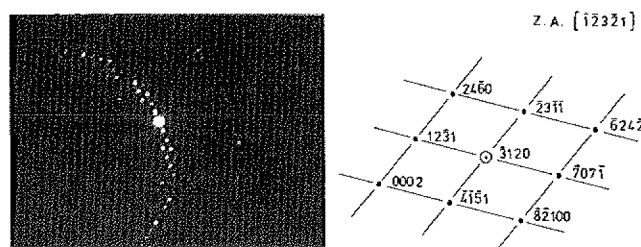
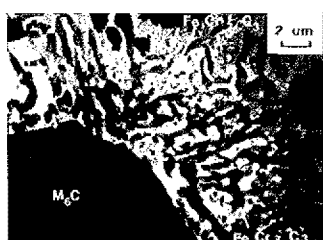


Figure 16. Transmission electron micrograph showing coarse precipitates of $(Fe,Cr)_7C_3$ in T15 after tempering, and the relevant electron diffraction pattern.

bide is precipitated, as shown in Figure 16, and no additional increase in peak hardness is observed.

Fracture Toughness

Figure 13 illustrates the characteristic decrease in toughness with increasing hardness for high strength steels. The results for these three steels can be reasonably well fitted to a single straight line, indicating that fracture toughness (related primarily to hardness and essentially independent of the steel composition) is dependent on the matrix properties¹⁵ and not on the amount, size and morphology of the primary carbides. The lower hardness and higher fracture toughness values are obtained for atmosphere sintered specimens, as a consequence of the larger amounts of retained austenite.

The actual values of fracture toughness are higher than those found for conventional wrought high speed steels, and similar to the values reported for vacuum sintered steels.¹⁵

Conclusions

1. Sintering of water-atomised high speed steel powders in a nitrogen-rich gas atmosphere results in full density at lower temperatures than in vacuum sintering. The decrease in the optimum sintering temperature tends to be higher, the higher the level of vanadium in the steel.
2. The "sintering gate" and the amount of oversintering possible without the formation of a continuous deleterious layer of eutectic carbide, are also enlarged by gas atmosphere sintering.
3. By sintering in a nitrogen rich atmosphere, massive MC carbides are replaced by fine MX carbonitrides which are resistant to coarsening.
4. The presence of the fine, very stable MX carbonitrides inhibits fast grain coarsening observed in vacuum oversintering; the austenite grain size remains small, even with considerable gas oversintering.
5. The as-quenched microstructures in gas sintered high speed steels contain higher amounts of retained austenite than the same steels when vacuum sintered. By simple tempering, differing combinations of hardness and toughness can be achieved.
6. Peak hardness on tempering occurs in atmosphere sintered steels at higher temperatures than in the vacuum sintered steels. When the excess of carbon equivalent is not large, or the atomic ratio of carbide formers to $(C+N)$ is not too low, peak hardness is also higher in gas sintered steels than in vacuum sintered steels.
7. Fracture toughness levels for gas sintered high speed steels are similar to those achieved by vacuum sintering at the same level of hardness; these values tend to be higher than those reported for wrought steels.
8. Industrial sintering in a nitrogen rich gas atmosphere should result in cost savings, due to the lower sintering temperatures and improvements in microstructure and mechanical properties. This offers the prospect of a significant competitive advantage for the manufacturers of tools and wear resistant parts.

Acknowledgements

The authors wish to thank the Departamento de Economía of the Diputación Foral de Guipúzcoa for financial support of the present work.

S. Jauregi wishes to thank the Departamento de

Educación y Universidades of the Gobierno Vasco for a research grant.

References

1. F.L. Jagger and W.J.C. Price, "Production of Sintered High-Speed Steel Cutting Tool Materials from Pre-Alloyed Powders", *Powder Metall.*, 1971, vol. 14, no. 1, p. 407.
2. A.S. Wronski, L.B. Hussain, Al-Yasiri and F.L. Jagger "Comparison of Strength and Toughness of Wrought and Directly Sintered T6 High-Speed Steel", *Powder Metall.*, 1979, vol. 22, no. 3, p. 109.
3. C.S. Wright and R.S. Irani "Towards Equilibrium During Tempering a High-Speed Steel", *J. Mater. Sci.* 1984, vol. 19, p. 3389.
4. C.S. Wright, A.S. Wronski and M.M. Rebbeck, "Strength and Toughness of T42 High-Speed Steel", *Met. Technol.*, 1984, vol. 11, p. 181.
5. A.S. Wronski, M.M. Rebbeck, C.S. Wright, W.J.C. Price and T.H.C. Childs, "Microstructures, Mechanical and Cutting Properties of Directly Sintered and Wrought M2, T1, T6, T15 and T42 High Speed Steels", Engineering Materials Group, University of Bradford. Internal Report 1987.
6. R. Wähling, P. Beiss and W.J. Huppmann "Sintering Behaviour and Performance Data of High Speed Steel Components", *Powder Metall.*, 1984, vol. 29, no. 1, p. 53.
7. R.H. Palma, V. Martínez and J.J. Urcola, "Sinterización en Mezcla Gaseosa de Polvos de Aceros Rápidos de Herramientas", *Proc. II Congreso Mundial Vasco*, Bilbao, Spain, 1987.
8. V. Martínez, "Sinterización y Tratamientos Térmicos de Aceros Rápidos de Alta Aleación, M2, M42 y T15, 1987. Master's Thesis, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastian (Universidad de Navarra), San Sebastián, Basque Country, Spain.
9. R.H. Palma, "Sinterización de un Acero Rápido de Herramientas T42 en Atmósfera Gaseosa $N_2-H_2-CH_4$ con Adición de Grafito", Master's Thesis, 1988, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastian (Univesidad de Navarra), San Sebastián, Basque Country, Spain.
10. V. Martínez, R.H. Palma and J.J. Urcola, "Influence of HIP after Sintering on Fracture Toughness of High Speed Steels", *Proc. Int. Conf. on HIP of Materials*, Antwerp, Belgium, April 1988, p. 2.35.
11. R. Palma, V. Martínez, J.J. Urcola "Sinterización de un Acero Rápido de Herramientas T42 en Atmósfera Gaseosa industrial y en Vacío con Adición de Grafito", *Rev. Metal. Madrid*, 1989, vol. 25, no. 5, p. 315.
12. I. Urrutibeaskoa and J.J. Urcola, "Sintering Behavior of a Grade M Water Atomised High Speed Steel Powders under Vacuum and an Atmosphere Rich in Nitrogen", to be published in *Powder Metall.*
13. M. Igharo and J.V. Wood, "Effects of Consolidation Parameters on Properties of Sintered High Speed Steels", *Powder Metall.*, 1990, vol. 33 no. 1, p. 70.
14. S. Jauregi, F. Fernández, R.H. Palma, V. Martínez and J.J. Urcola "Influence of Atmosphere on Sintering of T15 and M2 Steel Powders", *Metall. Trans.*, 1992, vol. 23A, p. 389.
15. V. Martínez, R.H. Palma, J.J. Urcola, "The Relation of Hardness to Toughness and Retained Austenite Content in $N_2-H_2-CH_4$ Sintered T6, T15, and T42 High-Speed Steels", *J. Mat. Sci.*, 1990, vol. 225, p. 3359.
16. I. Urrutibeaskoa, V. Martínez, J.J. Urcola, "Tenacidad a la Fractura en un Acero Rápido de Herramientas Px30S Sinterizado en Gas y en Vacío", *Proc. IX Encuentro Grupo Español de Fractura*, I Congreso Hispano-Francés de Fractura, Aiguablava, Spain, April 1992.
17. A. Egami, A. Koikawa and K. Harada "Trends in Cutting Tool Materials in Japan", *Metal Powder Rep.*, 1992, vol. 47, no. 3, p. 34.
18. R.L. Miller, "A Rapid X-ray Method for the Determination of Retained Austenite", *Trans ASM*, 1964, vol. 57, p. 892.
19. R.H. Palma, "Densificación y Microestructura de Aceros Rápidos de Herramientas Sinterizados en Atmósfera Base Nitrógeno y Vacío", 1990, Ph.D. Thesis, Escuela Superior de Ingenieros Industriales (Universidad de Navarra), San Sebastián, Basque Country, Spain.
20. I. Urrutibeaskoa, "Sinterizazio-Atmosferaren Eragina M Graduko (ASP30) Altzairu Laster Batean Densifikazio eta Propietate Mekanikoetan", 1992, Ph.D. Thesis, Escuela Superior de Ingenieros Industriales (Universidad de Navarra), San Sebastián, Basque Country, Spain.
21. R.H. Palma, V. Martínez, J.J. Urcola, "Procedimiento para la Producción de Piezas de Acero Rápido de Herramientas" Spanish Patent No 9001849 (4).
22. I. San Martín, "Sinterizado en Atmósfera Industrial y Vacío de Aceros Rápidos de Herramienta Grado M con Adición de Cobalto y/o Carbono", 1992, Final Year Work, Escuela Superior de Ingenieros Industriales (Universidad de Navarra), San Sebastián, Basque Country, Spain.
23. M. Hirano and Kawai, "Effect of Nitrogen on High Speed Steels", *Metal Powder Rep.*, 1986, vol. 41, no. 7, p. 527.

24. O. Grindler, L. Berglin, M. Sporrang, "High Temperature Sintering of High-Speed Steel P/M Parts", *Modern Developments in Powder Metallurgy, Vol. 17*, 1985, edited by E.N. Agua and C.I. Whitman, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, p. 407.
25. R.H. Palma, V. Martínez and J.J. Urcola "Sintering Behaviour of T42 Water Atomised High Speed Steel Powder Under Vacuum and Industrial Atmospheres With Free Carbon Addition", *Powder Metall.*, 1989, vol. 32, no. 4, p. 291.
26. C. Zener, quoted by P. Hellman and M. Hillbert "On the Effect of the Second-phase Particles on Grain Growth", *Scand. J. Metallurgy*, 1975, vol. 4, p. 211.
27. I. San Martín, S. Jauregi, I. Urrutibeaskoa, V. Martínez, R.H. Palma and J.J. Urcola "Avoiding Grain Growth During the Supersolidus Sintering of High Speed Steels", *Materials Science Forum*, 1993, vols. 113-115, p. 269.
28. C.S. Wright, "Role of Molybdenum in Promoting Densification during Vacuum Sintering of T1 Grade High Speed Steel Powders", *Powder Metall.*, 1989, vol. 32, no. 2, p. 114.
29. J.V. Bee, J.V. Wood, P.R. Brewin, D.P. Nuthern, "Phase Distributions during the Sintering of High Speed Steel Powders", submitted for publication.
30. G. Hoyle, *High Speed Steels*, 1988, Butterworth and Co. (Publishers) Ltd, p. 95.

Reprinted from

POWDER METALLURGY

The Institute of Materials
1 Carlton House Terrace London SW1Y 5DB UK

Increasing sintering gate and avoiding grain growth in high speed steels by sintering in nitrogen rich atmospheres

S. Talacchia, J. I. San Martín, I. Urrutibeaskoa, S. Jauregi, R. Palma, V. Martínez, and J. J. Urcola

The advantages of sintering high speed tool steels in a $N_2-H_2-CH_4$ atmosphere relative to in a vacuum have been investigated. An increase in temperature above the optimum for sintering (minimum temperature at which the theoretical density is reached) in a vacuum causes a significant increase in the grain size, due to the dissolution of carbides and the increased amount of liquid phase. In addition, this liquid phase transforms on cooling to produce undesirable microstructures containing continuous eutectic films. Conversely, oversintering in the $N_2-H_2-CH_4$ atmosphere results in only a small increase in the grain size and the absence of eutectic carbides. This different behaviour can be explained in terms of the formation, by reaction with the atmosphere, of very fine ($<1\ \mu m$) vanadium carbonitrides, which are very stable and do not dissolve even at high temperatures, and also by the enlargement of the austenite + carbide + liquid phase region. The better mechanical properties of high speed steels which have been oversintered in a $N_2-H_2-CH_4$ atmosphere than those oversintered in a vacuum is due in part to the finer grain sizes obtained, which can be explained in terms of the Zener drag exerted by the fine and stable carbonitrides, and in part to the absence in the microstructure of eutectic carbides, due to the effect of nitrogen in enlarging the three phase region in the equilibrium diagram, from which eutectic is formed during cooling.

PM/0607

© 1993 The Institute of Materials. Manuscript received 12 October 1992; in final form 19 July 1993. The authors are in the Centro de Estudios de Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT), Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Spain.

The merits of high speed steels obtained by the powder metallurgy route have been well documented¹⁻⁶ and the technological reasons for their success are understood. A problem with some grades, however, especially with the commonly used M2, is the variability of vacuum sintered parts. This is due to temperature differences within the vacuum sintering furnace leading to a number of undersintered and oversintered parts in each furnace batch. Methods to avoid this problem, for instance isostatic pressing or hot working following the sintering process, lead, however, to more expensive high speed steels. Thus, although it is possible to produce good quality materials in this way,⁷ they are limited to applications in which a high cost material can be afforded. Further, the initial and running costs of batch vacuum sintering furnaces with accurate temperature control over the entire hot zone are high enough to prevent any further penetration of powder

metallurgy high speed steel products into areas currently occupied by conventional cast and wrought materials. These problems can be solved by increasing the sintering gate and reducing the sintering temperature of high speed steels.

One approach to meet this objective combines an appropriate composition (i.e. high vanadium content) with sintering in nitrogen rich atmospheres to produce a wide sintering gate, that is the temperature range in which full density is attainable, and reducing the sintering temperature to 1150°C (for sintering to full density in belt mesh furnaces). Such an approach has been initiated at CEIT.^{6,8-10} It has been observed that by sintering in an $N_2-H_2-CH_4$ atmosphere, as opposed to vacuum, significant reductions in the sintering temperature can be achieved for T42, T15, and ASP30 high speed steel grades.⁸⁻¹⁰ Reduction in sintering temperature is associated with the influence of absorbed nitrogen, transforming the MC carbides into carbonitrides and liberating free carbon, with a subsequent decrease in the solidus temperature of the steel.⁸⁻¹⁰ The correlation between sinterability and the solidus, in the austenite + carbide + liquid field of the phase diagram, has already been established¹¹ in conventional high speed steels, and appears to hold when carbides are replaced by carbonitrides. The presence of nitrogen also leads to the level of retained austenite after sintering being markedly higher than in corresponding vacuum sintered high speed steels,⁸⁻¹⁰ permitting the use of advantageously higher tempering temperatures during heat treatment to attain peak hardness. On the other hand the primary MC type carbides change to very fine carbonitrides, rich in vanadium, which are very resistant to coarsening during oversintering.

It is worth emphasising that if the sintering temperature of high speed steels could be reduced to as low as 1150°C, without the need of additions such as copper which entails a drastic deterioration in cutting performance, high speed steel tools could be produced by pressing and subsequently sintering continuously in mesh belt furnaces. The use of gas sintering atmospheres offers a potential route by which tools of adjusted compositions could be successfully sintered in a mesh belt furnace at 1150°C. The cost differential between sintering in a batch vacuum sintering furnace and in a continuous mesh belt furnace would reduce costs to a level which would enable sintered high speed steel tools to replace conventional tools. Several studies^{8,9,12} have shown how sintering in an atmosphere rich in nitrogen reduces the optimum sintering temperature. The present paper deals with the influence of the atmosphere on grain growth and the sintering gate when sintering high speed steels.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

Vacuum annealed, water atomised powders were bought from Powdrex Ltd (UK). The compositions of the powders

provided by the manufacturer are given in Table 1. Additions of 0.2% C, in the form of graphite of 15 µm mean particle size, were made in some cases.

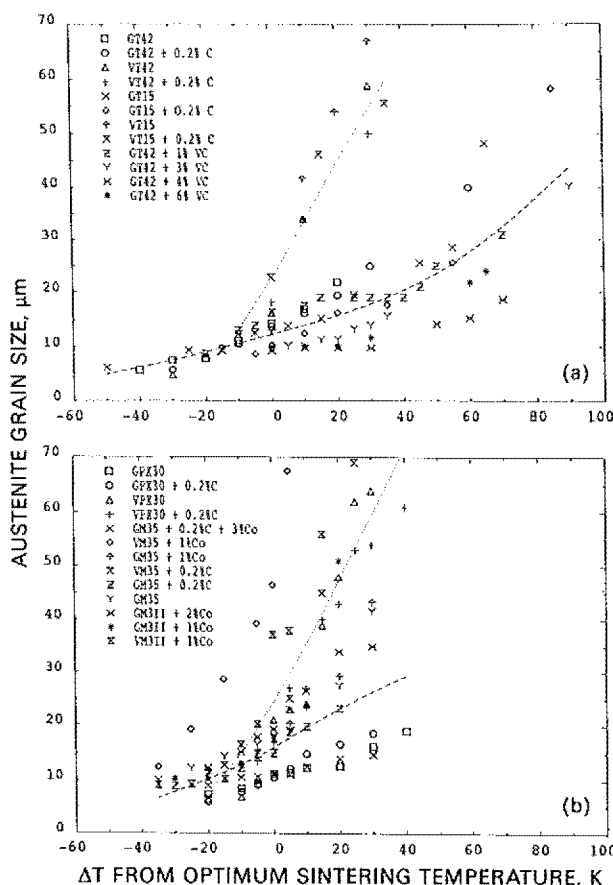
Compacts of 16 mm dia. and 4 mm in length were cold compacted uniaxially at a pressure of 500 MPa, the die walls being lubricated. The compacts were sintered either in a flowing atmosphere composed of (vol.-%) 90N₂-9H₂-1CH₄ or in a vacuum. The gas mixture was supplied in bottles by Sociedad Española de Oxígeno. Sintering in gas atmosphere was carried out in a closed refractory steel tube; the flowing gas was introduced through a hole in one end closure and, after flowing through the tube, left through the other. The steel tube forms part of a Lindberg furnace. The same furnace was used for vacuum sintering, in this case the vacuum system was directly connected to the tube; the pressure was less than 5 Pa during the sintering. In all cases the samples were heated to the sintering temperature at a mean rate of 50 K min⁻¹ and soaked for 60 min. The temperature control was within ±2 K over 200 mm at the centre of the tube. Specimens were cooled at a rate of 250 K min⁻¹. The sintered density was normally evaluated by the Archimedes' method; for some samples it was calculated using the weight and the geometrical dimensions.

Transverse sections were mechanically polished. After etching with 5% nital these were observed in 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. Micrographs were taken at high magnification in a Philips 501B SEM fitted with an EDAX 9100 energy dispersive X-ray system, which was used to analyse the composition of the different phases. Quantitative metallography techniques were used to measure the volume fraction and the distribution of primary carbides and/or carbonitrides. In each case a minimum of 600 particles of each type of carbide (MC and M₆C) and carbonitride was analysed.

RESULTS AND DISCUSSION

The variation of austenite grain size with deviation of temperature from the optimum (minimum sintering temperature at which a 99% density is reached) is shown in Fig. 1 for examples taken from the T and M grades of high speed steel. For both groups of steels it is apparent that during vacuum sintering grain growth occurs 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. It can also be observed in Fig. 1a that the addition of VC to T42 steels results in finer grain sizes than for plain T42 steels.

Figure 2a-d shows a comparison between the microstructures of specimens of T42 and Px30 steel vacuum sintered at optimum temperature (Fig. 2a and c respectively) and specimens of the same steels sintered in the nitrogen rich gas atmosphere (Fig. 2b and d). It can be observed that the incorporation of nitrogen into the steels produces some important modifications of the microstructure. First, a significant increase in retained austenite is observed and second, the MC carbides are replaced by MX carbonitrides of smaller size.



a grade T; b grade M

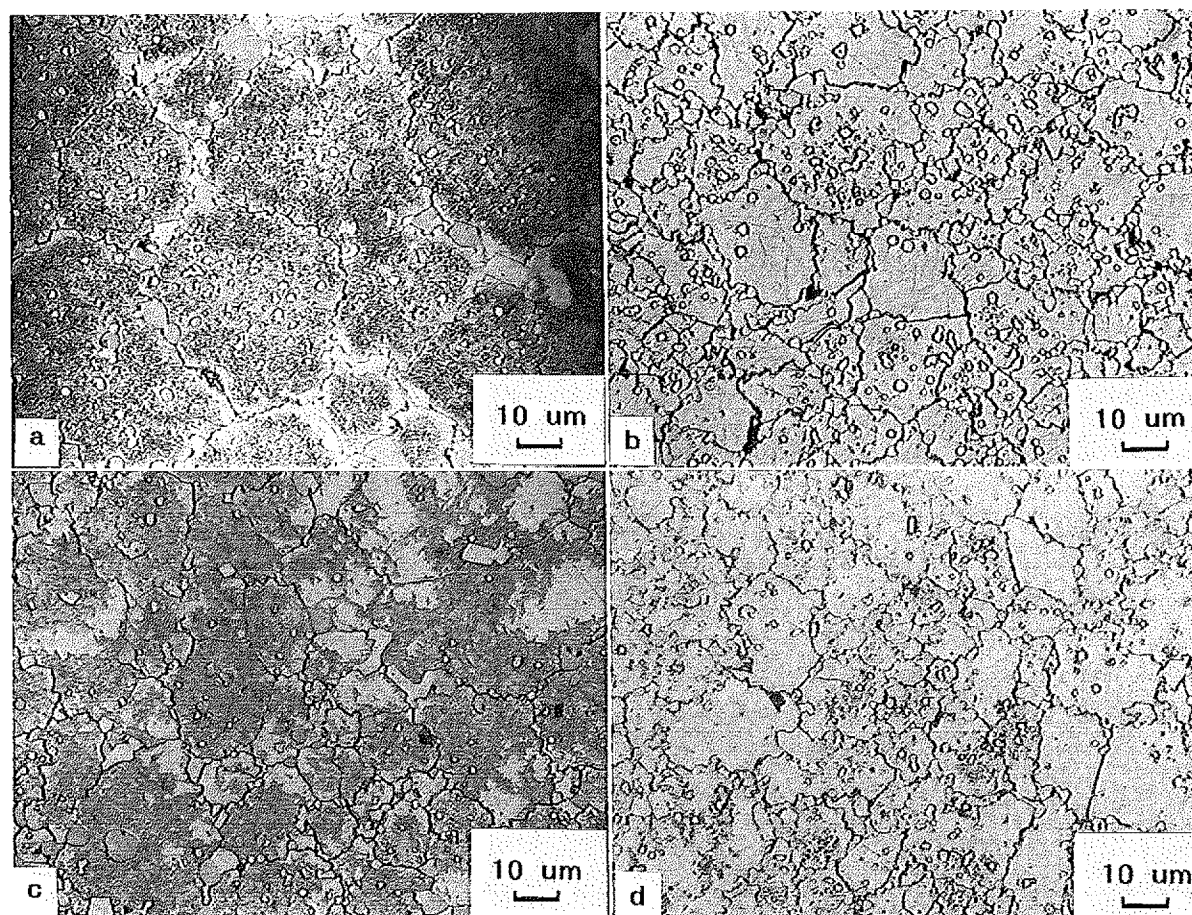
1 Grain size in as sintered high speed steel specimens: G indicates gas sintering, V vacuum sintering

Chemical analysis of the dispersed particles has shown that the use of the gas mixture during sintering, in preference to a vacuum (both in samples with and without carbon addition) produces differences in the chemical composition of MX type particles. Conversely, the chemical composition of M₆C type particles remains similar in all cases. Table 2 summarises the mean chemical composition of primary particles of the MX and M₆C types.

Figure 3 shows the evolution of the volume fraction of primary particles with sintering temperature for T42 and Px30 steels. It is apparent that although the volume fraction for gas sintered samples remains approximately constant, for vacuum sintered samples the total content of primary carbides decreases with oversintering, due to dissolution at high temperatures and subsequent formation of eutectic carbides during cooling. The volume fraction of each particle type in gas sintered samples for both steels was approximately constant in the evaluated temperature range, from the optimum up to 30 K above it: the mean values were 3.8% for MX and 8.3% for M₆C in T42 steel and 5% MX and 10% for M₆C in steel Px30. Particle distribution analysis has shown that MX carbonitrides

Table 1 Chemical analysis of as received steel powders, wt.-%

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Co	Cu	V	W	O
Px30	1.33	0.31	0.23	0.024	0.015	4.28	5.14	0.29	8.70	0.08	3.32	6.63	0.0488
M3/2	0.98	0.19	0.19	...	...	4.02	...	...	0.37	...	2.94	6.0	...
M35	0.94	0.17	0.19	...	...	4.3	...	...	4.83	...	1.79	6.35	...
T15	1.64	0.25	0.24	0.023	0.019	4.37	0.56	0.13	4.99	0.11	4.70	12.40	0.0757
T42	1.43	0.28	0.21	0.024	0.013	4.18	3.22	0.12	9.44	0.10	2.94	8.89	0.0478

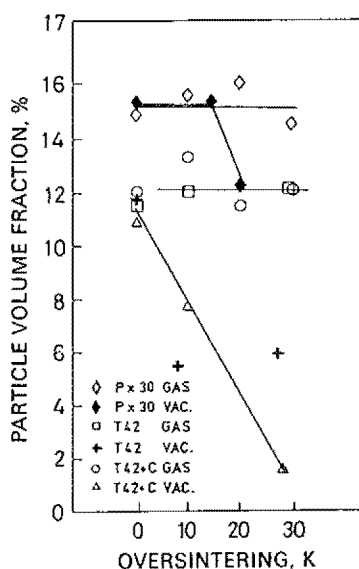


a vacuum sintered T42; b gas atmosphere sintered T42; c vacuum sintered Px30; d gas atmosphere sintered Px30

2 Microstructures of high speed steels at optimum densification condition

were very resistant to coarsening, resulting in a mean particle size of 1 μm at the optimum temperature and 1.3 μm at 30 K above it; no particles larger than 3.5 μm were found.

Figure 4 shows particle size distribution histograms (MX and M_6C particles) for specimens of Px30 steel sintered at the optimum sintering temperature in the gas atmosphere



3 Evolution of volume fraction of primary particles with sintering temperature

and in a vacuum. It is apparent that the MX particle size distribution of the gas sintered samples is narrower and more concentrated at the lower values than that corresponding to vacuum sintering. In contrast, the M_6C particle distribution is similar for both sintering techniques.

Table 3 summarises the quantitative values of the microstructural features such as austenite grain size and volume fraction and size for MX particles and M_6C carbides at the optimum sintering temperature. The presence of these MX carbonitrides which, as pointed out above, do not dissolve at high temperature (Fig. 5) explains why grain growth is not significant for oversintering in the gas atmosphere. In fact, 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

$$D = 4d/3f$$

Taking the data of Table 3 referring to volume fraction and mean size of carbonitrides and using the approximation proposed by Helmann and Hillert¹³ for a distribution of particles

$$D = \frac{4}{3}(\sum f_i/d_i)^{-1}$$

the limiting grain sizes given in Table 3 are calculated. If the confidence limits of the experimental results of volume fraction and particle size are taken into account, confidence limits of about $\pm 20\%$ are obtained. It is worth emphasising that the grain size values calculated in this way from the Zener equation for the different steels at the optimum sintering temperature in both the gas atmosphere and a vacuum agree very well with the grain sizes observed experimentally.

Table 2 Chemical composition of M_6C carbides and MX carbonitrides: metallic elements only, wt-%

Particle	Steel	Atmosphere	Mo	V	Cr	Fe	Co	W
M_6C	Px30	Vacuum	18.7	4.8	2.9	27.8	4.3	41.5
	Px30	$N_2-H_2-CH_4$	18.3	1.7	2.5	27.1	3.7	46.8
	T15	Vacuum	6.8	3.4	3.0	26.8	1.4	58.7
	T15	$N_2-H_2-CH_4$	5.8	1.9	2.2	26.4	1.3	62.5
	T42	Vacuum	16.0	3.8	3.2	27.0	4.3	46.0
	T42	$N_2-H_2-CH_4$	16.2	1.7	2.3	26.5	4.4	49.0
	T42+1%VC	$N_2-H_2-CH_4$	12.6	1.4	2.2	27.5	3.3	53
	T42+4%VC	$N_2-H_2-CH_4$	14.1	1.3	2.5	27.2	4.3	50.4
	T42+6%VC	$N_2-H_2-CH_4$	16.3	0.4	1.1	27.7	2.3	52.2
	M3/2+1%Co	Vacuum	28.1	4.8	2.4	28.8	0.0	35.8
	M3/2+1%Co	$N_2-H_2-CH_4$	30.2	1.5	2.1	28.2	0.3	37.7
	M3/2+2%Co	$N_2-H_2-CH_4$	36.0	1.3	2.0	25.8	0.7	34.2
	M35	$N_2-H_2-CH_4$	29.5	0.7	2.1	27.9	0.8	39.0
	M35+0.2%C	Vacuum	26.6	3.0	2.4	28.7	1.3	38.2
	M35+0.2%C	$N_2-H_2-CH_4$	38.5	0.8	2.7	24.8	1.7	31.6
	M35+1%Co	Vacuum	34.0	3.2	2.4	24.4	2.1	33.9
	M35+1%Co	$N_2-H_2-CH_4$	37.9	0.9	2.4	24.2	1.6	32.9
MX	Px30	Vacuum	15.4	50.4	2.5	3.1	0.1	28.6
	Px30	$N_2-H_2-CH_4$	7.4	68.3	4.6	7.6	1.9	10.1
	T15	Vacuum	5.7	44.7	3.5	2.8	0.0	43.1
	T15	$N_2-H_2-CH_4$	1.3	72.0	4.4	6.2	0.1	6.2
	T42	Vacuum	14.0	46.0	2.9	3.0	0.1	34.0
	T42	$N_2-H_2-CH_4$	5.0	72.0	5.7	7.0	1.0	9.0
	T42+1%VC	$N_2-H_2-CH_4$	0.9	92.6	0.6	5.1	0.6	0.2
	T42+4%VC	$N_2-H_2-CH_4$	12.3	51.1	5.5	10.2	1	19.9
	T42+6%VC	$N_2-H_2-CH_4$	3.0	61.8	6.2	25.1	2.6	1.3
	M3/2+1%Co	Vacuum	22.5	51.8	2.5	2.7	0.0	20.8
	M3/2+1%Co	$N_2-H_2-CH_4$	5.1	84.1	4.4	5.2	0.1	1.2
	M3/2+2%Co	$N_2-H_2-CH_4$	1.6	92.4	3.8	1.9	0.0	0.2
	M35	$N_2-H_2-CH_4$	7.2	80.9	6.6	3.7	0.2	1.5
	M35+0.2%C	Vacuum	26.7	41.1	3.5	4.0	0.0	24.6
	M35+0.2%C	$N_2-H_2-CH_4$	9.1	77.1	6.8	4.7	0.0	2.2
	M35+1%Co	$N_2-H_2-CH_4$	4.2	85.7	6.2	3.2	0.0	0.7

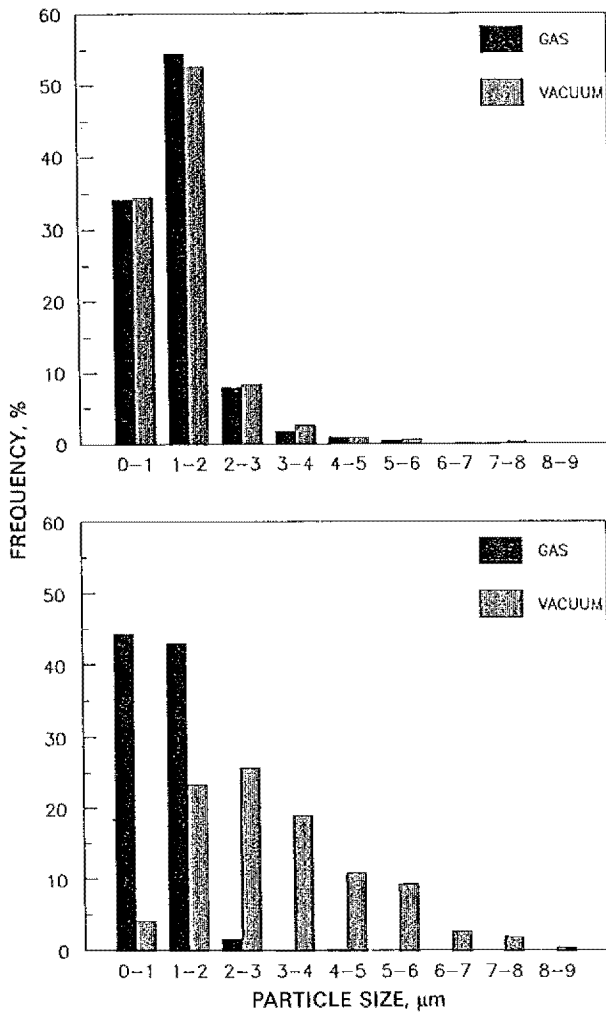
Examining the effect of oversintering in Fig. 3 it may be seen that even for 30 K oversintering in the gas atmosphere the total amount of primary particles in the steels T42 and Px30 remains constant. Taking into account also that the

size of the MX particles is nearly the same and that only a small increase in size for M_6C is produced, a similar or slightly larger grain size is predicted, which is in agreement with experimental observation for gas sintering. For T42,

Table 3 Quantitative values of microstructural features of sintered samples

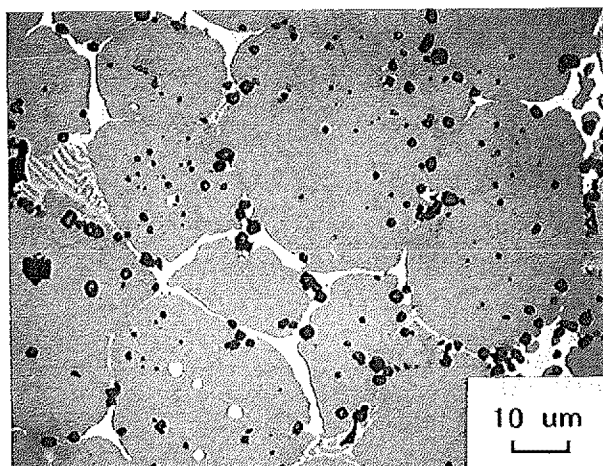
Steel	Sintering atmosphere	Austenite grain size, μm	MX particles		M_6C particles		Limiting grain size, μm
			Vol.-%	Size, μm	Vol.-%	Size, μm	
T42	Vacuum	16.8	5.4	1.6	6.3	1.39	16.9
T42	$N_2-H_2-CH_4$	14.3	3.8	0.96	7.7	1.35	13.8
T42+0.2%C	Vacuum	17.6	6.5	1.6	4.4	1.39	18.4
T42+0.2%C	$N_2-H_2-CH_4$	13.4	3.8	0.96	8.3	1.35	13.2
T42+1%VC	$N_2-H_2-CH_4$	14.7	5.2	1.23	8.7	1.36	12.5
T42+4%VC	$N_2-H_2-CH_4$	9.2	8.1	0.96	9	1.30	8.7
T42+6%VC	$N_2-H_2-CH_4$	10	9.1	0.85	9.2	1.26	7.4
T15	Vacuum	13.2	6.6	2.8	6.2	1.9	38.3
T15	$N_2-H_2-CH_4$	13.3	7.4	1.4	10.9	1.6	11.0
T15+0.2%C	Vacuum	26.9	8.5	3.1	6.0	2.0	23.2
T15+0.2%C	$N_2-H_2-CH_4$	10.4	8.5	1.4	13.2	1.8	9.9
Px30S	Vacuum	40	2.3	3.4	7.9	1.65	11.5
Px30S	$N_2-H_2-CH_4$	15.4	2.6	1.05	6.0	1.7	22.2
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	10.1
Px30	Vacuum	21	7.1	3.1	8.5	1.34	15.4
Px30	$N_2-H_2-CH_4$	11.3	5.0	1.1	10.0	1.33	11.0
Px30+0.2%C	Vacuum	19.5	6.7	3.6	6.74	1.47	20.7
Px30+0.2%C	$N_2-H_2-CH_4$	10.5	5.3	0.84	10.3	1.12	8.6
M3/2+1%Co	Vacuum	37.2	...	...	11.0	2.3	...
M3/2+1%Co	$N_2-H_2-CH_4$	17.6	5.0	1.1	8.1	1.6	13.9
M3/2+2%Co	$N_2-H_2-CH_4$	19.2	4.5	1.0	5.2	1.8	18.0
M35+0.2%C	Vacuum	18	...	...	10.0	1.3	...
M35+1%Co	Vacuum	45	...	...	7.2	1.9	...
M35	$N_2-H_2-CH_4$	18	4.7	0.9	10.0	1.5	11.2
M35+0.2%C	$N_2-H_2-CH_4$	15	6.3	0.8	11.0	1.5	8.8
M35+1%Co	$N_2-H_2-CH_4$	17.3	3.1	1.0	8.5	1.4	14.5

*Theoretical limiting grain size value as derived from approximation of Hellman and Hillert.¹³

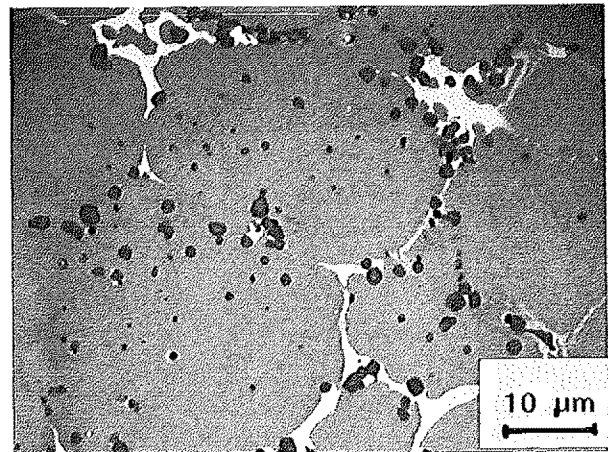
a M_6C ; b MX

4 Particle size distribution after sintering at optimum temperature in gas atmosphere and vacuum

an oversintering of 60 K produces a significant dissolution and growth of M_6C carbides, but the MX carbonitrides remain and 3.8% of 1.3 μm MX carbonitrides predicts a limiting grain size of 45 μm , which is in close agreement with the 40 μm found experimentally. For oversintering in vacuum, for T42, as shown in Fig. 3, an oversintering of



5 Microstructure of undissolved MX carbonitrides in oversintered T15 steel

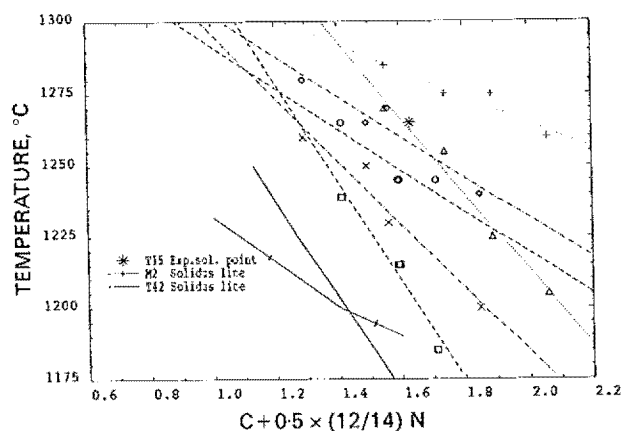


6 Eutectic carbides (bright) and clustered carbonitrides (dark) in Px30 steel

10 K decreases the amount of primary carbides to around 6–8%, which with a mean value of 1.6 μm for the particle size predicts values of limiting grain size of 26–33 μm , in close agreement with the 34 μm found experimentally. For an oversintering of 30 K in the same steel, a volume fraction of 2–6% of primary (non-eutectic) carbides is 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 fewer M_6C carbides are dissolved for the same amount of oversintering, as shown in Fig. 6, the particles observed are more clustered, which explains why they are less effective in preventing grain growth.

The sintering atmosphere also has an important influence on the amount of oversintering necessary for the appearance of a continuous eutectic phase at the austenitic grain boundaries with subsequent impairment of mechanical properties. It is worth emphasising that MC type carbides are not present in eutectic form in gas atmosphere sintering and that M_6C eutectic carbide is present in vacuum sintered specimens for smaller degrees of oversintering than is the case in gas sintering.

In Fig. 7, the variation of the optimum sintering temperature and of the minimum temperature for the appearance



7 Optimum sintering temperature and minimum temperature for appearance of eutectic carbides (M_6C type) as function of modified carbon equivalent: solidus lines for M2 and T42 are also shown

of M_6C eutectic carbide with the combined action of carbon and nitrogen (using the equivalence for the substitution of carbon by nitrogen proposed by Jauregi *et al.*⁹ $\%C = 0.5 \times (12/14)\%N$) is shown for the steels T42, T15, and Px30. For T42 the actual results lie on a line parallel to and above the solidus line reported by Grinder *et al.*¹⁴ for the same steel. The temperature at which eutectic carbide appears in T42 is above the optimum sintering temperature and the difference increases with increasing modified carbon equivalent. For T15, the solitary solidus result found in the literature¹⁵ falls on the optimum sintering temperature plot, which again lies below the eutectic carbide formation temperature, and separation between the two lines increases also with increasing modified carbon equivalent. Finally for Px30 steel also it is to be noted that the slope of the plot for the appearance of the eutectic carbide is smaller than that corresponding to the optimum sintering temperature locus, although the difference in slopes is smaller than for the T grades. Wright¹¹ has shown that the sintering window, the temperature range over which optimal microstructure and mechanical properties can be attained, is located within the austenite+carbide (M_6C in T1 or $M_6C + MC$ in M2)+liquid region in the equilibrium diagram. The present results seem to agree well with the arguments of Wright from the point of view of increasing the sintering window or gate by adding carbon or increasing the nitrogen content in T grades, indicating that this effect of broadening the gate is not so effective for the M grades and reflecting the weak effect of carbon in enlarging the austenite+carbide+liquid region. Thus it becomes clear why increasing the amount of carbon and/or nitrogen (the latter by sintering in the gas atmosphere) broadens the sintering gate. However, excessive amounts of carbon can lead to unacceptable microstructures.

CONCLUSIONS

1. Oversintering of several high speed steels in a gas atmosphere composed of $N_2-H_2-CH_4$ results in only a small increase in grain size in contrast to the significant increases observed for vacuum sintering.
2. The Zener drag exerted by fine and very stable carbonitrides (MX), produced during nitrogen rich atmosphere sintering, explains this inhibition of grain coarsening even for excessive oversintering.
3. Undesirable eutectic carbides, usually found after slight oversintering in vacuum, are not present after

sintering in a nitrogen rich atmosphere even after considerable oversintering. This is held to be due to the enlargement of the austenite+carbide+liquid region, within which the optimum microstructure can be obtained, by the combined action of carbon and nitrogen. The above combination of effects considerably increases the range of temperatures in which the optimum microstructure is obtained. Hence superior mechanical properties are obtained by a nitrogen rich atmosphere treatment compared with a vacuum treatment, which is an effect having important industrial relevance.

ACKNOWLEDGEMENTS

Financial support for this work has been supplied largely by the Departamento de Economía de la Diputación Foral de Guipúzcoa. S. Jauregui wishes to thank the Departamento de Educación y Universidades del Gobierno Vasco for the provision of a research grant.

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, 109-118.
3. C. S. WRIGHT, A. S. WRONSKI, and M. M. REBECK: *Met. Technol.*, 1984, 11, 181-188.
4. Internal report, Engineering Materials Group, University of Bradford, UK, 1987.
5. C. S. WRIGHT and R. S. IRANI: *J. Mater. Sci.*, 1984, 19, 3389-3398.
6. R. H. PALMA: PhD thesis, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Spain, 1990.
7. A. EGAMI, A. KOIKAWA, and K. HARADA: *Met. Powder Rep.*, 1992, 47, (3), 34-38.
8. R. H. PALMA, V. MARTINEZ, and J. J. URCOLA: *Powder Metall.*, 1989, 32, 291-299.
9. J. JAUREGI, F. FERNANDEZ, R. H. PALMA, V. MARTINEZ, and J. J. URCOLA: *Metall. Trans. A*, 1992, 23A, 389-400.
10. I. URRUTIBEASKOA: PhD Thesis, Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Spain, 1992.
11. C. S. WRIGHT and B. OGEL: *Powder Metall.*, 1993, 36, 213-219.
12. I. URRUTIBEASKOA and J. J. URCOLA: *Powder Metall.*, 1993, 36, 47-54.
13. P. HELLMAN and M. HILLERT: *Scand. J. Metall.*, 1975, 4, 211-219.
14. O. GRINDER, L. BERGLIN, and M. SPORRONG: in 'Modern developments in powder metallurgy', Vol. 17, 407-425; 1985, Princeton, NJ, MPIF.
15. J. V. BEE, J. V. WOOD, P. R. BREWIN, and D. P. NURTHEN: in 'Progress in powder metallurgy', Vol. 41, 217-223; 1985, Princeton, NJ, MPIF.