



UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID

**PROYECTO FIN DE CARRERA**

**DESARROLLO DE UN MATERIAL COMPUESTO BASE  
ACERO RÁPIDO PARA APLICACIONES DE CORTE  
POR MOLDEO DE INYECCIÓN DE METALES**

**Autora:**

Alicia Páez Pavón

**Director:**

José Manuel Torralba Castelló

**Codirector:**

Grzegorz Matula

DEPARTAMENTO DE CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES E INGENIERÍA QUÍMICA

Leganés, Octubre 2011





---

## **AGRADECIMIENTOS**

Quiero agradecer a todas las personas que, en mayor o menor grado, han hecho posible la realización de este Proyecto Fin de Carrera.

En primer lugar, a José Manuel Torralba y Grzegorz Matula, por haberme brindado la oportunidad de realizar este trabajo, y por su atención y apoyo.

A Elena Bernardo, por toda su dedicación y su inestimable ayuda, sin la cual este proyecto no habría sido posible. A Javier, Paula, Carolina, Mohammed y a todas las personas del Grupo de Tecnología del Polvos y del Departamento que han aportado su granito de arena a este proyecto.

Finalmente, a mis amigos, y en concreto, a mi madre y hermanos, por toda su paciencia y apoyo.

Muchas gracias a todos.





# Índice

<b>Resumen .....</b>	<b>7</b>
<b>Abstract .....</b>	<b>9</b>
<b>Capítulo 1. Antecedentes.....</b>	<b>11</b>
1.1 Moldeo por Inyección de Polvos.....	12
1.1.1 Introducción .....	12
1.1.2 Etapas del proceso MIM.....	13
1.1.3 Características principales.....	19
1.2 Aceros rápidos (HSS).....	21
1.2.1 Introducción .....	21
1.2.2 Clasificación general de los aceros rápidos.....	22
1.2.3 Moldeo por inyección de aceros rápidos.....	24
1.2.4 Moldeo por inyección de acero T15.....	26
<b>Capítulo 2. Motivación y objetivos.....</b>	<b>31</b>
<b>Capítulo 3. Proceso Experimental .....</b>	<b>35</b>
3.1 Materiales .....	36
3.1.1 Polvo Metálico.....	36
3.1.2 Sistema ligante .....	36
3.1.3 Aditivos.....	37
3.2 Proceso experimental .....	38
3.2.1 Esquema del proceso .....	38
3.2.2 Etapas del proceso experimental.....	39
<b>Capítulo 4. Resultados.....</b>	<b>47</b>
4.1 Caracterización del polvo de partida .....	48
4.2 Caracterización del “feedstock” .....	49
4.3 Inyección .....	52
4.4 Eliminación del ligante (“ <i>Debinding</i> ”).....	52
4.5 Sinterización.....	54



---

4.6 Propiedades mecánicas .....	55
4.7 Evaluación microestructural .....	56
<b>Capítulo 5. Discusión de resultados.....</b>	<b>63</b>
5.1 Optimización de la mezcla e inyección .....	64
5.2 Extracción del sistema ligante .....	65
5.3 Grado de densificación y propiedades mecánicas de las piezas sinterizadas .....	67
<b>Capítulo 6. Conclusiones.....</b>	<b>71</b>
<b>Capítulo 7. Trabajo futuro.....</b>	<b>73</b>
<b>Referencias bibliográficas .....</b>	<b>75</b>



## ***Resumen***



En el presente Proyecto Final de Carrera se ha desarrollado un proceso de moldeo por inyección de metales (MIM) para la obtención de piezas de acero rápido T15.

La tecnología MIM es una técnica altamente flexible por la que se obtienen componentes de elevadas prestaciones y geometrías complejas a precios razonables. Hay numerosas variables que influyen en el proceso de producción de un componente mediante esta tecnología. Dos de ellas son la utilización de aditivos para favorecer ciertas etapas del proceso o mejorar las propiedades finales de las piezas y la variación de las condiciones en las que se lleva a cabo la extracción térmica del sistema ligante. Por ello, este proyecto pretende evaluar en qué medida la adición de ácido esteárico favorece las distintas etapas de procesado y en qué grado la introducción de carburos mejora las propiedades finales de los componentes obtenidos. De igual manera se pretende estudiar el efecto en las propiedades finales de la utilización de dos ciclos térmicos diferentes durante la extracción térmica.

Se prepararon dos “feedstocks”, uno con ácido esteárico y otro sin éste, con una carga metálica del 58% en volumen. Como sistema ligante se empleó una mezcla de polipropileno y cera parafina.

Se caracterizaron los “feedstocks” mediante reología de par de torsión, reología capilar y medidas de densidad y se observó que el ácido esteárico favorece significativamente el proceso de mezclado y grado de homogeneidad. Además, el ácido esteárico resultó ser un aditivo crítico para el proceso, puesto que el “feedstock” que no lo contenía resultó imposible de inyectar.

Se realizó extracción con disolventes empleando heptanol y se diseñó correctamente el ciclo de extracción térmica mediante análisis térmico simultáneo (STA), el cual se llevó a cabo en nitrógeno a dos velocidades de calentamiento diferentes, 1°C/min y 5°C/min. A continuación se sinterizaron los compactos en marrón obtenidos en la etapa anterior a 1250°C en bajo vacío.

La evaluación de las propiedades finales de las piezas se realizó mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM), estudio de energías dispersivas de rayos X (EDAX), difracción por rayos X (DRX), resistencia a flexión, dureza y densidad. Tras el análisis de resultados obtenidos mediante estas técnicas se concluyó que una alta velocidad de calentamiento durante la etapa de extracción térmica conlleva un aumento del tamaño de grano, mayor tamaño de carburos y mayores aglomeraciones de éstos en la matriz, lo que se traduce en propiedades mecánicas inferiores.





## ***Abstract***



In this Master Thesis a process of metal injection molding (MIM) has been developed to obtain products of high speed steel T15. The aim of this study is to check the effect on the microstructure and final properties of the addition of stearic acid and tetra carbides, as well as the use of two different heating rates during the thermal extraction stage.

MIM technology is a highly flexible technique to obtain high performance components and complex geometries at reasonable prices. There are many variables that influence the production process of a component using this technology. Two of them are the use of additives to enhance certain stages of the process or improve the final properties of the products and the variation of the conditions under the thermal extraction of the binder system is done. Therefore, this project aims to assess how the addition of stearic acid improves the different processing steps and to assess how the introduction of carbides improves the final properties of the components obtained. Also, this work had studied the effect of using two different thermal cycles for heat extraction on the final properties.

Two feedstocks were prepared, one of them with stearic acid and the other one without it, both with a metal loading of 58% in volume. A mixture of polypropylene and paraffin wax was used as a binder system.

Feedstocks were characterized by torque rheology, capillary rheology, and density measurements. It was observed that stearic acid is a critical component because the injection of the feedstock without it was not possible.

Solvent extraction was performed using heptanol, and thermal extraction cycle was properly designed by simultaneous thermal analysis, which was conducted under nitrogen at two different heating rates, 1°C/min and 5°C/min.

Finally, the brown compacts were sintered at 1250°C under vacuum.

The evaluation of the final properties of the components were made by optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive study of X-ray (EDAX), X-ray diffraction, flexural strength, hardness and density. After analyzing the results obtained using these techniques it was concluded that a high rate of heating during the thermal extraction involves higher grain size, higher carbides size and more agglomeration of them in the matrix, resulting in lower mechanical properties.



## ***Capítulo 1. Antecedentes***



## 1.1 Moldeo por Inyección de Polvos

### 1.1.1 Introducción

El moldeo por inyección de polvos (PIM) es un proceso de fabricación de componentes que actualmente goza de un gran interés tecnológico. Esta técnica resulta especialmente competitiva en el conformado de piezas de elevada complejidad, pequeñas dimensiones y elevadas prestaciones.

PIM surge a partir de los procesos de inyección de plásticos, los cuales resultan altamente competitivos para la producción de grandes series de piezas. La incorporación de partículas de polvo (metálico o cerámico) a dichos polímeros permite combinar la alta productividad y flexibilidad de la inyección de plásticos con las buenas características mecánicas de piezas metálicas y/o cerámicas, consiguiendo así productos finales de altas prestaciones. Los polímeros actúan como ligantes del polvo y permiten inyectar la mezcla adecuadamente. Posteriormente son necesarias etapas de eliminación del polímero y sinterización de la pieza (1).

Dentro de esta tecnología, destaca el moldeo por inyección de metales (MIM), el cual es responsable de más del 75% de la producción anual. Su desarrollo se inició en los años veinte; sin embargo, ha experimentado un crecimiento significativo en los últimos veinte años. Hoy en día, se utiliza ampliamente en la fabricación de piezas en un gran número de industrias, como la industria del automóvil, aeroespacial, médica, defensa, microelectrónica, etc. (2).

Los materiales más comúnmente empleados en MIM son aceros al carbono, aceros inoxidable y aceros rápidos. También se utilizan metales duros, y más recientemente, se emplean el titanio y sus aleaciones, aleaciones base níquel, aleaciones de wolframio, aleaciones base cobalto y aleaciones base cobre (3).

A pesar de su gran éxito tecnológico, es necesario un estudio más exhaustivo de este proceso, en concreto, aquellos aspectos relacionados con la naturaleza y comportamiento del ligante polimérico. En la actualidad, numerosos estudios centran sus esfuerzos en la investigación de nuevos materiales y formas de eliminación que resulten más económicas y de menor impacto medioambiental (4).

### 1.1.2 Etapas del proceso MIM

La figura 1.1. muestra las etapas del proceso MIM. La primera etapa consiste en la selección de los materiales a utilizar (polvo metálico, sistema ligante y aditivos). Una vez elegidos adecuadamente, los materiales se someten a unas condiciones de temperatura y tiempo determinados que dan lugar a una mezcla homogénea denominada “*feedstock*”. Ésta se granula e inyecta en un molde con la forma final de la pieza. A continuación, se lleva a cabo una etapa de eliminación del sistema ligante (“*debinding*”), bien mediante un ciclo térmico o por acción de disolventes, y posteriormente se sinteriza la pieza libre de sistema ligante para alcanzar el mayor grado de densificación posible (5).

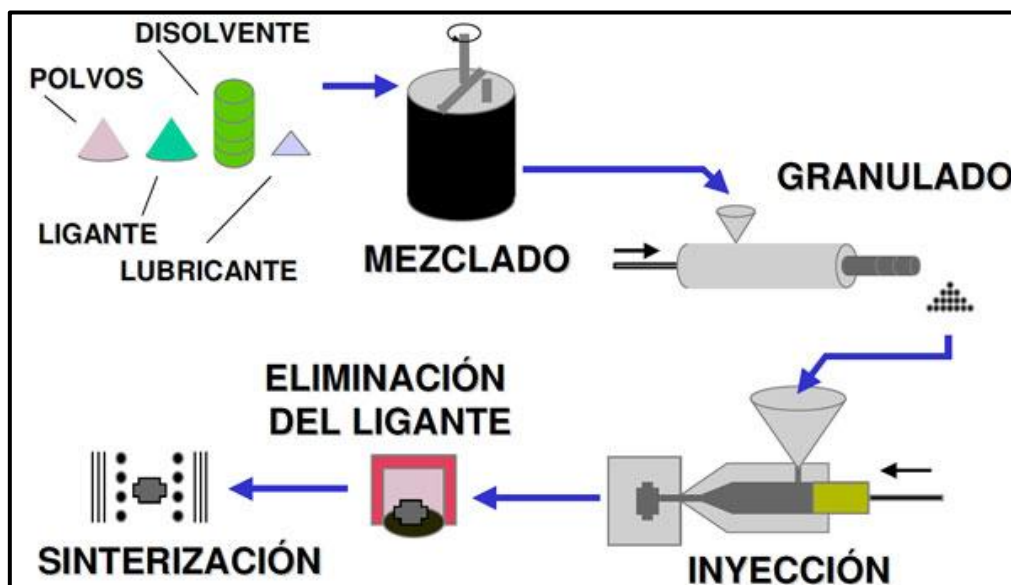


Figura 1.1. Etapas de un proceso MIM (6).

A continuación se explica de manera más detallada cada una de las etapas.

#### a. Selección del polvo metálico

En el moldeo por inyección de metales, la elección del polvo es considerada una etapa crítica del proceso, ya que las características de éste ejercen una fuerte influencia sobre las propiedades finales de la pieza. Entre ellas, cabe destacar la morfología del polvo, su distribución y tamaño de partícula, su densidad aparente y vibrada, etc. (7).



A continuación, se enumeran las propiedades de los polvos más comúnmente utilizados en MIM (8):

- Partículas esféricas, pues disponen de una mayor densidad de empaquetamiento y favorecen la incorporación de mayores proporciones de polvo a la mezcla. Los polvos obtenidos por atomización en gas son más comúnmente empleados en MIM ya que proporcionan esta morfología.
- Tamaños de partícula inferiores a 20  $\mu\text{m}$ , pues provocan menos defectos durante la sinterización y retienen mejor la forma de la pieza.
- Distribución de partícula moderadamente amplia para conseguir un mayor empaquetamiento y facilitar el proceso de extracción del ligante.
- Bajo grado de aglomeración para una mayor fluidez.
- Densidad vibrada del orden del 50% de la teórica, pues es el valor óptimo para obtener la mayor carga de polvo admitida por el ligante (4).

b. Selección del sistema ligante

El sistema ligante o "*binder*" mantiene unidas las partículas de polvo y facilita la etapa inyección, ya que dota a la mezcla de la viscosidad adecuada para su inyección en la forma deseada. Suele estar formado por un polímero termoplástico que da consistencia a la pieza en verde y un polímero de menor punto de fusión que aporta fluidez y es fácilmente eliminable durante la etapa de "*debinding*". Es necesario eliminar el sistema ligante antes de proceder a la sinterización sin que éste deje ningún residuo. Además, las temperaturas de descomposición de ambos polímeros han de ser siempre superiores a las que se alcanzan durante las etapas de mezclado e inyección, para evitar su degradación prematura. La principal ventaja del uso de sistemas ligantes multicomponente es la posibilidad de llevar a cabo una eliminación paulatina y reducir así los problemas de distorsión derivados de esta etapa del proceso (9).

Hoy en día, existe una gran variedad de sistemas ligantes. La composición más común es la mezcla de una poliolefina con una cera como es el caso del polietileno de alta densidad (HDPE) con parafina (PW) (10), polipropileno (PP) con parafina (11) o una combinación de los tres anteriores (12). Otro tipo de sistemas ligantes son resinas acrílicas termoestables (13) o sistemas patentados por algunas empresas, como puede ser la mezcla de ceras poliolefínicas denominada Hostamont TP EK 583 o PAN250 (14), (15).



En general, la cantidad utilizada de polímero varía entre el 15 y 50 % vol., dependiendo fundamentalmente del polvo de partida y del tipo de sistema ligante empleado. Además del sistema ligante pueden utilizarse aditivos (ácido esteárico, glicerina, silanos, etc.) que mejoren la interacción entre el ligante y el polvo. De esta manera, se reduce la viscosidad de la mezcla y se aumenta la cantidad de polvo que se incorpora a la mezcla (9).

Las características fundamentales que ha de cumplir el sistema ligante se enumeran a continuación, (16):

- Mojado adecuado del polvo.
- Eliminación de forma sencilla y rápida.
- Químicamente estable.
- Reciclable y de bajo impacto ambiental.

c. Mezclado.

En esta etapa se mezclan el polvo y el sistema ligante. La mezcla resultante recibe el nombre de *"feedstock"*. En general, el mezclado se lleva a cabo a elevados esfuerzos cortantes y temperatura que pueden comprometer la integridad de los componentes del sistema ligante.

Es fundamental conseguir una mezcla homogénea para que no se produzca una separación de fases o segregaciones durante el moldeo y evitar así la aparición de defectos en la pieza final. Un *"feedstock"* homogéneo se caracteriza por un adecuado recubrimiento y dispersión de las partículas de polvo en el *"binder"* sin presencia de porosidad o aglomerados. El *"feedstock"* debe tener baja viscosidad y no debe adherirse al molde ni degradarse durante el proceso de mezclado y en su posterior almacenamiento (17).

Tras el mezclado es fundamental la caracterización del *"feedstock"*. Para ello, se emplean numerosas técnicas, como medidas de densidad y estudios reológicos que permiten determinar el grado de homogeneidad del mismo. La tabla 1.1. muestra los métodos de caracterización del *"feedstock"* más empleados.



Técnica	Descripción	Parámetro a evaluar	Ref.
<b>Reología capilar</b>	Se hace fluir el “ <i>feedstock</i> ” en estado fundido por un capilar y se registra la presión que es necesaria ejercer para alcanzar una velocidad determinada. Heterogeneidades en el “ <i>feedstock</i> ” provocan cambios en la presión.	Viscosidad del “ <i>feedstock</i> ”	(18)
<b>Reología de par de torsión (torque)</b>	Se registra el par de torsión que ha de proporcionar el equipo durante la etapa de mezclado. Al alcanzar un valor estable, la mezcla se considera homogénea.	Par de torsión Carga óptima de polvo	(10)
<b>Medidas de densidad</b>	Se realizan medidas de densidad del “ <i>feedstock</i> ” mediante un picnómetro de helio y se comparan con la densidad real calculada por la regla de las mezclas. Las heterogeneidades en la mezcla provocan variaciones de densidad.	Densidad del “ <i>feedstock</i> ”	(3)
<b>Análisis térmico</b>	El “ <i>feedstock</i> ” se somete a un ciclo térmico en una atmósfera determinada, se evalúa la pérdida de peso y se compara con la cantidad inicial de sistema ligante. Heterogeneidades provocan variaciones en el contenido de “ <i>binder</i> ”.	Composición del sistema ligante	(15)

**Tabla 1.1.** Métodos de caracterización del “*feedstock*”.

d. Granulado e inyección.

Tras el estudio de homogeneidad, la mezcla se granula y se inyecta. Para ello, es necesario calentar hasta la temperatura de fusión del sistema ligante e inyectarla en un molde de la forma final deseada. Así se obtiene el denominado *compacto en verde*.

En la inyección se utilizan máquinas convencionales de inyección de plásticos. Sin embargo, los “*feedstocks*” poseen viscosidades más elevadas que los plásticos debido a la carga de polvo presente. Por ello, es imprescindible realizar un estudio previo de optimización de los distintos parámetros de inyección, como el tiempo de llenado del molde, la temperatura de la muestra y el tiempo de inyección. También es necesario controlar estrictamente las temperaturas del molde para evitar enfriamientos rápidos que causen tensiones residuales en las piezas. De esta manera se evitan llenados incompletos del molde, agrietamientos, deformación de las piezas, separación de componentes, etc. (19).





Otra característica importante que diferencia MIM de la inyección convencional de plásticos es la necesidad de sobredimensionar los moldes de las piezas, pues durante los procesos de sinterización se producen importantes contracciones (20).

e. Eliminación del ligante (“*debinding*”).

Durante la etapa de “*debinding*”, el sistema ligante debe ser completamente eliminado con el mínimo impacto sobre las propiedades de la pieza. Tras su eliminación, se obtiene el *compacto en marrón* que posteriormente es sinterizado. Es una de las etapas más críticas del proceso MIM, pues es donde más defectos pueden generarse, y por tanto es necesario un control exhaustivo de los parámetros del proceso que minimicen las distorsiones o contaminaciones en las piezas.

En este sentido, la presencia de un sistema ligante multicomponente facilita la extracción del “*binder*” mediante un proceso de eliminación gradual. La degradación paulatina de los componentes del “*binder*” permite la creación de canales por los que circulan los productos de la degradación, evitando así la aparición de presiones internas que puedan generar defectos en las piezas. Todo el sistema ligante debe ser eliminado antes de la sinterización (16).

Hay varias formas de extracción, que pueden emplearse separadamente o de manera combinada. Las más comunes son la extracción con disolventes, degradación térmica, extracción capilar y extracción catalítica. Con el fin de optimizar todo el proceso de fabricación de la pieza, es importante realizar esta etapa con el menor gasto de energía y tiempo posible.

A continuación se describen más detalladamente cada uno de los métodos de “*debinding*”.

- Extracción térmica: es el método más sencillo desde el punto de vista experimental. Consiste en la eliminación del ligante mediante la acción del calor. La dificultad de este método radica en el diseño del ciclo térmico a aplicar. Este método puede utilizarse para eliminar un sistema ligante multicomponente, para lo cual se somete la pieza durante un tiempo determinado a la temperatura a la que se descompone el ligante de menor peso molecular (y punto de fusión). Posteriormente se incrementa la temperatura para eliminar el resto de componentes de mayor peso molecular. En este método se emplean atmósferas reductoras o protectoras que prevengan la oxidación del polvo metálico, como argón o una mezcla de  $N_2-H_2$ .



Es un método simple y sencillo con el inconveniente de que requiere largos tiempos para la eliminación. Por ello, en muchas ocasiones se utiliza combinada con una anterior extracción por disolventes, que resulta más efectivo en tiempo y costes (21).

- Extracción por disolventes: este método consiste en emplear disolventes para extraer los componentes del sistema ligante que son solubles en ellos. La forma más común de llevar a cabo esta extracción es sumergiendo la pieza en el disolvente directamente bajo unas condiciones de tiempo y temperatura, aunque también puede realizarse sometiendo la pieza al vapor del disolvente (22).
- Extracción catalítica: se realiza sometiendo la pieza a temperaturas relativamente bajas (por debajo de 120°C) en presencia de ácido nítrico, provocando la despolimerización del sistema ligante. Este método implica tiempos de ciclo menores que los métodos anteriores, en torno a tres horas; sin embargo su uso queda limitado a un único tipo de “*binder*” basado en poliacetales, ya que actualmente solo existe un “*feedstock*” en el mercado, patentado por la empresa BASF, que pueda ser degradado catalíticamente (23).

#### f. Sinterización.

La sinterización se lleva a cabo sobre la pieza en marrón para aumentar el grado de densificación de la misma. Consiste en un tratamiento térmico en el que ocurren procesos de difusión, haciendo que las partículas pasen de una unión física a una unión química, mucho más resistente. Debido a una reducción significativa de la porosidad en la pieza, los componentes MIM presentan elevadas tasas de contracción. En general se pueden llegar a conseguir densidades en torno al 98% de la densidad teórica.

Los parámetros de trabajo ejercen una fuerte influencia sobre las propiedades finales de la pieza. Por ello, es necesario controlar, entre otros, la temperatura, tiempo y la atmósfera en que se lleva a cabo la sinterización.

Entre otros, se produce un importante incremento de la dureza, resistencia, resistencia al desgaste, resistencia a corrosión, etc. Todas estas propiedades se evalúan mediante el estudio de las propiedades mecánicas y estudios microestructurales (24).



### 1.1.3 Características principales

Entre las ventajas más importantes que ofrece MIM, cabe destacar:

- ✓ Su elevada flexibilidad: tanto en la elección de materiales, geometrías y procesos de degradación. Se trata de un proceso de fabricación que no presenta competencia en la producción de grandes series de piezas pequeñas.
- ✓ Presenta propiedades físicas mejoradas en comparación con otras tecnologías: se consiguen mayores grados de densificación y menor porosidad residual. Esto se traduce en unas mejoradas propiedades de la pieza final.
- ✓ Permite una alta complejidad geométrica: puesto que se parte de un proceso de inyección pueden realizarse todo tipo de geometrías complejas.
- ✓ Se consiguen unas tolerancias muy estrechas así como un buen acabado superficial: las tolerancias están en torno al  $\pm 0,3$  %. Además los buenos acabados superficiales obtenidos eliminan la necesidad de posteriores mecanizados.
- ✓ No hay pérdidas de material y permite una total reciclabilidad: todo el material sobrante (mazarotas, canales de inyección, etc.) así como piezas defectuosas puede ser recicladas y reutilizadas, lo que se traduce en un ahorro en costes.
- ✓ Tiene aplicabilidad en un gran número de industrias: tales como la industria aeroespacial, militar, médica, automoción, etc.
- ✓ Es sencillo de automatizar: una vez que están perfectamente establecidas las condiciones de operación (4).

Con respecto a la pulvimetalurgia tradicional, además de aportar propiedades físicas mejores y mayor flexibilidad de diseño, se consiguen densidades entre el 95% y 99%. Se consiguen mejoras en la resistencia a corrosión y resistencia mecánica. Además, existe la posibilidad de fabricar formas complejas tales como roscas, superficies curvas, ranuras, etc. sin necesidad de operaciones secundarias. También permite la reducción de ensambles (25).

No obstante, la tecnología MIM presenta una serie de limitaciones. Entre ellas cabe destacar:

- ✗ Limitación en el tamaño y espesor de la pieza. El peso máximo permitido está en torno a los 200 gramos y el espesor alrededor de los 100 milímetros. Esto es debido a que espesores mayores requieren mayores tiempos de eliminación del sistema ligante.
- ✗ Las producciones comienzan a ser rentables por encima de las 20.000 piezas al año, y únicamente para morfologías de elevada complejidad.



- 
- × Precio elevado del polvo, al ser necesario emplear un tamaño por debajo de las 20  $\mu\text{m}$  sin aglomerados
  - × Requiere una gran inversión inicial (9).



## 1.2 Aceros rápidos (HSS)

### 1.2.1 Introducción

Los aceros rápidos (*"High Speed Steels"*, HSS) pertenecen a la familia de los aceros para herramientas, que son empleados en la fabricación de útiles destinados a mecanizar, cortar o en definitiva, dar forma a otro material. También son utilizados en ciertos elementos de maquinaria donde se requiere una elevada dureza a altas velocidades. Se emplean en la fabricación de brocas, cuchillas, fresas, etc.

La composición química de los aceros rápidos actuales nace de numerosas investigaciones, en las que el carbono, wolframio y cromo se introducían como primeros aleantes. Con el tiempo, sus concentraciones se han visto modificadas por la presencia y/o sustitución de otros elementos como vanadio, molibdeno y en algunos casos cobalto. El contenido en carbono juega un papel esencial en estos aceros, pues las propiedades finales de los HSS dependen directamente de la proporción entre el carbono y la suma de los aleantes presentes. En algunos casos, el porcentaje de carbono puede llegar a superar el 0,3 % (26).

Esta compleja composición de los HSS dota al acero de una serie de propiedades, entre las que cabe destacar una elevada dureza, alta templabilidad, buena resistencia al desgaste, cierta tenacidad, resistencia a fatiga y buen comportamiento frente al mecanizado a elevadas velocidades y altas temperaturas, en torno a los 600°C. En estas condiciones son capaces de conservar sus altos niveles dureza, cuyos valores se sitúan entre los 65 y 70 HRC (27). Además, prácticamente la totalidad de los aceros para herramientas reciben tratamientos térmicos después de su conformado. La principal finalidad de estos tratamientos térmicos es elevar la dureza gracias a la precipitación de carburos y aumentar la tenacidad (28).

En cuanto a su obtención, los HSS pueden fabricarse por procesos de colada; sin embargo, el uso de técnicas pulvimetalúrgicas permite la obtención de microestructuras más homogéneas y menores tamaños de grano, lo que se traduce en mejores propiedades en la pieza final. Entre ellas, destaca el moldeo por inyección de metales, ya que, además, posibilita la fabricación de piezas de mayor complejidad geométrica. Además este procedimiento elimina las operaciones secundarias al proporcionar la pieza en su forma final. Por ello MIM es una tecnología especialmente interesante en el caso de piezas fabricadas con metal duro, como los aceros rápidos (28).

## 1.2.2 Clasificación general de los aceros rápidos

Este tipo de aceros se divide en dos categorías:

- a) Aceros rápidos *tipo T*: el principal elemento de aleación empleado es el wolframio. Tienen muy buena resistencia al desgaste y buena tenacidad.
- b) Aceros rápidos *tipo M*: su elemento de aleación mayoritario es el molibdeno. Tienen buena resistencia al desgaste y dureza en caliente.

El acero rápido tipo T fue el primero en descubrirse. Sin embargo, tiempo después se observó que el molibdeno aporta prácticamente las mismas características que el wolframio, con la ventaja de que éste último posee menor peso atómico, lo que hace que sea requiera una menor cantidad de material para conseguir similares características. Fue entonces cuando empezaron a emplearse los aceros rápidos tipo M.

Otros elementos de aleación utilizados en este tipo de acero son el cromo y el vanadio. El cromo se emplea para mejorar la capacidad de endurecimiento mediante tratamientos térmicos, mientras que el vanadio se utiliza para aumentar la dureza en caliente y resistencia al desgaste. En las siguientes tablas se recogen las composiciones más típicas de los aceros rápidos de cada uno de los dos tipos.

<b>Aceros rápidos tipo T</b>								
Tipo (%wt)	C	W	V	Cr	Co	Si	Mn	Mo
T1	0,75	18,00	1,00	4,00	-	0,3	0,3	0,7
T2	0,80	18,00	2,00	4,00	-	0,3	0,3	0,6
T4	0,75	18,00	1,00	4,00	5,00	0,3	0,3	0,7
T5	0,80	18,00	2,00	4,00	8,00	0,3	0,3	0,8
T6	0,80	20,00	1,80	4,50	12,00	0,3	0,3	0,7
T8	0,75	14,00	2,00	4,00	5,00	0,3	0,3	0,7
T15	1,50	12,00	5,00	4,00	5,00	0,3	0,3	0,5

**Tabla 1.2.** Composiciones típicas de aceros rápidos tipo T (27).



<b>Aceros rápidos tipo M</b>								
Tipo (%wt)	C	W	V	Cr	Co	Mo	Si	Mn
M1	0,85	1,50	1,00	3,75	-	8,50	0,3	0,3
M2 tipo 1	0,85	6,00	2,00	4,00	-	5,00	0,3	0,3
M2 tipo 2	1,00	6,00	2,00	4,00	-	5,00	0,3	0,3
M3 tipo 1	1,05	6,00	2,50	4,00	-	5,00	0,3	0,3
M3 tipo 2	1,20	6,00	3,00	4,00	-	5,00	0,3	0,3
M4	1,30	5,50	4,00	4,00	-	4,50	0,3	0,3
M6	0,80	4,00	1,50	4,00	12,00	5,00	0,3	0,3
M7	1,00	1,75	2,00	3,75	-	8,75	0,3	0,3
M10 tipo 1	0,85	-	2,00	4,00	-	8,00	0,3	0,3
M10 tipo 2	1,00	-	2,00	4,00	-	8,00	0,3	0,3
M15	1,50	6,50	5,00	4,00	5,00	3,50	0,3	0,3
M30	0,80	2,00	1,25	4,00	5,00	8,00	0,3	0,3
M33	0,90	1,50	1,15	3,75	8,00	9,50	0,3	0,3

**Tabla 1.3.** Composiciones típicas de aceros rápidos tipo M (9).

El grupo de aceros tipo T posee contenidos en volframio entre el 12% y el 20%, como componente principal. Los otros elementos empleados son el vanadio (del 1% al 5%) el cromo (entre el 4-4,5%) y cobalto (del 5% al 12%). Todos ellos son empleados en menores cantidades que el tungsteno. El contenido en carbono oscila entre el 0,75% y el 1,50%. Los contenidos en carbono se sitúan entre el 0,85% y el 1,5%.

En cuanto a la familia de aceros tipo M, las cantidades de molibdeno utilizado varían entre el 3,5% y el 9,5%. El volframio también es utilizado, con cantidades que oscilan entre el 1,5% y el 6%. El resto de elementos de aleación utilizados son el vanadio (entre el 1% y el 5%), el cromo (del 3,75 al 4%) y el cobalto (entre el 5% y el 12%).

En conclusión, los aceros tipo M y tipo T poseen composiciones similares en cuanto a contenidos en carbono, cromo, vanadio y cobalto. La diferencia fundamental está en que la familia tipo T utiliza únicamente el volframio como componente principal, y la familia tipo M el molibdeno, con ciertas adiciones de volframio. Esto hace que los aceros tipo T posean menor tenacidad que los del tipo M, y sin embargo presenten mayor resistencia a la temperatura y al desgaste (9). Los aceros rápidos son empleados en la producción de herramientas de altas prestaciones. Se utilizan numerosos métodos de fabricación, como la fundición, forja, pulvimetalurgia tradicional y moldeo por inyección de metales. Sin embargo, estas dos últimas técnicas



son las que han hecho posible desarrollar aceros rápidos de mejores propiedades así como aceros rápidos reforzados a un coste asequible.

### 1.2.3 Moldeo por inyección de aceros rápidos

El moldeo por inyección de metales de aceros rápidos se presenta como una tecnología muy competitiva, pues permite la fabricación de piezas metálicas pequeñas, de morfología muy compleja y altas prestaciones en su forma final, sin necesidad de operaciones finales de acabado, lo que redundará en una reducción significativa de los costes finales.

La producción de HSS mediante MIM es hoy en día una realidad tecnológica, pues ha supuesto una mejora de las propiedades en servicio del material. De esta manera, se evitan los problemas de segregación de carburos inherentes a los procesos de fabricación convencionales. Como resultado, se obtienen materiales con prestaciones superiores, y por tanto, mejor resistencia al desgaste y/o temperatura, dureza y control dimensional (29). La introducción de MIM como método de procesamiento de HSS, además, permite aumentar la ventana de sinterización y disminuir la temperatura de sinterización, gracias a la mayor presencia de carbono de los procesos de degradación del sistema ligante, lo que supone un ahorro sustancial en los costes (9).

A continuación, se describen las características más relevantes y diferenciadas con respecto a otros materiales del procesamiento de aceros rápidos mediante MIM:

- Sistema ligante.

Como en el caso de otros materiales metálicos, el uso de sistemas de ligantes multicomponente minimiza los riesgos de distorsión durante el proceso de extracción del mismo. La mezcla poliolefina-cera se presenta como la mejor alternativa para los aceros rápidos. Entre otros, la mezcla de polietileno con parafina es un sistema ligante muy desarrollado para este tipo de aceros (7), también lo es el polipropileno con parafina, que muestra una viscosidad inferior al anterior (30), o polipropileno o polietileno con PEG, pues el PEG ofrece similares propiedades al “*feedstock*” que la parafina, con la ventaja de que en su eliminación se utiliza agua como disolvente, lo que resulta en un proceso más barato e inocuo (31).





- Eliminación del ligante (“Debinding”).

Entre los métodos de “*debinding*” más empleados destacan la eliminación por disolventes seguida de eliminación térmica, debido a la presencia de un componente soluble en el sistema ligante multicomponente (32). La eliminación térmica generalmente se realiza en nitrógeno, argón o una mezcla de nitrógeno-hidrógeno, todas ellas empleadas para evitar la oxidación del polvo metálico (11).

- Sinterización.

La sinterización de los HSS se realiza tradicionalmente en vacío, aunque algunas investigaciones muestran que el uso de atmósferas reductoras ricas en nitrógeno da lugar a la precipitación de carburos más estables, que frenan el crecimiento del grano en este tipo de aceros. No obstante, el uso de éstas últimas requiere un control exhaustivo de todos los parámetros para evitar la aparición de carburos no deseados (33). Se lleva a cabo en lecho de alúmina para un mayor control del carbono y evitar la aparición de distorsiones en la pieza (14).

Las temperaturas de sinterización más comunes de los HSS se encuentran entre 1050°C y 1300°C, dependiendo de los elementos de aleación presentes. En este rango de temperaturas se consiguen mejores distribuciones de los carburos precipitados (33). En muchas ocasiones, una fase líquida coexiste con la fase sólida durante el proceso de sinterización, lo que denomina sinterización en fase líquida.

La sinterización con fase líquida puede ser transitoria o permanente, pero en ambos casos dota a la pieza de mayores áreas de contacto entre componentes, facilitando los mecanismos de difusión (34), (35). En estado líquido la densificación se produce de forma más rápida desde el punto de vista cinético (36), lo que permite disminuir la duración del ciclo y obtener piezas con mayores grados de densificación, que implican aumentos de dureza y resistencia (37). En aceros rápidos se puede reconocer la presencia de fase líquida durante la sinterización en la microestructura cuando se produce la migración de carburos de vanadio, tipo MC, hacia los bordes de grano (33).



#### 1.2.4 Moldeo por inyección de acero T15

El acero T15 pertenece a la familia de aceros rápidos tipo T, en los que el principal elemento de aleación es el wolframio. Además está compuesto por otros elementos de aleación como el vanadio, cromo, cobalto, silicio y manganeso (ver composición detallada en tabla 1.2). Debido a esta compleja composición MIM es una tecnología idónea para la producción de este acero pues permite obtener propiedades mecánicas isotrópicas, altos grados de densificación y una mejor distribución de carburos precipitados y de menor tamaño, lo que se traduce en mejores aptitudes para corte y aumento de resistencia al desgaste (33), (29). A continuación se explica el efecto de cada elemento de aleación en las propiedades finales. Hay que tener en cuenta que varios aleantes pueden influir en una misma propiedad.

- a. Carbono: es uno de los elementos que ha de ser añadido con más meticulosidad. Las tolerancias en los valores de este elemento son muy estrechas y pequeñas variaciones pueden dar lugar a cambios microestructurales no deseados. Altos contenidos en carbono disminuyen la temperatura solidus, aumentando el porcentaje de austenita retenida. Con ello se consigue elevar la dureza y la capacidad de corte a altas temperaturas. Se consigue también la aparición de carburos tipo  $M_6C$  y  $MC$  durante el enfriamiento y tratamientos térmicos, que contribuyen a la resistencia al desgaste y abrasión. Con contenidos menores de aparecen carburos no deseados (38).
- b. Volframio: es el elemento de aleación principal. Aporta dureza en caliente, resistencia al desgaste y abrasión gracias a la formación de carburos tipo  $M_6C$  y  $M_2C$  (9).
- c. Molibdeno: contribuye a la dureza y confiere buenas propiedades de resistencia al desgaste. Es un elemento formador de carburos tipo  $M_6C$  y  $M_2C$  (9).
- d. Cromo: se utilizan cantidades del 4% o muy próximas a éste. Es la cantidad óptima que aporta las mejores propiedades. Entre ellas están la resistencia a la oxidación, aporta capacidad de endurecimiento y reduce las contracciones durante tratamientos térmicos (5), (38).

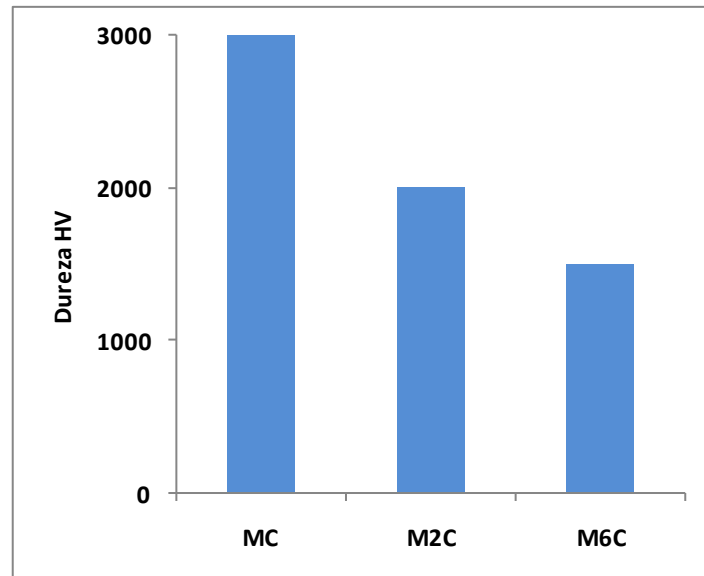


- e. Vanadio: aporta alta resistencia a la abrasión y desgaste gracias a la formación de carburos tipo MC de elevada dureza (9).
- f. Cobalto: no es un elemento formador de carburos, sino que se disuelve en la matriz y ayuda a que los carburos interactúen mejor con la matriz de Fe, produciendo menor coalescencia de precipitados. Incrementa la eficiencia de corte además de elevar la dureza en caliente. Sin embargo disminuye ligeramente la tenacidad (9).

La sinterización del acero rápido T15 se lleva a cabo bajo distintos tipos de atmósferas. Una de las más empleadas es el nitrógeno, debido a que protege frente a la oxidación. Además, el nitrógeno reacciona con los elementos de la matriz, transformando los carburos de tipo MC en carbonitridos metálicos (MX), ricos en vanadio, que son más estables a altas temperaturas e inhiben el crecimiento de grano (33). La temperatura óptima de sinterización para este tipo de atmósfera son 1210°C, en la que se obtienen mayores grados de densificación. Otro medio también muy empleado es el vacío, entre la que se puede hacer dos distinciones, bajo y alto vacío. Los máximos valores de densidad en sinterización en bajo vacío se consiguen a altas temperaturas, en torno a los 1240°C, mientras que en alto vacío se precisan menores temperaturas, en torno a los 1100°C (13), (33).

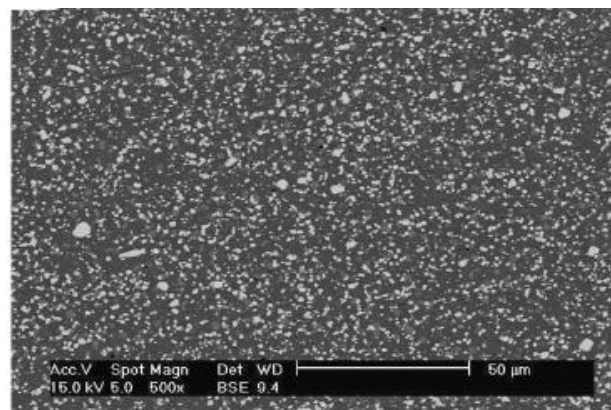
En cuanto a las propiedades mecánicas obtenidas mediante esta tecnología, se obtienen valores de dureza en torno a 617 HV<sub>10</sub> y resistencia a flexión de 1000 MPa (4). Los valores de densidad obtenidos son en torno al 98-99% de la densidad real (4), (13).

La microestructura típica del acero T15 obtenido mediante MIM está constituida por finos carburos distribuidos uniformemente en la matriz. Los carburos más comunes son del tipo MC, compuestos por vanadio, carburos tipo M<sub>6</sub>C, formados por wolframio y molibdeno (9), (33), y cuando la sinterización se lleva a cabo en nitrógeno, carburos del tipo MX, compuestos por vanadio (4), (33). En la figura 1.2. puede observarse la dureza relativa de los carburos más comunes en un acero rápido T15.



**Figura 1.2.** Dureza relativa de los carburos más comunes en la microestructura de un acero rápido T15.

En la figura 1.3. puede observarse la microestructura típica de un acero rápido T15 obtenido mediante MIM.



**Figura 1.3.** Microestructura de un acero T15 obtenida por MIM, sinterizada en vacío a 1240°C (13).

En la producción de este tipo de aceros es muy frecuente el uso de aditivos para aumentar la precipitación de carburos en la matriz, así como para introducir carburos nuevos. Entre los más empleados se encuentran los formados por titanio, tántalo y niobio (11).



En la tabla 1.4. puede observarse los carburos más comunes en la microestructura de un acero rápido T15 con carburos de wolframio, titanio, niobio y tántalo como aditivos. También se muestran las propiedades mecánicas que éstos aportan a la pieza final (22).

<b>Carburos más comunes en la microestructura del acero T15 obtenido mediante MIM</b>		<b>Ref.</b>
<b>Carburo</b>	<b>Propiedades mecánicas aportadas a la pieza final</b>	
VC	Resistencia a abrasión y desgaste. De elevada dureza	(9)
WC	Dureza y resistencia en caliente	(22)
VX	Estabilidad a altas temperaturas e inhibición del crecimiento de grano	(33)
Mo <sub>6</sub> C	Resistencia al desgaste y abrasión	(9)
W <sub>6</sub> C	Resistencia al desgaste y abrasión	(9)
TiC	Dureza y resistencia en caliente	(11)
TaC	Dureza y resistencia en caliente	(11)
NbC	Dureza y resistencia en caliente	(11)

**Tabla 1.4.** Carburos más comunes en la microestructura de un acero T15 con tetra carburos como aditivo, obtenido mediante MIM.





## ***Capítulo 2. Motivación y objetivos***



El moldeo por inyección de metales ha experimentado un gran auge desde el punto de vista industrial durante estos últimos años. Su aplicación en el campo de los aceros rápidos ha permitido el desarrollo de microestructuras avanzadas, con una dispersión uniforme de carburos más finos que contribuyen a alargar la vida en servicio de estos materiales. El uso de sistemas ligantes de diferente naturaleza o la presencia de nuevos aditivos en la mezcla ejerce una fuerte influencia sobre las propiedades finales de la pieza. Por ello es necesaria la realización de estudios científicos de cada una de las etapas del proceso del proceso MIM con el fin de conocer las limitaciones reales de la tecnología así como todos los materiales que pueden ser empleados.

Entre ellos, el acero T15 es un acero rápido muy empleado en la industria ya que su buena proporción de elementos de aleación combinada mediante la producción por MIM da lugar a una microestructura compuesta por una distribución uniforme de finos carburos en la matriz, lo que da lugar a un acero de altas prestaciones. No obstante, suscita gran interés en la actualidad desde el punto de vista de la investigación. Muchos estudios se centran en el desarrollo de nuevos métodos de producción así como en la introducción de nuevos elementos de aleación en su composición que mejoren sus prestaciones.

Se propone desarrollar el proceso de producción MIM de un acero rápido T15, basado en un *"binder"* convencional poliolefina/cera al que se añaden dos nuevos aditivos: treta carburos, para mejorar las propiedades mecánicas del material, y ácido esteárico para favorecer compatibilidad entre los componentes del *"feedstock"*.

Por tanto, el objetivo principal de este Proyecto Fin de Carrera es evaluar el efecto de la introducción de ambos aditivos en cada una de las etapas del proceso y en las propiedades finales de la pieza al utilizar dos ciclos térmicos diferentes para la eliminación térmica del sistema ligante.

El objetivo general de este proyecto se lleva a cabo a través de los siguientes objetivos particulares:

- Estudio de la homogeneidad del *"feedstock"* mediante reología de torque, y medidas de densidad con el fin de obtener el grado de homogeneidad adecuado para el posterior proceso de inyección y *"debinding"*.
- Estudio reológico del *"feedstock"* mediante reología capilar para evaluar la viscosidad y prever su comportamiento durante la inyección.





- 
- Estudio del sistema de “*debinding*” más adecuado mediante el uso de dos velocidades de calentamiento durante el ciclo térmico que favorezca la densificación de la pieza y disminuya los riesgos de distorsión.
  - Evaluación de las propiedades mecánicas finales de la pieza sinterizada y correlación de éstas mediante el estudio de la microestructura.





## ***Capítulo 3. Proceso Experimental***



### 3.1 Materiales

#### 3.1.1 Polvo Metálico

El polvo metálico empleado ha sido polvo de acero rápido T15. Este polvo es suministrado por la compañía Osprey Metals Ltd. La composición química del polvo así como la proporcionada según la normativa AISI se recoge en la tabla 3.1.

	C	W	V	Cr	Co	Si	Mn	Mo
<b>%Peso OSPREY</b>	1,5	12,5	5,0	4,5	4,75	0,4	0,4	0,5
<b>%Peso AISI</b>	1,5-1,6	11,75-13,0	4,5-5,25	3,75-5,0	4,75-5,25	0,15-0,4	0,15-0,4	1,0 (máx)

**Tabla 3.1.** Composición del acero T15.

El polvo es de morfología esférica, pues su obtención es a través de atomización en gas.

#### 3.1.2 Sistema ligante

Los componentes del sistema ligante son los siguientes:

- Polipropileno (PP): es un material muy utilizado en MIM. Se ha elegido este polímero por su carácter termoplástico, que aportará cierta resistencia a la pieza en verde además de dar capacidad a la mezcla para retener la forma del molde después de la inyección. Su extracción de la pieza se realiza mediante tratamiento térmico. Su temperatura de fusión es de 173°C y se descompone por encima de 300 °C. Tiene una densidad de 0.95 g/cm<sup>3</sup> (9).
- Cera parafina (PW): es muy utilizada en MIM junto con otro tipo de polímeros. Debido a su muy bajo punto de fusión se utiliza para disminuir la viscosidad de la mezcla y aumentar la fluidez. Con todo ello se consigue un mejor procesado de la mezcla. Además es un componente de fácil extracción mediante disolventes. Su punto de fusión es de 58.3°C. Su descomposición comienza en torno a los 280°C y finaliza en 400°C. Posee una densidad de 0.907 g/cm<sup>3</sup> (9).



En la tabla 3.2. se recogen las principales características de los componentes del sistema ligante.

Componente	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	T <sup>a</sup> Fusión (°C)	T <sup>a</sup> Descomposición (°C)
Polipropileno (PP)	0.950	173	300
Cera parafina (PW)	0.907	58.3	280-400

**Tabla 3.2.** Características de los componentes del sistema ligante.

### 3.1.3 Aditivos

Los aditivos que se han utilizado son los siguientes:

- Ácido esteárico (SA): es uno de los más empleados en MIM debido a su capacidad como dispersante pues disminuye la viscosidad de la mezcla. Entre otras cualidades, disminuye la energía superficial entre el polvo y el “*binder*” aumentando el contacto entre ambos. También tiene capacidad lubricante que facilita el mezclado y la inyección (30). Su punto de fusión está comprendido entre 66 y 69 °C, mientras que su densidad es de 0,96 g/cm<sup>3</sup> (19).
- Tetra carburos: es un aditivo específico para aceros rápidos. Se añaden junto con el polvo metálico. La adición de este componente provoca un aumento en la dureza en caliente y la resistencia gracias a la precipitación de más tipos de carburos (22). Se ha utilizado un aditivo compuesto por carburos de wolframio, titanio, tántalo y niobio, suministrado por Treisbacher Industrie Ag. El tamaño de partícula del polvo suministrado por el fabricante se encuentra entre 1.5 y 2.5µm. Las composición se recoge en la tabla 3.3.

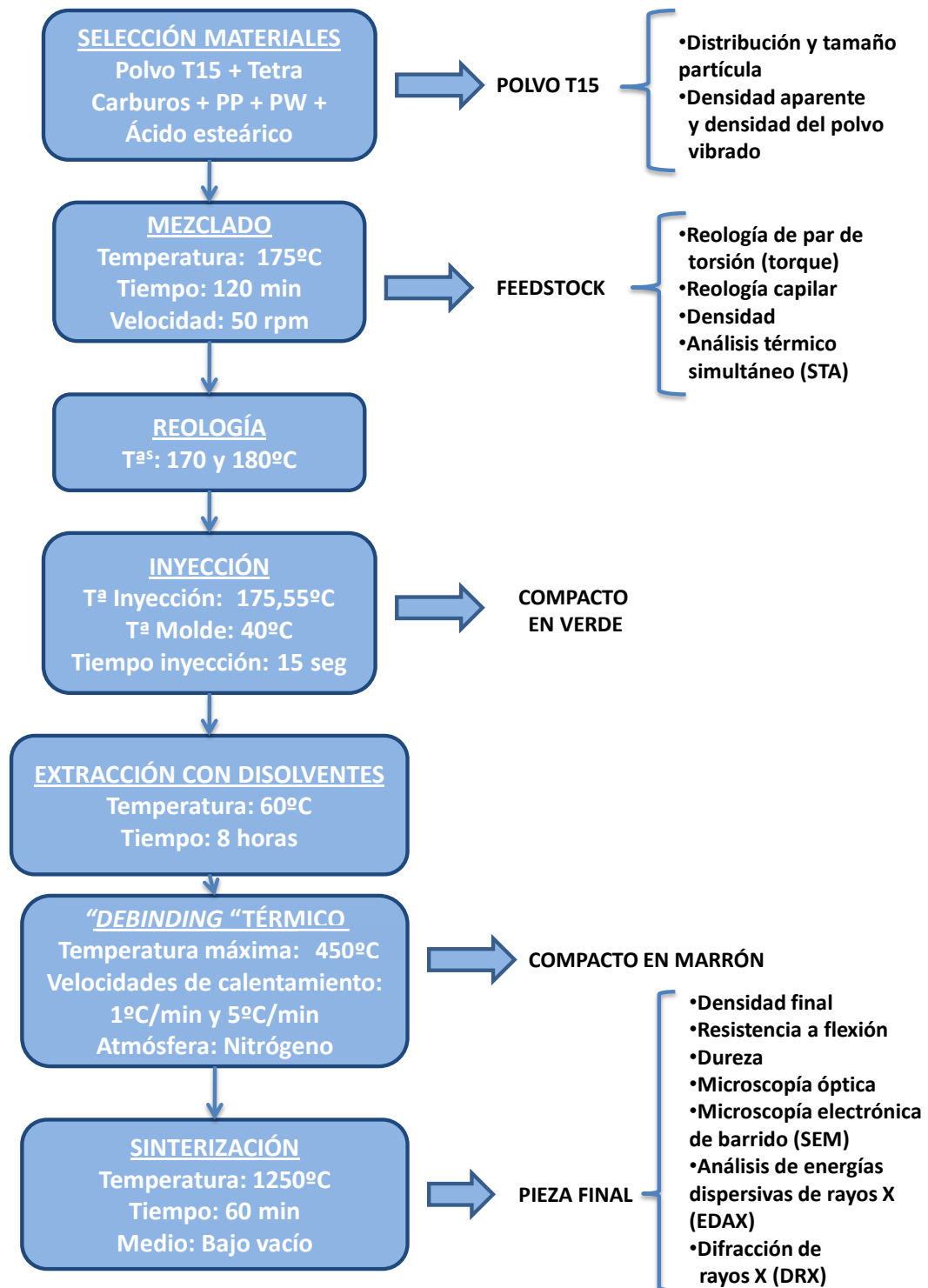
Carburos	WC	TiC	TaC	NbC
%Peso	33	33	25	8

(\*) Suministrado por el fabricante

**Tabla 3.3.** Composición del aditivo tetra carburos\*.

### 3.2 Proceso experimental

#### 3.2.1 Esquema del proceso





### 3.2.2 Etapas del proceso experimental

#### 1. Caracterización del polvo T15

Se ha obtenido las densidades aparente y vibrada del polvo de partida así como su distribución y tamaño de partícula.

- Densidad aparente: se determina mediante la relación entre la masa de polvo y el volumen ocupado por éste cuando es vertido en un recipiente sin la aplicación de presión o movimiento. Por medio de un Flujómetro de Hall, se obtuvo midiendo la masa de polvo que ocupaba 25 ml de volumen (39). Se realizaron cinco medidas con el fin de obtener un valor medio lo más óptimo posible.
- Densidad del polvo vibrado: se determina mediante la relación entre la masa de polvo y la diferencia entre el volumen que éste ocupa antes y después de ser vibrado. De esta manera, se obtiene la capacidad de empaquetamiento del polvo. Se obtuvo introduciendo 100 gramos de polvo en un recipiente de volumen determinado y se sometió el recipiente a vibración durante 10 min (19).
- Distribución del tamaño de partícula del polvo de partida: se obtuvo mediante un equipo Mastersizer 2000E, Malvern.

#### 2. Mezclado de los componentes

Para la realización del estudio se fabricaron dos “*feedstocks*” diferentes, cuyas composiciones se recogen la tabla 3.4. Ambos incorporan 58 vol.% de carga de polvo metálico. Sin embargo, la formulación del “*binder*” varía, ya que sólo el feedstock 2 incorpora ácido esteárico como aditivo.



Componente	Polvo T15	Tetra Carburos	PP	PW	Ácido Esteárico
Feedstock 1 (%vol)	58	10	16	16	0
Feedstock 2 (%vol)	58	10	14	14	4

**Tabla 3.4.** Proporción en volumen de los componentes de los “feedstocks”.

El mezclado se llevó a cabo en una mezcladora de rotores modelo 252P, Thermo Haake PolyLab, cuya capacidad es de 69 cm<sup>3</sup>. El proceso se realizó a una temperatura superior al punto de fusión de los componentes del sistema ligante, a 175°C durante 120 minutos. La velocidad de giro de los rotores fue de 50 rpm.

Para la fabricación del “feedstock” con ácido esteárico y previamente al proceso de mezclado del mismo, fue necesario mezclar el polvo de tetra carburos con ácido esteárico en metanol y calentarlo durante 30 minutos a 60°C hasta evaporar todo el metanol. Con este procedimiento se asegura el recubrimiento del polvo de tetra carburos y mejorar su interacción con el polvo metálico (11).

### 3. Caracterización del “Feedstock”

La evaluación de la homogeneidad del “feedstock” se llevó a cabo mediante los siguientes análisis:

- Reología de par de torsión (torque): se empleó para caracterizar de forma cuantitativa la homogeneidad de los “feedstocks” y evaluar la influencia de los aditivos en el comportamiento reológico. Cuanto menor es el valor final alcanzado del par de torsión menor es la viscosidad del “feedstock”.
- Reología capilar: se considera que el “feedstock” es inyectable cuando se obtiene una relación lineal entre la velocidad de cizalla y la presión ejercida (30). La caracterización reológica de las mezclas se realizó a 170 y 180°C en un reómetro capilar de la marca Haake, modelo Rheocap S20.
- Densidad: se realizó mediante un picnómetro de helio. Este valor se comparó con la densidad teórica, obtenida mediante la regla de las mezclas. Diferencias entre ambos resultados indica presencia de heterogeneidades en el “feedstock” producidas durante el proceso de



mezclado (tiempo insuficiente, degradación de componentes, excesiva viscosidad, etc.).

#### 4. Inyección

En el proceso de inyección se empleó una inyectora de transferencia de carga de la marca AB Machinery, modelo AB-400. Los parámetros de inyección se recogen en la tabla 3.5.

<b>Tª de inyección</b>	175,55°C
<b>Tª del molde</b>	40°C
<b>Tiempo de inyección</b>	15 s
<b>Tiempo de postpresión</b>	7 s

**Tabla 3.5.** Parámetros de inyección del “feedstock”.

La caracterización del compacto en verde se realizó mediante inspección visual (comprobación de la ausencia de defectos tras la inyección).

#### 5. Eliminación térmica (“Debinding”)

- Extracción con disolventes: tras la inyección se sometieron los compactos en verde a un “*debinding*” con heptanol comercial. Se eligió este disolvente debido a la buena miscibilidad con la parafina y a su inocuidad, en comparación con otros disolventes comúnmente utilizados como hexano o heptano. Para favorecer el proceso se realizó la eliminación a 60°C. Para determinar el tiempo óptimo necesario para la extracción de la parafina se introdujeron los compactos en el disolvente, y cada hora se fue extrayendo una de las piezas, hasta un tiempo máximo de 9 horas. Tras este proceso, se procedió al secado de las piezas en una mufla a 80°C durante 24 horas. Se determinó la pérdida de masa en función del tiempo de inmersión en el disolvente, obteniendo el tiempo máximo necesario para la extracción.



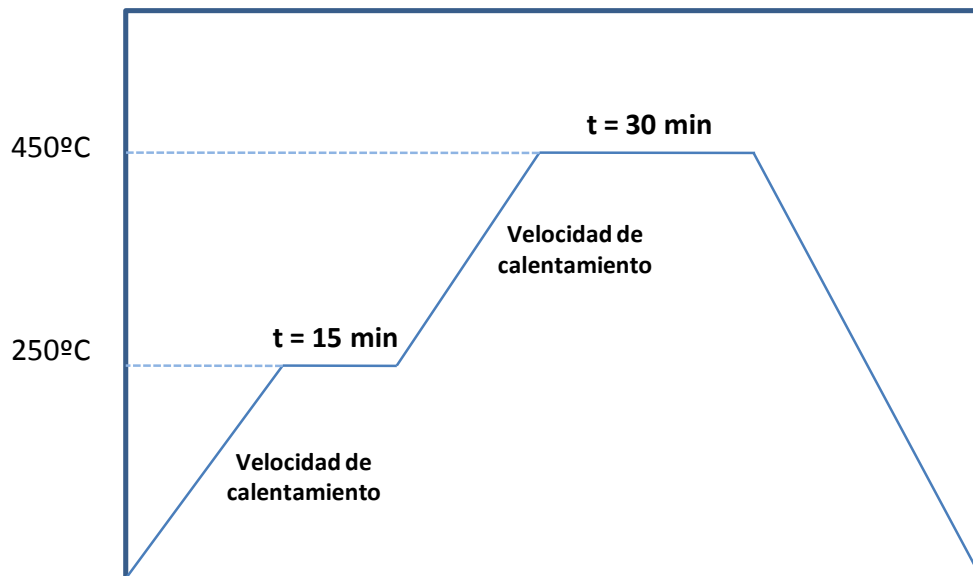
Para el diseño del ciclo de eliminación térmica se realizó un análisis térmico simultáneo (STA). Éste realiza simultáneamente los siguientes análisis:

- Calorimetría diferencial de barrido (DSC): se emplea para analizar la miscibilidad de la mezcla, registrando los intervalos de fusión de los componentes del sistema ligante (9). Se llevó a cabo en un intervalo de temperaturas de 30 a 600 °C, en atmósfera de argón en un equipo de la marca Perkin Elmer, modelo DSC-7.
- Análisis termogravimétrico (TGA): mediante TGA se determinan las temperaturas de degradación de los componentes del sistema ligante (5). Se realizó bajo atmósfera de argón, entre 30 y 600°C en un equipo de la marca Perkin Elmer, modelo TGA-7.

Una vez obtenidos las temperaturas de fusión y degradación del sistema ligante se procedió al diseño del ciclo de extracción térmica.

- Extracción térmica: se llevó a cabo en atmósfera de nitrógeno, a dos velocidades de calentamiento diferentes, 1°C/min y 5°C/min, para evaluar el efecto de la velocidad de calentamiento en las propiedades finales de las piezas. Las probetas fueron situadas en una barquilla de alúmina porosa. El ciclo térmico se realizó en varias etapas, la primera hasta alcanzar 250°C seguida de un tiempo de mantenimiento de 15 minutos y un posterior calentamiento hasta 450°C con 30 minutos de mantenimiento.

En la Figura 3.1 se muestra un esquema del ciclo de extracción térmica.



**Figura 3.1.** Esquema del ciclo de eliminación térmica del “*binder*”.

## 6. Sinterización

El ciclo de sinterización empleado consistió en calentamiento a 5°C/min hasta 1250°C y mantenimiento a esa temperatura durante una hora, en bajo vacío ( $p < 10^{-2}$  mbar). Se realizó en una barquilla porosa de alúmina para evitar la adherencia de las probetas a ésta. Se realizó en un horno tubular horizontal de la marca Carbolite, modelo Hut 15/50/450.

## 7. Caracterización de las piezas sinterizadas

- Densidad final: se obtuvo mediante un picnómetro de helio. Este valor se comparó con el valor de la densidad teórica.
- Dureza: se obtuvo el valor de la dureza Vickers para las piezas sinterizadas mediante un durómetro Time Technology Europe, modelo HVS-1000. Los valores obtenidos se compararon con los datos bibliográficos.
- Resistencia a flexión: se determinó mediante una máquina de ensayos universal con control electromecánico de la célula de carga. Los valores obtenidos se compararon con los obtenidos por la bibliografía.



- Microscopía óptica: se empleó un microscopio óptico para llevar a cabo el análisis microestructural. Antes de su observación las muestras se prepararon según la siguiente metodología:
  - Cortado de las piezas en su sección representativa con disco de diamante debido a la elevada dureza del material de estudio, en un equipo de corte de la marca Struers Minitom.
  - Embutido de las piezas en resina para un manejo más sencillo de éstas. Se empleó una embutidora Hitech Europe, EP Series.
  - Desbaste de las probetas embutidas con lijas de distintos tamaños de grano (180, 320, 600, 1000 y 1200) a 500 rpm, comenzando por la de mayor tamaño de grano. Como lubricante se utilizó agua, para evitar el sobrecalentamiento de la pieza. La probeta ha de girarse 90º tras cada cambio de lija para asegurar un desgaste lo más homogéneo posible. Se realizó en una lijadora modelo Grinder-Polyser.
  - Pulido de las muestras en suspensión de alúmina de 1 y 0,3  $\mu\text{m}$  a 250 rpm, en una pulidora Struers Dap.
  - Limpieza de la pieza en ultrasonidos en un equipo Ultrasonics Cleaning Technology, para eliminar cualquier resto o impureza.
  - Ataque químico de la superficie de las muestras en una solución Nital al 2% durante 6-8 segundos. Para detener la reacción se introdujeron las muestras en agua y finalmente en etanol.
- Microscopía electrónica de barrido (SEM) y estudio de energías dispersivas de rayos X (EDAX): mediante SEM se obtuvieron imágenes de la microestructura y se caracterizaron las distintas fases presentes en ésta utilizando la tecnología EDAX que incorpora este microscopio electrónico. Para ello se realizó un análisis composicional semicuantitativo del interior de grano de cada fase, obteniendo el porcentaje de los distintos elementos presentes en dicha fase. Este análisis se realizó en un equipo de la marca Philips XL-30.

Las muestras se prepararon previamente a este estudio siguiendo la misma metodología seguida para microscopía óptica. Finalmente se aplicó un recubrimiento de carbono a la resina y a una pequeña porción de la muestra para aumentar la conductividad.



- Difracción de rayos X: esta técnica permite obtener los máximos de difracción correspondientes a las fases presentes en la microestructura de las muestras. Se empleó para determinar la composición y estequiometría de los carburos presentes en la microestructura de los compactos. Los ensayos se realizaron un equipo de la marca Philips, modelo PW825, con un ángulo  $2\theta$  comprendido entre  $30^\circ$  y  $120^\circ$ . Se utilizó una intensidad de 40mA y un voltaje de 20kV.

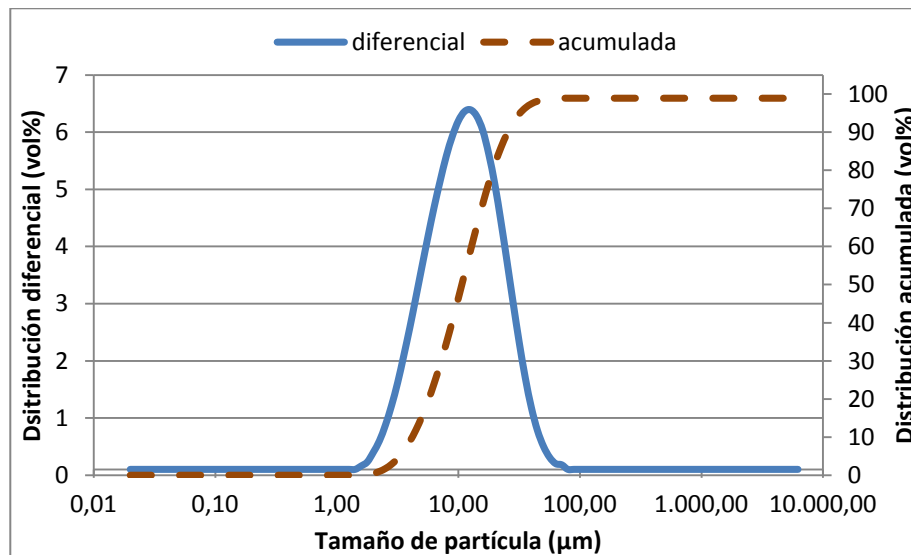




## ***Capítulo 4. Resultados.***

#### 4.1 Caracterización del polvo de partida

En la figura 4.1 se observa la distribución del tamaño de partícula del polvo de partida.



**Figura 4.1.** Distribución del tamaño de partícula del polvo de partida.

En las siguientes tablas se recogen los datos de la media y distribución del tamaño de partícula y densidades real, aparente y del polvo vibrado.

Tamaño medio de partícula	10 µm
Distribución al 10%	4,64 µm
Distribución al 50%	11,9 µm
Distribución al 90%	28,5 µm

**Tabla 4.1.** Tamaño medio y distribuciones del tamaño de partícula al 10, 50 y 90 %.

Densidad real*	8,19 g/cm <sup>3</sup>
Densidad aparente	3 g/cm <sup>3</sup>
Densidad del polvo vibrado	4,86 g/cm <sup>3</sup>

\*Dato suministrado por el fabricante

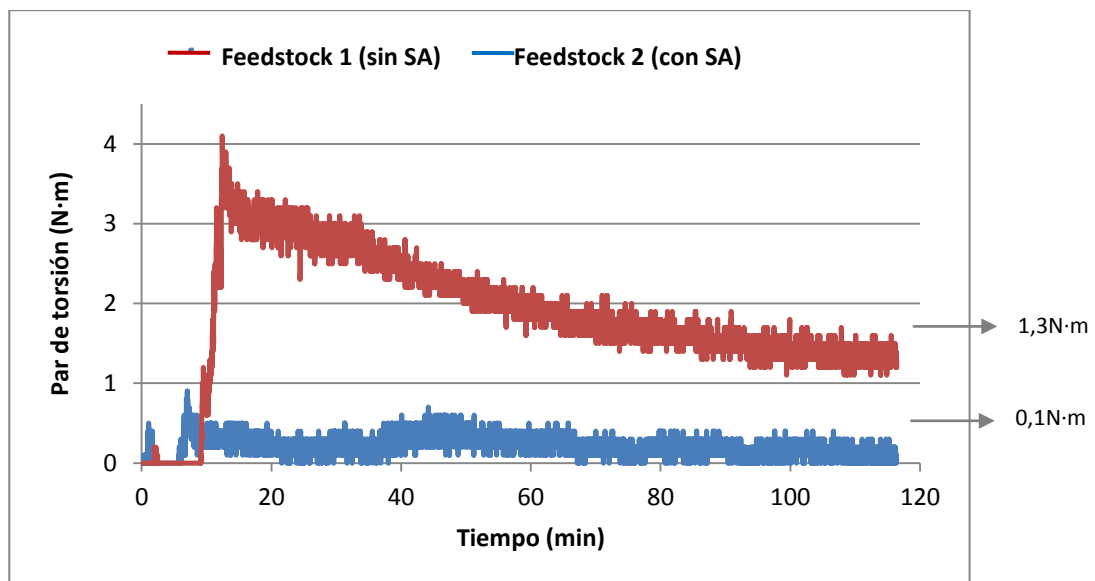
**Tabla 4.2.** Densidades real, aparente y del polvo vibrado.



## 4.2 Caracterización del “feedstock”

### Reología de par de torsión (torque)

En la figura 4.2. se muestra la evolución del par de torsión en función del tiempo para los dos “feedstocks” preparados.



**Figura 4.2.** Evolución del par de torsión en función del tiempo del mezclado para los dos “feedstocks” preparados.

Los máximos observados en las figuras corresponden a cada adición del polvo y tetra carburos en la cámara. Para el feedstock 1, sin ácido esteárico en la mezcla, el par de torsión se estabiliza a partir de los 100 min, con un valor final de 1,3 N·m. En el feedstock 2 el valor de torque se estabiliza más rápidamente, a los 70 minutos, con un valor final menor, 0,1 N·m.

### Reología capilar

En las figuras 4.3. y 4.4. se observan los resultados obtenidos tras el estudio de reología capilar, en el que se representan los valores de viscosidad frente a la velocidad de cizalla de los dos “feedstocks” elaborados, con el fin de evaluar su

capacidad de ser inyectados así como de prever el comportamiento de los mismos durante la etapa de inyección. El ensayo se realizó a 170 y 180°C.

### Feedstock 1 (sin SA)

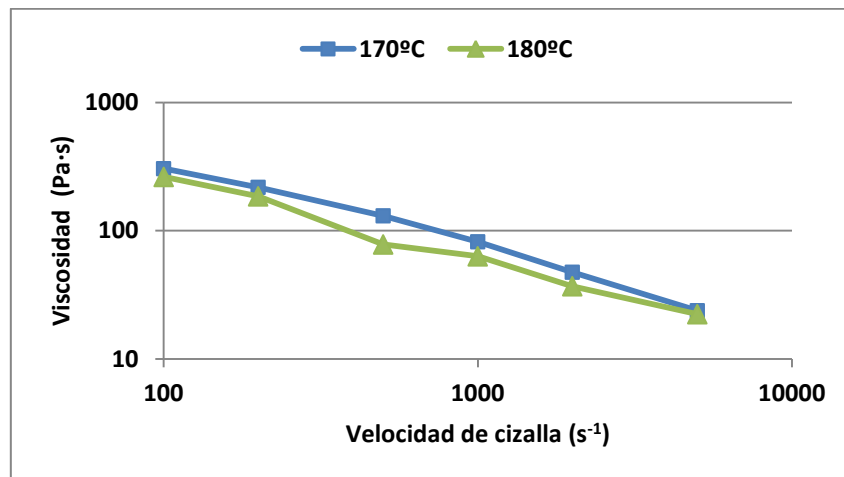


Figura 4.3. Resultados de reología capilar para el feedstock 1.

### Feedstock 2 (con SA)

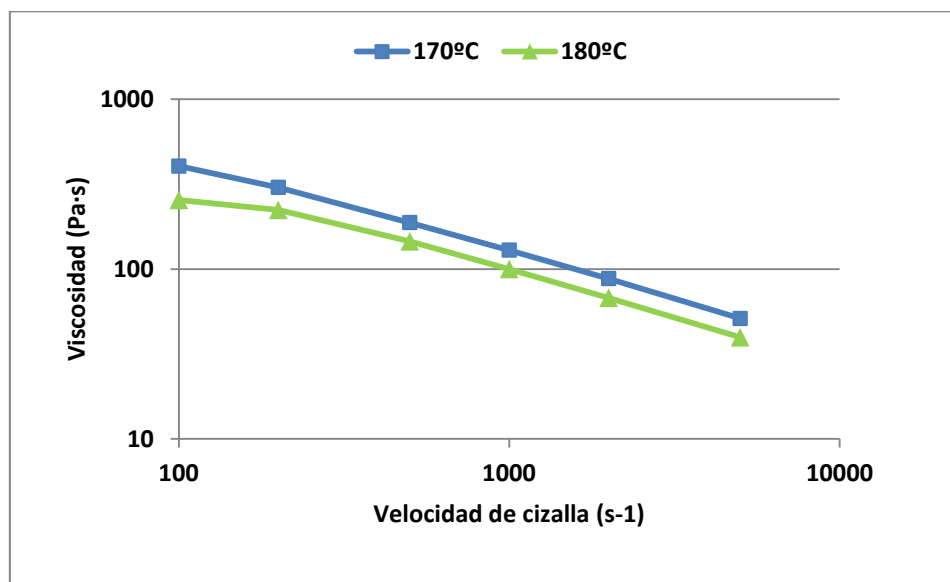


Figura 4.4. Resultados de reología capilar para el feedstock 2.

En ambos casos, se observa un comportamiento pseudoplástico, ya que la viscosidad de la mezcla disminuye según aumenta la velocidad de cizalla. Puede observarse también la linealidad para ambos “*feedstocks*” entre la velocidad de cizalla y la viscosidad, y que ésta última disminuye según aumenta la temperatura.

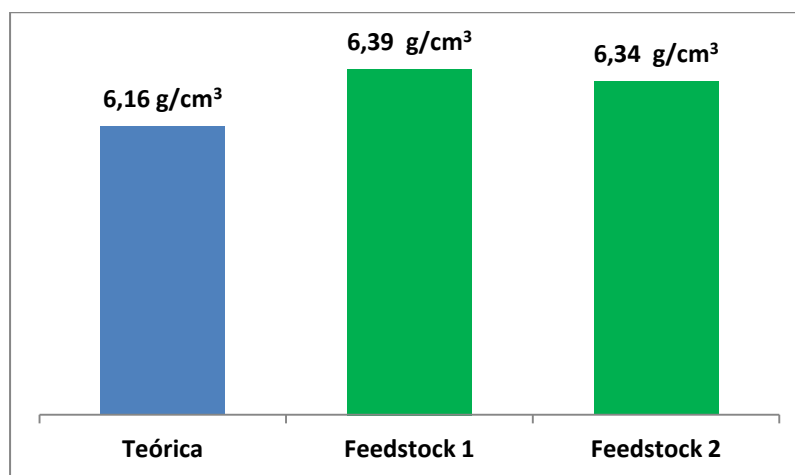
### Densidad de los “*feedstocks*”

En la tabla 4.3. se pueden observar los valores de densidad real obtenidos mediante picnómetro de helio para los dos “*feedstocks*” elaborados.

Feedstock 1 (sin SA)	6,39 g/cm <sup>3</sup>
Feedstock 2	6,34 g/cm <sup>3</sup>

**Tabla 4.3.** Densidad real de los “*feedstocks*”.

En la figura 4.5. se muestra la comparativa entre los valores de densidad real obtenidos para ambos “*feedstocks*” con la densidad teórica obtenida mediante la regla de las mezclas.



**Figura 4.5.** Comparativa de los valores de densidad real de los “*feedstocks*” con la densidad teórica.

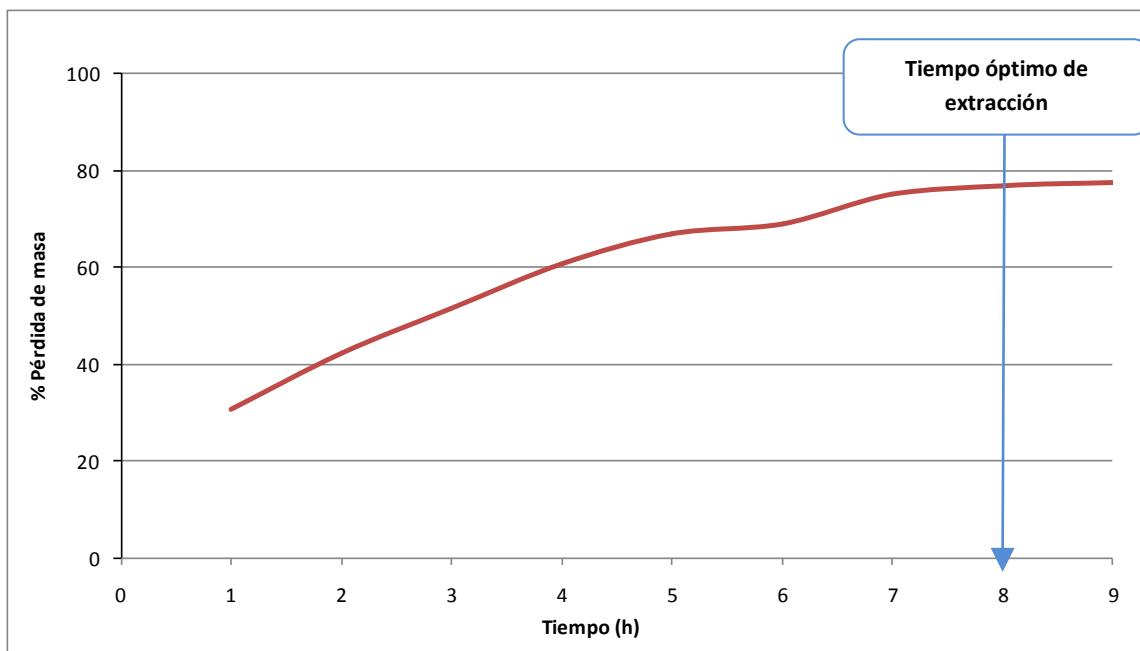
El valor de densidad real obtenido para el feedstock 1 (sin SA) es ligeramente mayor que para el feedstock 2, y ambos valores son mayores que la densidad teórica obtenida mediante la regla de las mezclas.

### 4.3 Inyección

La inyección del feedstock 2 se realiza correctamente con los parámetros indicados en la sección 3.2.2. Tras inspección visual, las piezas resultan libres de defectos. La inyección del feedstock 1 (sin ácido esteárico en la mezcla) no resulta posible, incluso después de la optimización de los parámetros de inyección.

### 4.4 Eliminación del ligante ("*Debinding*")

#### Extracción con disolventes



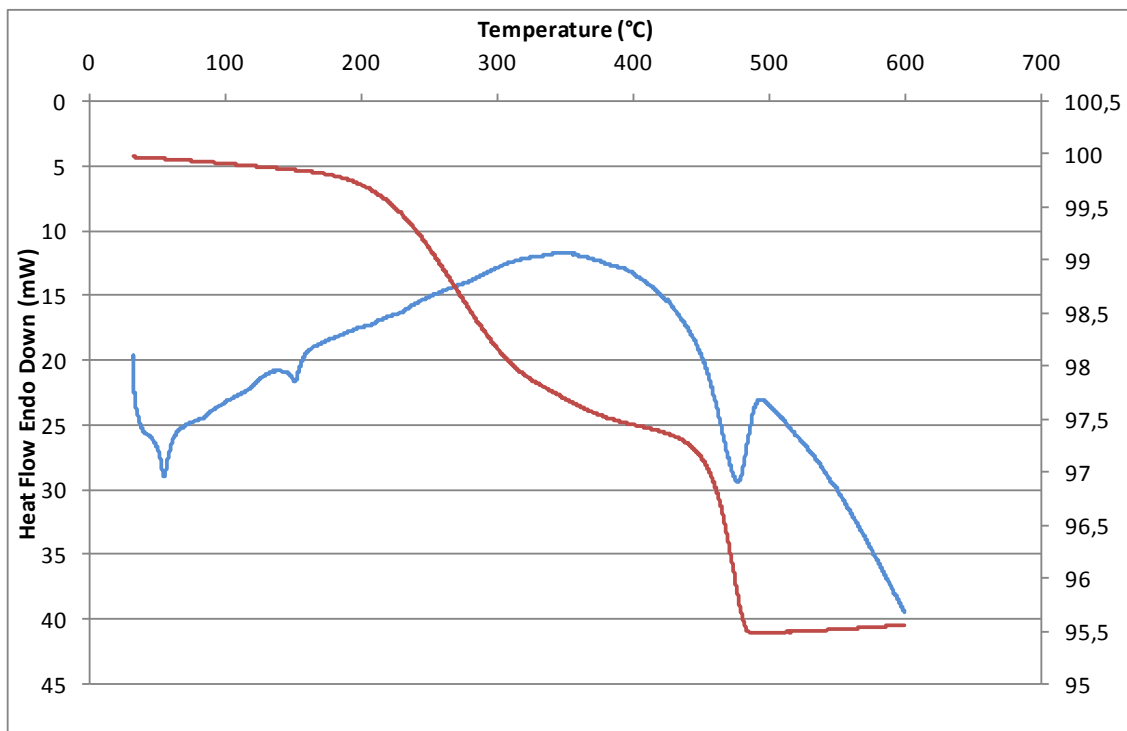
**Figura 4.6.** Representación del porcentaje de la pérdida de masa de parafina frente al tiempo de inmersión en heptanol.

Como se puede observar en la figura 4.6., a medida que transcurre el tiempo el porcentaje de parafina extraída aumenta, hasta llevar a un punto en que se estabiliza, alrededor de 8 horas. El porcentaje total de cera parafina extraída es del 78%.

### Extracción térmica

Se realizó un análisis térmico simultáneo (análisis termogravimétrico, TGA, y calorimetría diferencial de barrido, DSC) con el fin de optimizar los parámetros del proceso de extracción térmica del sistema ligante.

En la figura 4.7. pueden observarse las dos curvas obtenidas tras el análisis STA del feedstock 2.



**Figura 4.7.** Curva correspondiente al análisis térmico simultáneo del feedstock 2.

En el análisis termogravimétrico la primera caída de la curva corresponde a la degradación de la cera parafina y ácido esteárico, que comienza en torno a 200°C y termina alrededor de 410°C. La segunda caída corresponde a la degradación del polipropileno, cuya descomposición comienza a 430°C y termina en 495°C.

En cuanto al análisis DSC, hay tres picos. El primer pico corresponde a la fusión de la cera parafina, que comienza a 53,1°C; el segundo pico corresponde a la fusión del polipropileno a 145,24°C; la tercera caída comienza a 350°C y corresponde a la



degradación térmica del polipropileno. Dicha caída termina a 479°C, lo que podría deberse también a mecanismos de aglomeración de carburos en la matriz.

Se observa que las temperaturas de fusión y degradación de los componentes no corresponden exactamente con los valores de fusión y degradación de los componentes puros, posiblemente debido a efectos sinérgicos entre los componentes poliméricos del sistema ligante.

Una vez determinadas las temperaturas de fusión y degradación de los componentes del sistema ligante se diseña el ciclo térmico de extracción. Se eligieron dos mesetas de mantenimiento de temperatura, una de 250°C durante 15 minutos y otra de 450°C durante 30 minutos. En la primera meseta se efectúa la fusión de todos los componentes del sistema ligante mientras que en la segunda se lleva a cabo la degradación de los mismos.

De ahora en adelante se denominará “Compacto 1” a aquel cuya eliminación térmica se realizó a una velocidad de calentamiento de 1°C/min, y “Compacto 5” al de velocidad de calentamiento de 5°C/min.

#### 4.5 Sinterización

Tras la sinterización, realizada de acuerdo a los parámetros indicados en la sección 3.2.2, se obtuvieron los valores medios de la densidad de los compactos, mediante picnómetro de helio. Los valores obtenidos se recogen en la tabla 4.4.

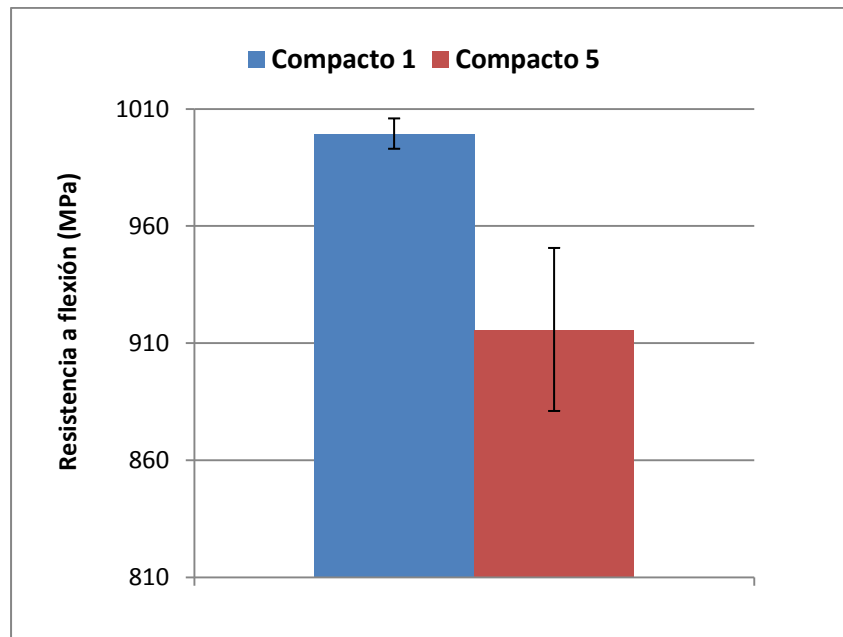
Muestra	Densidad real (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad relativa (%)
Compacto1	8,69	95,5
Compacto5	8,30	91,2

**Tabla 4.4.** Valores medios de densidad obtenidos mediante picnómetro de helio.

Se observa que el compacto 1 presenta un valor de densidad real superior al compacto 5. No obstante, ambos valores son menores que el valor de la densidad teórica de este acero, 9,11 g/cm<sup>3</sup> (dato obtenido mediante picnómetro de helio).

#### 4.6 Propiedades mecánicas

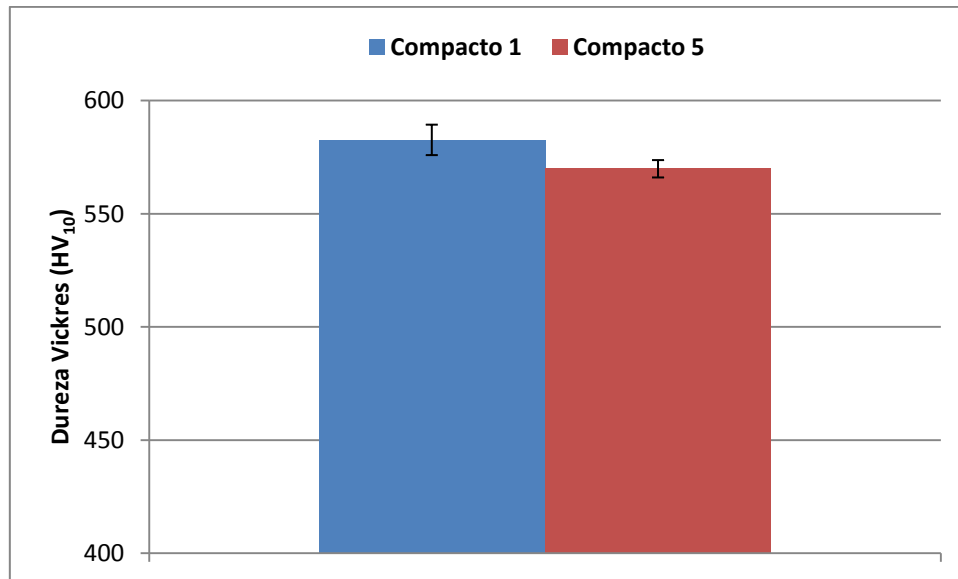
La figura 4.8. recoge los resultados medios obtenidos tras la realización del ensayo de flexión en tres puntos.



**Figura 4.8.** Resultados medios de resistencia a flexión de las piezas finales.

Como se observa en la figura 4.8., el compacto 1, cuya velocidad de calentamiento durante la extracción térmica es menor, presenta mayor resistencia a flexión, con un valor medio de 999 Mpa frente a 915 MPa, valor medio que se obtuvo para el compacto 5. Además, el valor de la desviación estándar es menor para el compacto 1, pues los resultados de resistencia a flexión de las diferentes probetas mostraron valores más similares que los obtenidos para el compacto 5.

En la figura 4.9. se observan los datos medios de dureza Vickers obtenidos para cada uno de los compactos. Como se observa en la figura, los valores medios de dureza obtenidos para el compacto 1, 583 HV<sub>10</sub> son algo superiores a los obtenidos para el compacto 5, 570 HV<sub>10</sub>. En este caso, el valor de la desviación estándar para el compacto 1 es algo mayor que para el compacto 5.



**Figura 4.9.** Resultados medios de resistencia a flexión de las piezas finales.

#### 4.7 Evaluación microestructural

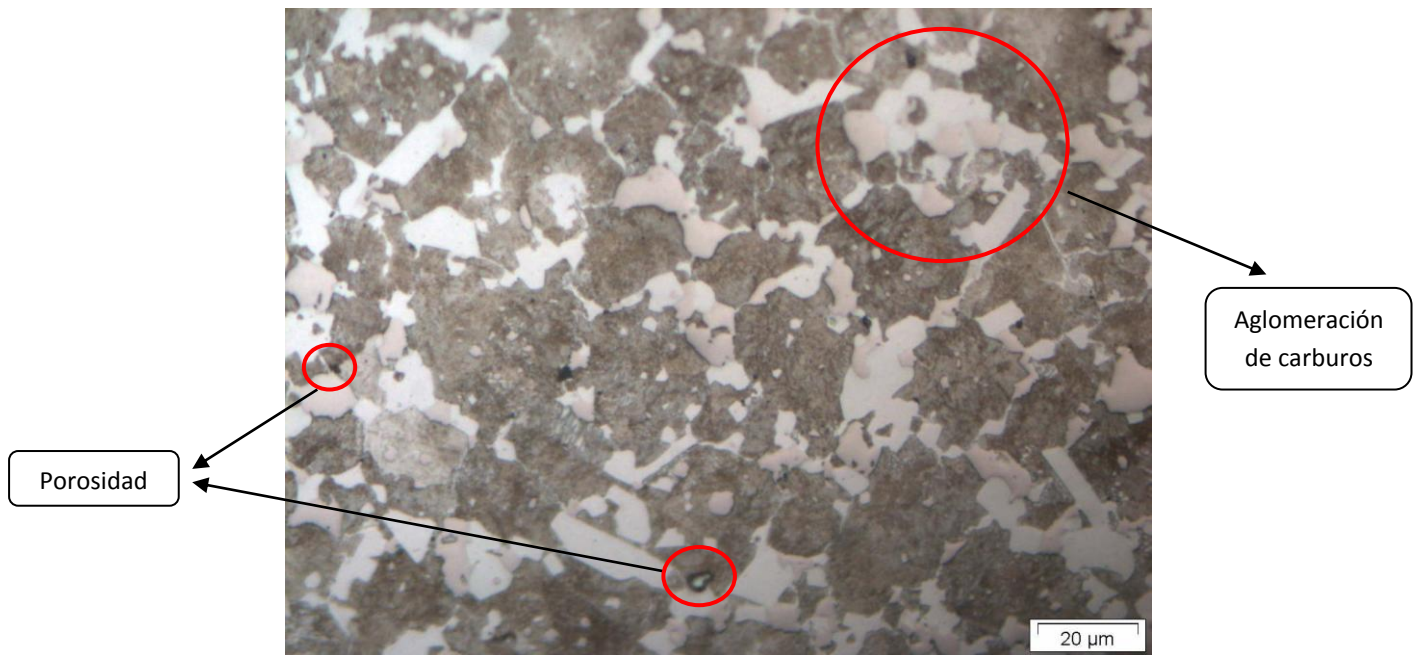
##### Microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM)

##### COMPACTO 1

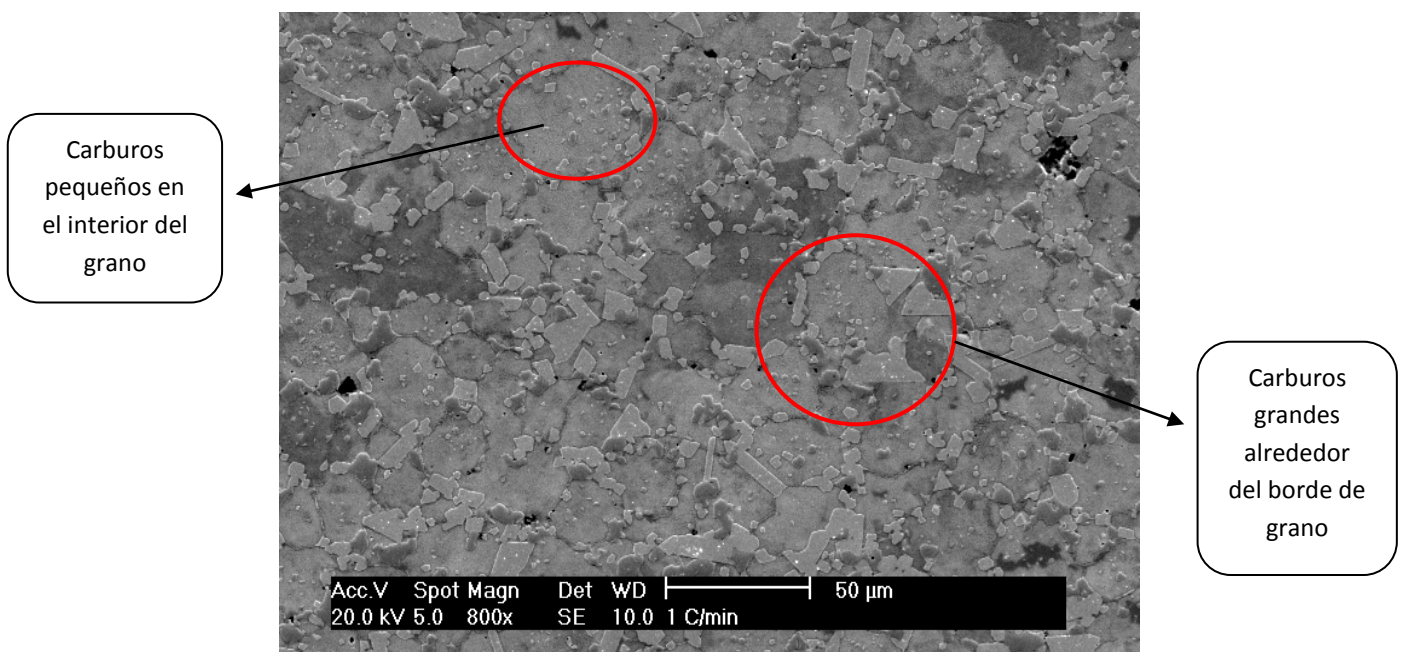
En las figuras 4.10. y 4.11. se pueden observar las imágenes de la microestructura obtenidas mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para el compacto 1. Las imágenes se realizaron a diferentes aumentos. Se tomaron imágenes tanto del interior de las muestras como del borde de las mismas.

En las imágenes obtenidas puede observarse porosidad residual, poco abundante y de morfología redondeada, lo que indica un estadio avanzado de sinterización. En cuanto a las fases presentes, las zonas blancas y grisáceas corresponden a los carburos, mientras que la zona oscura es la matriz, perlítica. Se observa que los carburos de menor tamaño y morfología angular se concentran en el interior del grano, mientras que los carburos de mayor tamaño se sitúan alrededor del borde de grano, los cuales presentan algunas zonas de aglomeración. Por último, no se observaron diferencias significativas entre las imágenes tomadas del interior de la muestra y del borde.



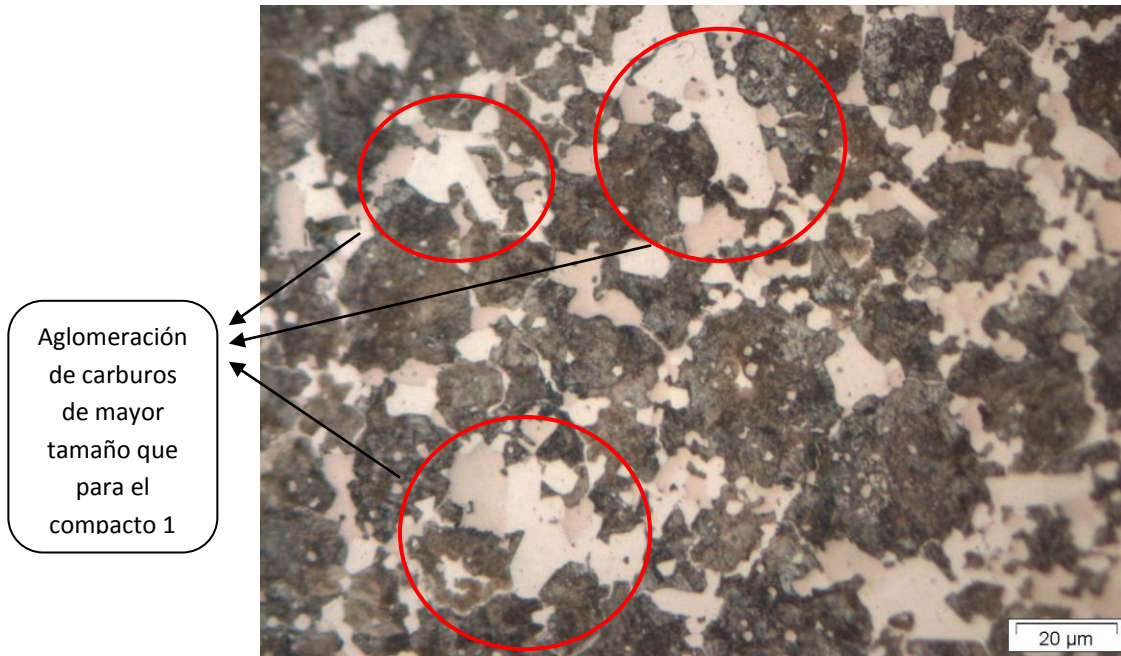


**Figura 4.10.** Microestructura correspondiente al compacto 1, obtenida mediante microscopía óptica a 100x aumentos.

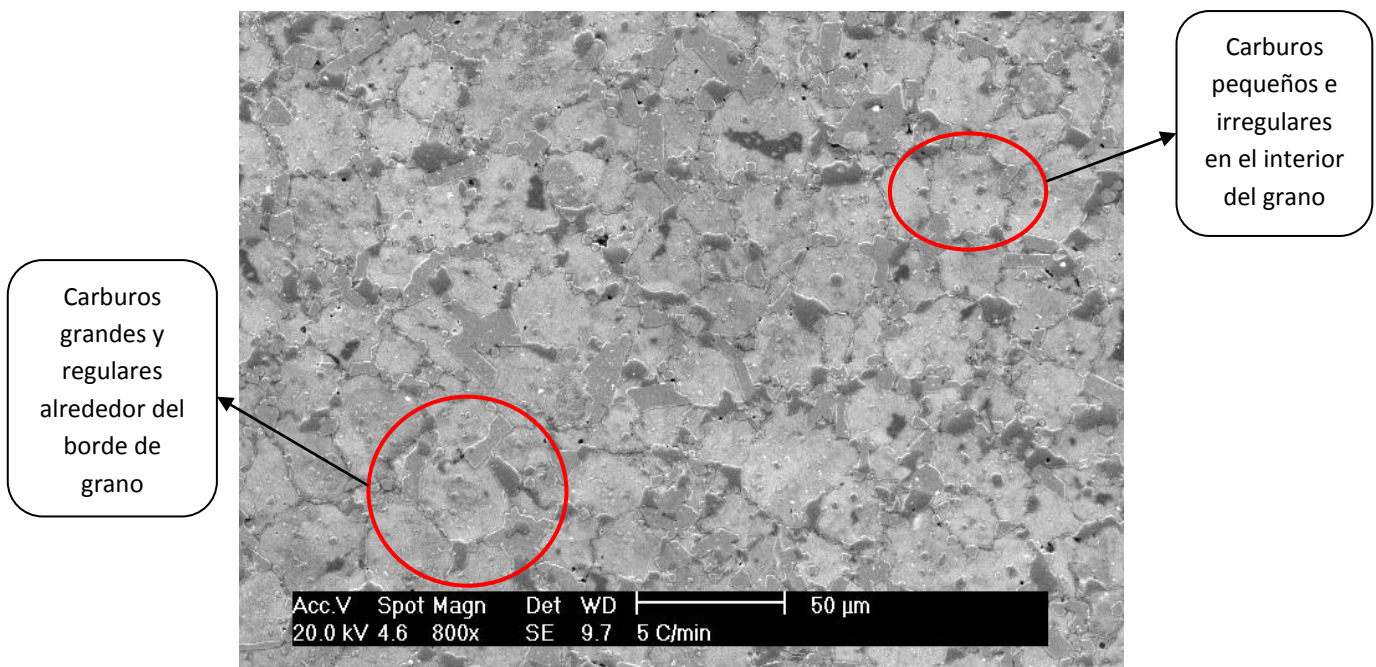


**Figura 4.11.** Microestructura correspondiente al compacto 1 obtenida, mediante SEM a 800x aumentos.

## COMPACTO 5



**Figura 4.12.** Microestructura correspondiente al compacto 5, obtenida mediante microscopía óptica a 100x aumentos.



**Figura 4.13.** Microestructura correspondiente al compacto 5, obtenida mediante SEM a 800x aumentos.

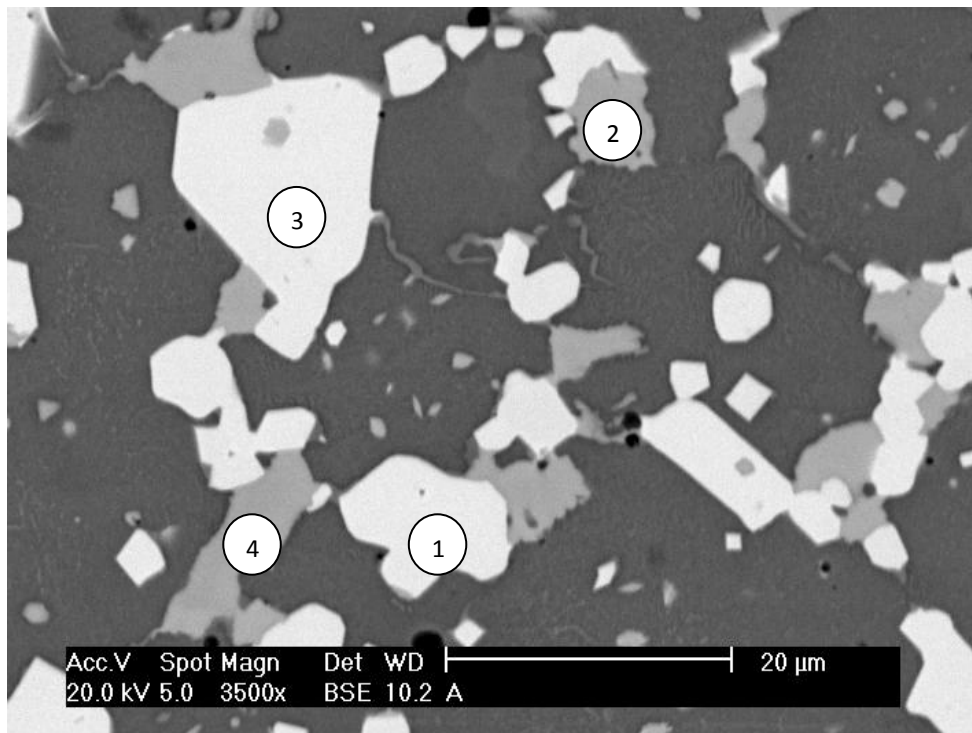


La microestructura obtenida para el compacto 5 presenta las mismas fases y morfología que el compacto 1, aunque puede apreciarse mayor tamaño de grano y más zonas de aglomeración de carburos de mayor tamaño, como se observa en las figuras 4.12. y 4.13.

### Análisis de energías dispersivas de rayos X (EDAX)

#### COMPACTO 1

En la figura 4.14. se muestra la microestructura correspondiente al compacto 1, sobre la que se realizó en análisis químico EDAX, mientras que en la tabla 4.5. se puede observar la composición obtenida mediante dicho análisis de los carburos presentes en la microestructura.



**Figura 4.14.** Microestructura correspondiente al compacto 1, obtenida mediante SEM, en la que se realizó el análisis EDAX.

	Carburo 1	Carburo 2	Carburo 3	Carburo 4
Elemento	Wt. %	Wt. %	Wt. %	Wt. %
C	4,6	7,88	0	9,86
Fe	19,35	1,63	22,26	2,17
Mo	0,36	1,14	0	0,77
Ti	0	3,18	0	2,6
V	4	30,57	2,85	30,27
W	71,69	55,59	74,89	54,33

**Tabla 4.5.** Composición de los distintos carburos presentes en la microestructura del compacto 1, obtenida mediante análisis EDAX.

El análisis muestra que las zonas blancas corresponden a carburos mixtos ricos en wolframio con pequeños porcentajes de vanadio, mientras que las zonas grises de distintas tonalidades se corresponden con carburos mixtos de vanadio y wolframio, con pequeñas cantidades de titanio en su composición. En cuanto al tamaño y distribución de los mismos, se aprecia que los carburos cuyo componente mayoritario es el wolframio muestran morfologías más angulares y aparecen aglomerados con los carburos mixtos de wolframio y vanadio.

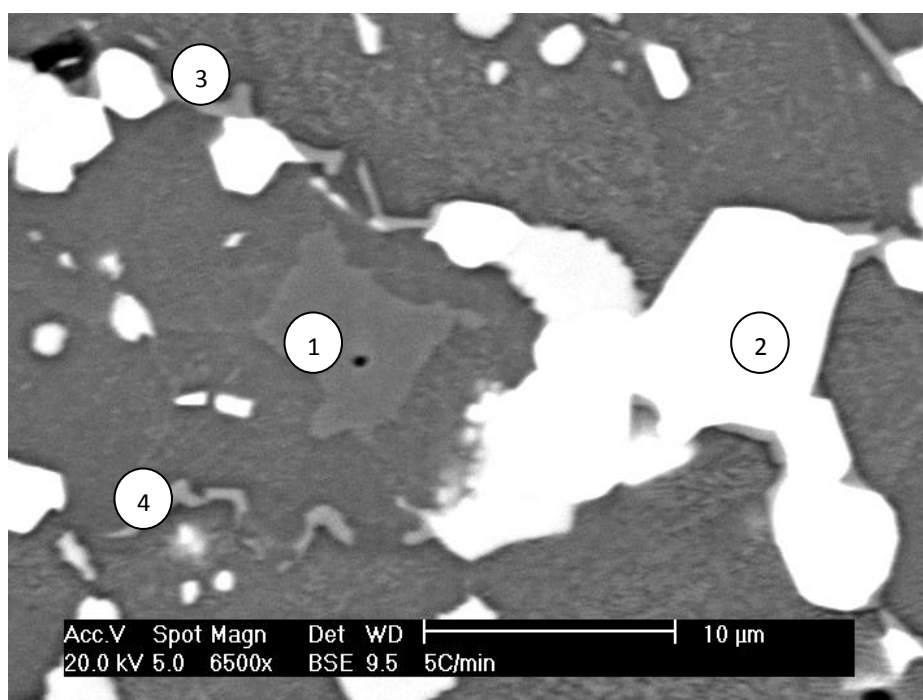
Se observa que el componente más abundante en los carburos es el wolframio, pues es el elemento de aleación mayoritario en el polvo de acero T15, 12,5% en peso y se ha añadido un 5,67% en peso con el aditivo tetra carburos. También se aprecia que en el análisis no se obtuvo tántalo ni niobio en la composición de los carburos, debido a que su porcentaje en la mezcla es minoritario, del 4,3% y 1,37% en peso respectivamente.

## COMPACTO 5

En la figura 4.15. se muestra la microestructura correspondiente al compacto 5, sobre la que se realizó en análisis químico EDAX, mientras que en la tabla 4.6. se puede observar la composición obtenida mediante dicho análisis de los carburos presentes en la microestructura.

El análisis muestra que las zonas blancas corresponden a carburos ricos en wolframio, con porcentajes menores de éste elemento que para el compacto 1. Las zonas grises oscuras corresponden a la matriz y su tonalidad diferente al resto de la matriz se debe a que el ataque de la superficie de la muestra fue más severo en esta zona. Las zonas grises claras son carburos mixtos de titanio, wolframio, vanadio y tántalo.

De nuevo se observa que el componente más abundante en los carburos es el volframio, y que el niobio no aparece en la composición. Sin embargo, en este análisis sí se aprecia la presencia de tántalo. Esto es debido a que durante este análisis se observó que el espectro del volframio y tántalo es muy similar, y se consiguió diferenciar dichos elementos. Por otro lado, para este compacto se aprecia que los carburos mixtos de vanadio y volframio (fases grises) rodean a los carburos ricos en volframio (fases blancas) y no aparecen de forma tan diferenciada como en el compacto 1.



**Figura 4.15.** Microestructura correspondiente al compacto 5, obtenida mediante SEM, en la que se realizó el análisis EDAX.

	Carburo 1	Carburo 2	Carburo 3	Carburo 4
Elemento	Wt. %	Wt. %	Wt. %	Wt. %
C	2,82	2,32	7,27	7,51
Ta	5,11	7,98	10,94	11,17
V	0,48	2,19	27,76	28,94
Ti	0	0	2,21	2,31
Fe	80,39	20,56	3,39	-
W	6,63	64,49	48,43	50,08

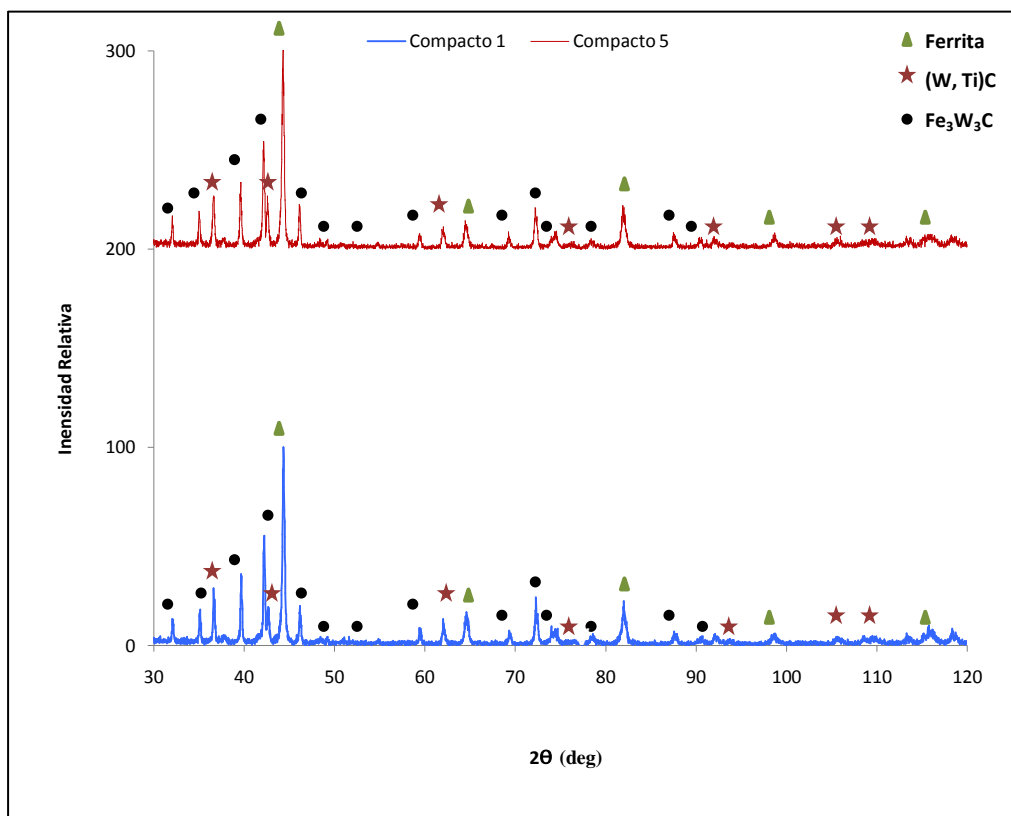
**Tabla 4.6.** Composición de los distintos carburos presentes en la microestructura del compacto 5, obtenida mediante análisis EDAX.

### Difracción de rayos X

En la figura 4.16. se muestran los difractogramas obtenidos para los dos compactos.

En los difractogramas obtenidos se observa que las fases cristalinas encontradas para ambos compactos son las mismas: ferrita, carburos mixtos de wolframio y titanio de tipo MC, y carburos de wolframio de tipo  $M_6C$ .

Mediante este análisis no se observó la presencia de vanadio, tántalo y niobio en la composición. Estos dos últimos, como se comentó con anterioridad, debido a su escaso porcentaje en la mezcla. En cuanto al vanadio, aunque por medio de difracción de rayos X no se detecta su presencia, el análisis EDAX muestra que es el segundo componente mayoritario en los carburos para ambos compactos.



**Figura 4.16.** Difractogramas de los compactos 1 y 5.



## ***Capítulo 5. Discusión de resultados***



## 5.1 Optimización de la mezcla e inyección

En el desarrollo de un proceso MIM es fundamental el obtener una mezcla homogénea, en la que se produzca una adecuada interacción entre sistema ligante y polvo, que permita un adecuado mezclado y moldeo. Mezclados inhomogéneos dan lugar a un recubrimiento defectuoso de las partículas de polvo por el sistema ligante, lo que provoca segregaciones en las piezas y dificultades en la extracción del sistema ligante. Todo ello se traduce en problemas de retención de forma y distorsiones en las piezas finales (38).

Mediante el presente estudio, en el que se ha desarrollado un proceso MIM para componentes de acero rápido T15 reforzado con tetra carburos, la adición de ácido esteárico en la mezcla resulta esencial para llevar a cabo el proceso, pues la etapa de inyección no resulta posible sin la utilización de este aditivo. El ácido esteárico mejora la interacción entre las partículas de los componentes de la mezcla, disminuyendo la abrasión entre éstas y evitando la separación del polvo y sistema ligante, pues como se ha observado mediante el presente estudio, reduce de forma significativa el valor de torque durante el mezclado, favorece mayores grados de homogeneidad, además de disminuir el tiempo necesario de mezclado.

La presencia de ácido esteárico en la mezcla no modifica el comportamiento pseudoplástico de la misma, resultado muy positivo, puesto que este tipo de comportamiento es el más adecuado para un proceso de inyección, ya que durante el paso del material por la boquilla se registran altas velocidades de deformación y son precisos valores bajos de viscosidad para facilitar el flujo. Además, una vez lleno el molde y desaparecidos los esfuerzos de deformación, es preciso que la viscosidad vuelva a aumentar (34).

Mediante los resultados obtenidos para el feedstock 1 no se puede concluir que éste no sea inyectable, puesto que muestra comportamiento pseudoplástico y valor de torque final adecuados para la inyección. Es posible que se consiga aumentar su grado de homogeneidad con adiciones más lentas del polvo en la cámara de mezclado así como aumentando la duración de esta etapa.

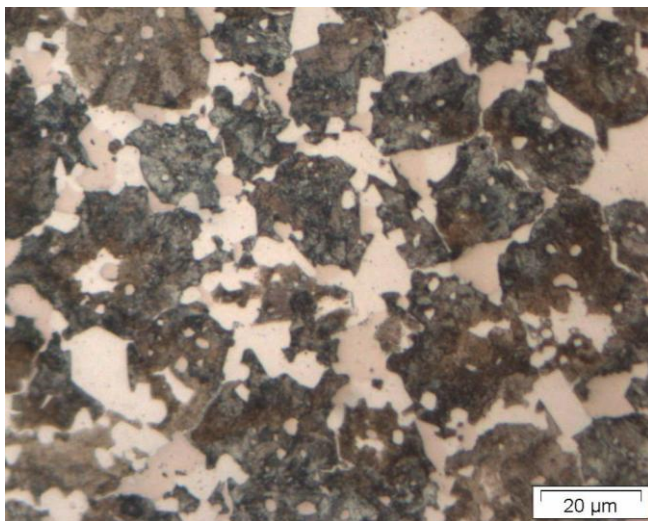


## 5.2 Extracción del sistema ligante

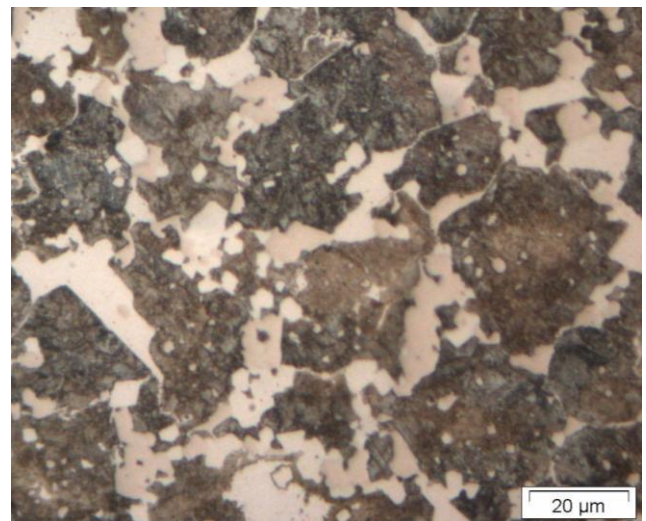
La extracción del sistema ligante es una etapa crítica en el desarrollo en un componente mediante MIM. Durante esta etapa ha de eliminarse todo el sistema ligante que sirvió como vehículo durante la etapa de inyección. Con el fin de evitar la aparición de distorsiones en las piezas finales, han de diseñarse los ciclos de extracción óptimos para cada material de estudio.

Mediante los resultados obtenidos en el presente estudio, se observa que la utilización de una mayor velocidad de calentamiento produce un aumento del tamaño de grano, como puede observarse en la figura 5.1. Además, el aumento de la velocidad de calentamiento también produce mayor tamaño y mayor grado de aglomeración de carburos, como se observa en la figura 5.2. Estos resultados se traducen en valores inferiores de resistencia a flexión y dureza.

**Compacto 1**

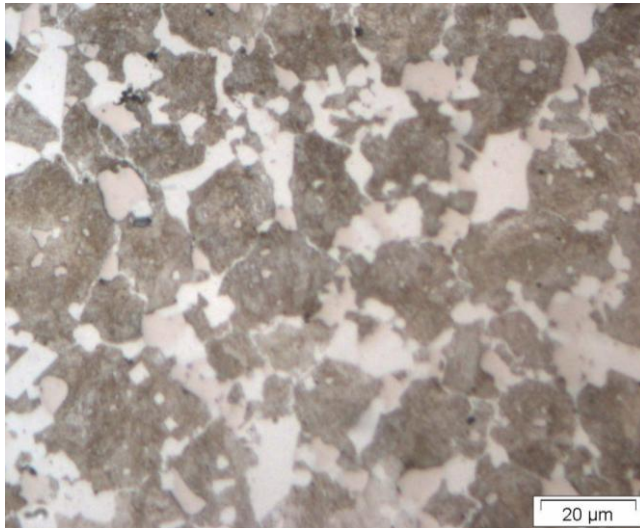


**Compacto 5**

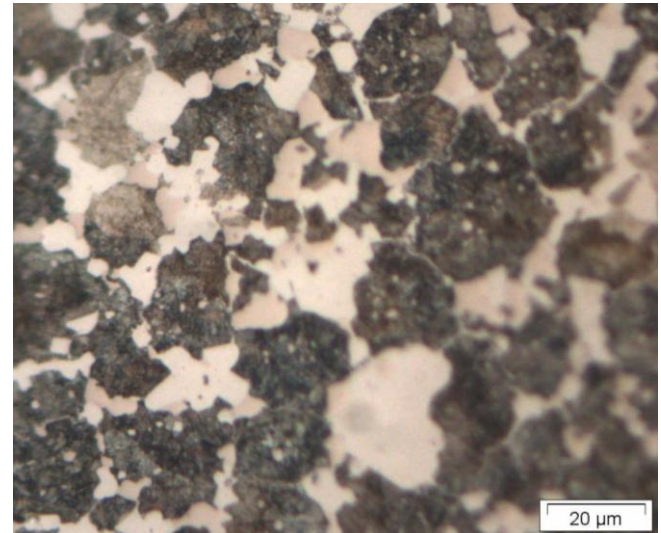


**Figura 5.1.** Comparativa entre el tamaño de grano para las dos velocidades de calentamiento empleadas en la extracción térmica.

**Compacto 1**



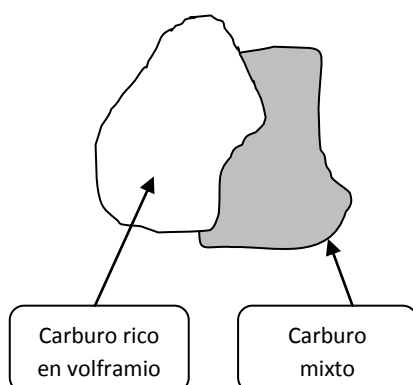
**Compacto 5**



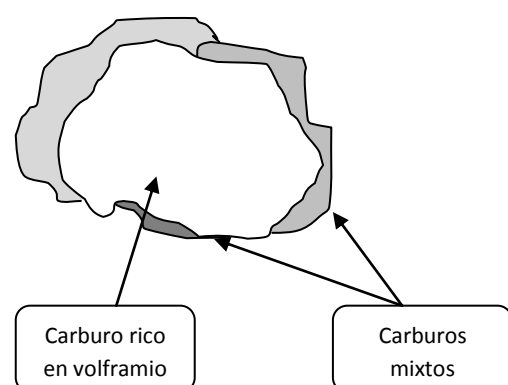
**Figura 5.2.** Comparativa entre el tamaño de carburos y aglomeración de los mismos para las dos velocidades de calentamiento empleadas en la extracción térmica.

Por otra parte, el aumento de la velocidad de calentamiento durante la extracción térmica también produce una distribución de carburos diferente. Para el compacto 5, cuya velocidad de calentamiento fue mayor, se aprecia la precipitación de los carburos mixtos alrededor de los carburos ricos en volframio. Los observados en el compacto 1 aparecen en pequeñas aglomeraciones de carburos de tamaños más similares. En la figura 5.3 se muestra un esquema de las diferentes formas de aglomeración de carburos para cada compacto, mientras que en la figura 5.4. puede observarse una imagen real de dicho comportamiento.

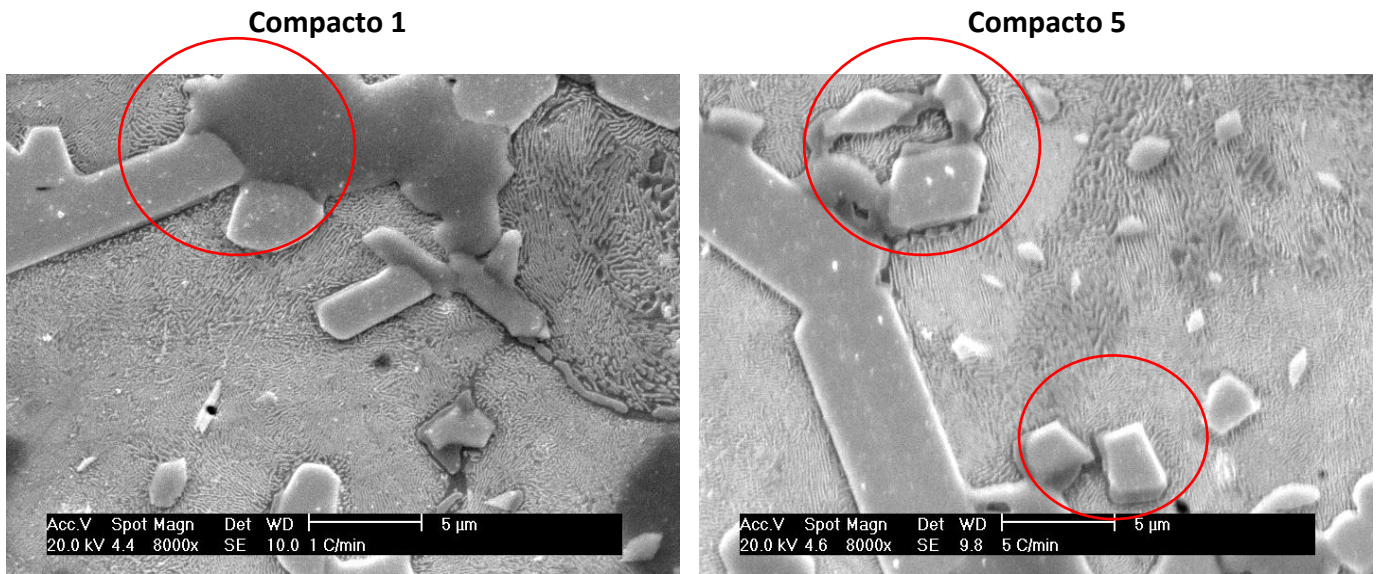
**Compacto 1**



**Compacto 5**



**Figura 5.3.** Formas de aglomeración de los carburos para los dos tipos de compactos.



**Figura 5.4.** Comparativa de la distribución de carburos para el compacto 1 y el compacto 5.

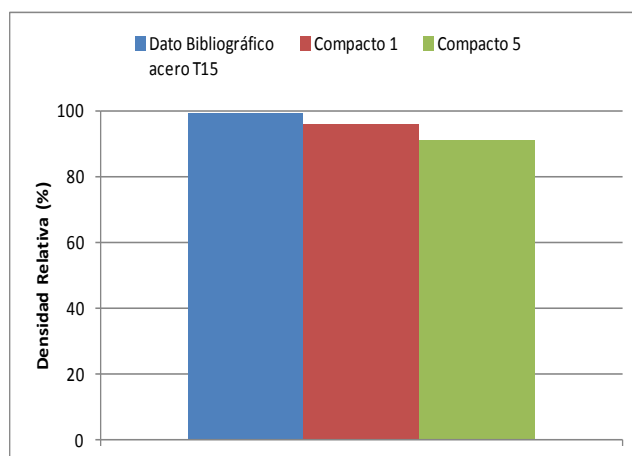
No obstante, la modificación de dicha velocidad de calentamiento no modifica las fases presentes en la microestructura de ambos compactos, pues se obtiene la misma matriz perlítica, como se observa en la figura 5.4. y el mismo tipo de carburos precipitados, como muestran los análisis EDAX. Además, dicho análisis muestra que los carburos de wolframio son del tipo  $M_6C$ , no tan duros como serían los de estequiometría  $MC$ , pero que aportan más tenacidad (4). Mediante este análisis no se ha podido determinar la estequiometría de los carburos de vanadio, ya que su contenido en el polvo de partida es muy pequeño y el estudio mediante difracción de rayos X no es capaz de mostrarlos.

### 5.3 Grado de densificación y propiedades mecánicas de las piezas sinterizadas

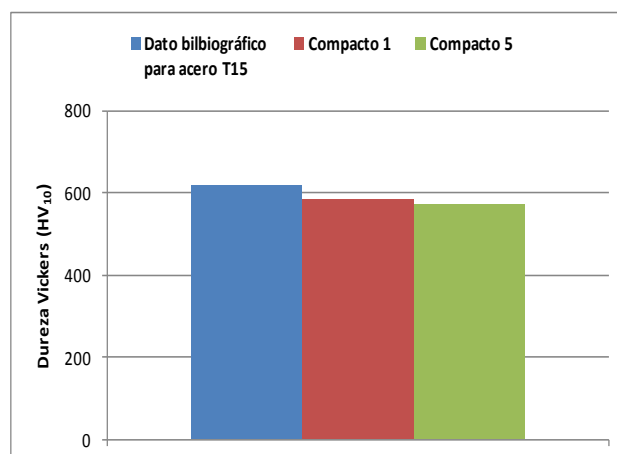
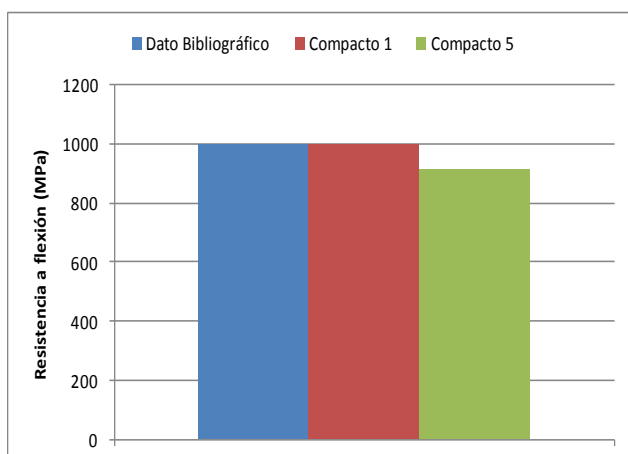
La última etapa de un proceso MIM corresponde a la sinterización, tratamiento térmico que se lleva a cabo con el fin de incrementar el grado de densificación de los componentes e incrementar las propiedades mecánicas finales.

Tras la sinterización de los compactos en marrón, el material de estudio, acero rápido T15 reforzado con tetra carburos, muestra valores de densidad relativa menores a los obtenidos por la bibliografía para acero rápido T15 sin aditivos. La comparativa de dichos valores se muestra en la figura 5.5.

Los valores obtenidos para el grado de densificación para ambos compactos resultan un tanto bajos para tratarse de un proceso de moldeo por inyección de metales. Estos resultados junto con los bajos valores de torque obtenidos para el mezclado, muestran que sería posible introducir mayor carga de polvo metálico T15 en la mezcla, con un posible aumento en los grados de densificación finales.



**Figura 5.5.** Comparativa de los datos obtenidos con los datos bibliográficos para la densidad relativa (4), (13).



**Figura 5.6.** Comparativa de los datos obtenidos con los datos bibliográficos para la resistencia a flexión y dureza (4).



Como se observa en la figura 5.6. los resultados obtenidos de resistencia a flexión y dureza del compacto 5 son inferiores a los datos bibliográficos. Esto muestra que la utilización de una mayor velocidad de calentamiento durante la etapa de extracción térmica produce un empeoramiento de las propiedades mecánicas finales debido, como se dijo en la sección anterior, al aumento del tamaño de grano y al mayor tamaño y aglomeración de carburos en la matriz. Para el compacto 1, los valores de resistencia a flexión y dureza son similares a los datos bibliográficos, lo que muestra que se ha llevado a cabo correctamente el desarrollo del proceso MIM para dicho compacto.







## ***Capítulo 6. Conclusiones***



Tras los resultados obtenidos durante la elaboración del presente Proyecto Fin de Carrera se puede llegar a la conclusión general de que se ha llevado a cabo satisfactoriamente el desarrollo del proceso de producción mediante MIM de componentes base acero rápido T15 con ácido esteárico y tetra carburos como aditivos.

Las conclusiones parciales que mantienen dicha conclusión general son las siguientes:

- Se ha demostrado que el ácido esteárico es un aditivo esencial para la elaboración de un acero rápido T15 con tetra carburos como aditivo, pues resulta imprescindible para la etapa de inyección. Los efectos que produce sobre el material son aumento de la homogeneidad, y reducción del valor de torque durante toda la etapa de mezclado, mientras que no afecta al comportamiento pseudoplástico del material.
- Se ha comprobado que la utilización de una menor velocidad de calentamiento durante la etapa de extracción térmica produce una microestructura de menor tamaño de grano, de carburos más pequeños y con menores grados de aglomeración, que se traduce en valores superiores de resistencia a flexión y dureza.
- Los valores de resistencia a flexión y dureza para el compacto de menor velocidad de calentamiento durante la etapa de extracción térmica son similares a los obtenidos por la bibliografía. No obstante, los valores de torque muestran que es posible el aumento de carga metálica en la mezcla, lo que conllevaría un aumento del grado de densificación de las piezas finales, y a una mejor resistencia a flexión y dureza de las mismas.





## ***Capítulo 7. Trabajo futuro***



En el presente Proyecto Fin de carrera se ha desarrollado un proceso de producción de un material compuesto base acero rápido mediante MIM y se ha evaluado, entre otros, el efecto en las propiedades mecánicas finales de ciertos aditivos. Por ello, el trabajo futuro debería encaminarse a estudiar en mayor profundidad la microestructura obtenida, para poder correlacionarla de forma más directa con las propiedades mecánicas finales. Por tanto, se propone:

- Realizar un análisis metalográfico más detallado de los carburos presentes en la microestructura. Para ello deberá realizarse nano indentación con el fin de obtener información de la dureza de las distintas fases presentes.
- Cuantificar el porcentaje de carbono final tras la sinterización así como antes de ésta mediante un análisis LECO, con el fin de comprobar que se ha extraído el 100% del sistema ligante y no se están produciendo variaciones en el contenido de carbono inicial que puedan alterar la composición y morfología de los carburos obtenidos.
- Desarrollar nuevos feedstocks con mayor carga metálica de polvo T15 con el fin de determinar la carga óptima de polvo así como para obtener grados de densificación mayores.
- Llevar a cabo diferentes tratamientos térmicos con el fin de mejorar las propiedades mecánicas de las piezas finales.
- Realizar un estudio detallado del comportamiento al desgaste de los materiales obtenidos, propiedad fundamental en aceros para aplicaciones de corte.

## ***Referencias bibliográficas***

1. **German, Randall M.** *"Powder Injection Molding, Design and Applications"*. s.l. : Innovative Material Solutions, 2003. pp. 9-20.
2. **T. Moritz, R. Lenk.** *"Ceramic injection moulding: a review of developments in production technology, materials and applications"*. s.l. : Powder Injection Moulding International. Vol. 3 (Núm. 3), 2009. pp. 23-34.
3. **G. Schlieper, G. Dowson.** *"Metal Injection Moulding, A Manufacturing Procces for Precision Engineering Components"*. s.l. : EPMA, 1999. pp. 1-6.
4. **Portuondo Ferrer, Javier.** *"Desarrollo de un proceso de fabricación de piezas de acero rápido T15, basado en el moldeo por inyección de metales"*. Proyecto Final de Carrera. Universidad Carlos III de Madrid, 1999.
5. **Sotomayor Lozano, María Eugenia.** *"Desarrollo de los procesos de moldeo por inyección y extrusión de polvos para la obtención de piezas de aceros inoxidables dúplex y ferríticos"*. Tesis Doctoral. Universidad Carlos III de Madrid, 2010.
6. **AIMME, Instituto Tecnológico Metalmecánico.** [www.aimme.es](http://www.aimme.es). [Consulta Septiembre de 2011].
7. **M. E. Sotomayor, A. Várez, B. Ievenfeld.** *"Influence of powder prticle size distribution on reological properties of 316 L powder injection moulding feedstocks"*. s.l. : ELSEVIER - Powder Technology, 2010. Vol. 200. pp. 30-36.
8. **Contreras, J.M.** *"Estudio de la influencia de la morfología y de la distribución de tamaños de partícula del polvo en la obtención de aleaciones base Cu y base Ni mediante la tecnología MIM"*. Tesis Doctoral. Universidad Carlos III de Madrid, 2008.
9. **Herranz Sánchez-Cosgalla, Gemma.** *"Desarrollo de nuevas formulaciones de ligantes basadas en polietileno de alta densidad para el procesado de aceros rápidos tipo M2 mediante moldeo por inyección de metales"*. Tesis Doctoral. Universidad Carlos III de Madrid, 2004.
10. **G. Herranz, B. Levenfeld, A. Várez, J.M. Torralba.** *"Development of new feedstock formulation based on high density polyethylene for MIM of M2 high speed steels"*. s.l. : Institute of Materials, Minerals and Mining, 2005. Vol. 48. pp. 134-138.



11. **Matula, G.** *"Carbide alloyed composite manufactured with the PIM method"*. s.l. : Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2010. Vol. 43. pp. 117-124.
12. **Shubin Ren, Xinbo He, Xuanhui Qu, Islam S. Humail, Yanping Wei.** *"Influence of binder composition on the rheological behavior of injection-molded micro-sized SiC suspensions"*. s.l. : Journal of University of Science and Technology Beijing, 2008. Vol. 15. pp. 297-300.
13. **A. Várez, J. Portuondo, B. Lefenfeld, J.M. Torralba.** *"Processing of P/M T15 high speed steels by mould casting using thermosetting binders"*. s.l. : ELSEVIER - Materials, Chemistry and Physics, 2001. Vol. 67. pp. 43-48.
14. **J.M. Román, N. Candela, F. Velasco.** *"Moldeo por inyección del acero rápido M2"*. s.l. : Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 1996. pp.369-374.
15. **Z.Y. Liu, N.H. Loh, S.B. Tor, K.A. Khor.** *"Characterization of powder injection moulding feedstock"*. s.l. : ELSEVIER - Materials Characterization, 2002. Vol. 49. pp. 313-320.
16. **Navarro García, Fernando.** *"Estudio de una vía alternativa del procesado por moldeo por inyección medioambientalmente aceptable"*. Proyecto Final de Carrera. Universidad Carlos III de Madrid, 2010.
17. **Camín Espinosa, Carlos.** *"Efecto de la atmósfera de sinterización en piezas de acero rápido tipo M2 conformadas mediante un proceso modificado del moldeo por inyección de metales"*. 2000. Proyecto Final de Carrera. Universidad Carlos III de Madrid, 2000.
18. **Thomas Vielma, Patricia N.** *"Desarrollo del proceso de moldeo por inyección de polvos para la obtención de piezas de alúmina : aplicación a la producción de brackets dentales"*. Tesis Doctoral. Universidad Carlos III de Madrid, 2008.
19. **Berzal Nogales, Daniel.** *"Fabricación de piezas de vidrio mediante la ruta de procesado de moldeo por inyección de polvos"*. Proyecto Final de Carrera. Universidad Carlos III de Madrid, 2009.
20. **Enríquez Baranda, Miguel Ángel.** *"Design and manufacturing of complex moulds for powder injection moulding"*. Proyecto Final de Carrera. Haute école spécialisée de Suisse occidentale, 2010.



21. **Ijaz Ul Mohsin, Christian Gierl, Herbert Danninger, Mohammad Momeni.** *"Thermal de-binding kinetics of injection molded W-8%Ni-2%Cu"*. s.l. : ELSEVIER - Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2011. Vol. 29. pp. 729-732.
22. **Matula, G.** *"Influence of binder composition on structure and properties of carbide alloyed composite manufactured with the PIM method"*. s.l. : Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2008. Vol. 30. pp. 193-195.
23. **Ebenhöch, J. Maat, J.T.** *"Ceramic injection molding with a polyacetal based binder system"*. s.l. : Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1993. Vol. 5. pp. 45-46.
24. **L.A. Dobrzanski, G. Matula, A. Várez, B. Lefenfeld, J.M. Torralba.** *"Structure and mechanical properties of HSS HS6-5-2 and HS12-1-5-5type steel produced by modified powder injection moulding procces"*. s.l. : ELSEVIER - Journal of Materials Processing Technology, 2004. Vol. 175. pp. 173-178.
25. **Mills, B.** *"Flexibility helps MIM producer meet the demands of a broad client base"*. s.l. : Powder Injection Moulding International, 2007. Vol. 1. pp. 20-21.
26. **Sitek, W.** *"Methodology of high-speed steels using tha artificial intelligence tools."*. 2010. Vol. 2 (Núm. 3). pp. 115-160.
27. **Mayoral de la Cruz, Manuel.** *"Efecto de la atmósfera de sinterización en piezas de acero rápido T15 conformadas mediante un proceso MIM modificado"*. Proyecto Final de Carrera. Universidad Carlos III de Madrid, 2000.
28. **Velando Cabañas, Miguel.** *"Proceso de fabricación de piezas de acero rápido al molibdeno (tipo M2) utilizando como ligante una resina acrílica termoestable"*. Proyecto Final de Carrera. Universidad Carlos III de Madrid, 1999.
29. **J.M. Torralba, J.M. Ruiz-Román, L.E.G. Cambronero, J.M. Ruiz-Prieto.** *"P/M high speed steels obtained by metal injection moulding"*. s.l. : ELSEVIER - Journal of Materials Processing Technology, 1997. Vol 64. pp 387-395.
30. **G. Matula, L.A. Dobrzanski, A.Várez, B. Levenfeld.** *"Development of a feedstock formulation based on PP for MIM of carbides reinforced M2"*. s.l. : Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2008. Vol. 27. pp 195-198.
31. **G. Herranz, A. Várez, J M. Torralba, B. Levenfeld.** *"Metal injection moulding of bronze using thermoplastic binder based on HDPE"*. s.l. : Powder Metallurgy, 2007. Vol. 50. pp. 184-188.



32. **L. Ul Mohsin, D. Lager, C. Gierl, W. Hohenauer, H. Danninger.** *"Simulation and optimisation for thermal debinding of copper MIM parts using thermokinetic analysis"*. s.l. : Powder Metallurgy, 2011. Vol 54. pp. 25-36.
33. **A. Várez, B. Levenfeld, J.M. Torralba, G. Matula, L.A. Drobrzanski.** *"Sintering in different atmospheres of T15 and M2 high speed steel produced by a modified metal injection moulding process"*. s.l. : ELSEVIER - Materials, Science & Engineering, 2003. Vol. A366. pp. 318-324.
34. **Clemente Abajo, Carolina.** *"Estudio de los tratamientos térmicos de un material compuesto base hierro reforzado Con TiCN"*. Proyecto Final de Carrera. Universidad Carlos III de Madrid, 2009.
35. **F. Thümmel, R. Oberacker.** *"Introduction to powder metallurgy"*. s.l. : The Institute of Materials, 1996. Capítulo 2.
36. **A. Upadhyaya, D. Sarathy, G. Wagner.** *"Advances in sintering of hard metals"*. s.l. : ELSEVIER - Materials and Design, 2000. Vol. 22. pp. 499-506.
37. **J. Liu, P. Kumar, I. Dutta, R. Raj, R. Sidhu, M. Renavikar, R. Mahajan.** *"Liquid phase sintered Cu-In composite solders for thermal interface material and interconnect applications"*. Vol 46. (Núm 21). pp 7012-7025.
38. **Bernardo Quejido, Elena.** *"Effect of the atmosphere composition on the sintering of pre-alloyed low Cr-Mo water atomized steel powder"*. Proyecto Final de Carrera. Chalmers University of Technology, 2009.