

RESISTENCIA MECÁNICA DE CARBUROS CEMENTADOS: INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA Y LA MICROESTRUCTURA

I. Moyano², R. Bermejo³, N. Salan⁴, E. Chicardi¹, F. J. Gotor¹, L. Llanes⁴ and Y. Torres^{2*}

¹Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla (US-CSIC), Av. Américo Vespucio, 49, 41092 Sevilla, Spain.

²Dpto. de Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del Transporte, E.T.S. de Ingeniería, Universidad de Sevilla, Avda. Camino de los Descubrimientos, s/n, 41092 Sevilla, Spain (ytorres@us.es)

³Institut fuer Struktur- und Funktionskeramik, Montanuniversitaet Leoben, Peter Tunner Strasse 5, 8700 Leoben, Austria.

⁴Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metallúrgica, ETSEIB, Universitat Politècnica de Catalunya, 08028 Barcelona, SPAIN

RESUMEN:

En esta investigación se ha evaluado el efecto de la temperatura en la resistencia mecánica de carburos cementados (WC-Co) con diferente camino libre medio de la fase ligante. La misma se determinó a 600°C con discos ensayados en flexión biaxial (3B3). Se determina la resistencia y el módulo de *Weibull* y se comparan con los valores obtenidos a temperatura ambiente. Se ha realizado un análisis fractográfico detallado para intentar discernir la naturaleza y el tamaño de los defectos que originan la rotura, así como los mecanismos responsables de ésta. Los resultados se discuten y racionalizan en el marco de la mecánica de la fractura elástica lineal, prestando atención al efecto de la temperatura y la microestructura en la fiabilidad mecánica. Adicionalmente, el número de fragmentos de las probetas rotas y la superficie de fractura macroscópica también se han relacionado con la resistencia mecánica y la tenacidad de fractura de los WC-Co investigados.

Palabras claves: Carburos cementados, temperatura, resistencia mecánica, estadística de *Weibull*, flexión biaxial.

MECHANICAL STRENGTH OF CEMENTED CARBIDES: INFLUENCE OF TEMPERATURE AND MICROSTRUCTURE

ABSTRACT:

This work evaluated the effect of temperature on the strength of cemented carbides (WC-Co) with different mean free path of the binder phase. It was determined at 600°C tested in biaxial flexural strength with (3B3) discs. Resistance and the Weibull modulus is determined and compared with the values obtained at room temperature. We performed a detailed fractographic analysis to try to discern the nature and size of defects that cause fracture and the mechanisms responsible for this. The results are discussed and rationalized within the mechanics of linear elastic fracture, paying attention to the effect of temperature on the microstructure and mechanical reliability. Additionally, the number of fragments of broken specimens and macroscopic fracture surface is also related to the mechanical strength and fracture toughness of the WC-Co investigated.

Keywords: Cemented carbides, temperature, mechanical strength, Weibull statistics, biaxial flexural strength.

1. INTRODUCCIÓN

El uso de los metales duros (WC-Co) en herramientas de corte y conformado es ampliamente reconocido. En estos procesos se requieren condiciones de trabajo cada vez más extremas en términos de temperatura, solicitaciones mecánicas (impactos, cargas cíclicas, etc.) y tribológicas; que comprometen en muchas ocasiones la fiabilidad en servicio de las herramientas. A pesar de sus bondades, es un hecho la deficiente estabilidad química (resistencia a la oxidación) de los WC-Co a temperaturas por encima de ~500 °C y su baja tolerancia al daño (material frágil). En estos materiales las poblaciones de defectos naturales asociados al proceso de fabricación pueden ser relativamente amplias y heterogéneas, siendo fundamentalmente poros,

aglomerados de carburos y/o carburos de gran tamaño [1-3]. En este contexto, cobra mucha importancia llevar a cabo el análisis considerando la relación entre la probabilidad de encontrar el defecto mayor y la distribución de esfuerzos aplicados. Por lo tanto, resulta más apropiado implementar protocolos estadísticos para evaluar la influencia de la microestructura y la temperatura en la resistencia mecánica. El objetivo central de este trabajo es aplicar la estadística de *Weibull* a los resultados de flexión biaxial de carburos cementados, reportándose los correspondientes valores de resistencia absolutos (probabilidad de fallo del 63,3%) y los módulos de *Weibull* (grado de fiabilidad).

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los carburos cementados estudiados (WC-Co) han sido suministrados por DURIT Metalurgia Portuguesa. Se evalúan tres calidades con distinto camino libre medio de la fase ligante, ésta y el resto de características microestructurales, así como la dureza *Vickers* se recogen en la Tabla 1. En este trabajo se evalúa la resistencia a la flexión biaxial implementando el método de la bola sobre las 3 bolas (B3B, ver figura 1) [4,5]. Es reconocida la mayor tolerancia de este ensayo si no se tienen superficies plano/paralelas, si existen problemas de alineamiento del sistema de carga y si se necesita usar geometrías de probetas pequeñas. En la figura 1 puede apreciarse como el esfuerzo máximo se localiza en el centro de las tres bolas, en esta región (1/20 de la dimensión del disco) se soporta el 90% del esfuerzo aplicado máximo.

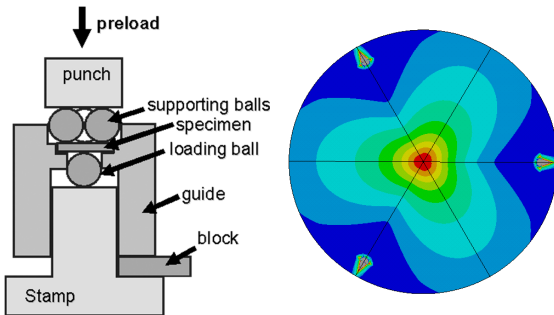


Fig.1 Representación de un ensayo biaxial de bola frente a tres bolas.

En el ensayo se emplean 4 bolas de alúmina de 3mm de diámetro. La superficie del disco sometida a flexión biaxial (discos de 0,7-1,5mm de espesor y 13mm de diámetro) fue cuidadosamente pulida hasta $3\mu\text{m}$, garantizando la misma calidad superficial en todas las muestras.

El ensayo 3B3 se realizó en una máquina universal de ensayo electromecánico (Modelo 5505, Instron Ltd.), con un horno eléctrico (Energon S.L.) acoplado y usando unas mordazas de Molibdeno. En cada ensayo primero se realiza todo el montaje en frío y se aplica una precarga de 10N. A continuación, se incrementa la temperatura hasta los 600 °C (2h, tiempo necesario hasta alcanzar la temperatura fijada), siempre controlando el valor de precarga impuesto. En el ensayo se registra la carga de rotura, F, la cual es usada para calcular la tensión biaxial de tracción máxima, σ_{max} (ecuación 1). Para cada calidad de WC-Co, se realizan al menos 10 ensayos en control de carga (100 N/s).

$$\sigma_{\text{max}} = f \cdot \frac{F}{t^2} \quad (1)$$

donde t es el espesor del disco y f es un factor adimensional (en nuestro caso entre 1,1-1,5, valores calculados usando una ecuación de la literatura [6]). Este factor depende de la geometría de la muestra y las bolas, así como del coeficiente de *Poisson* del material y las particularidades de la transferencia de carga de las mordazas al disco [4].

Finalmente, se lleva a cabo un estudio detallado de la superficie de fractura de los discos, mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y un software de análisis de imágenes (Image-Pro Plus 6.2, Mediacibernetic, Bethesda, MD). El análisis incluye la naturaleza y tamaño del origen de la rotura, el área total de la superficie de fractura (S_f), los mecanismos responsables de la misma, así como el número de fragmentos (N_i) asociado al proceso.

Tabla 1. Parámetros microestructurales y propiedades mecánicas básicas de los WC-Co investigados.

	% wt Co	d_{WC} (μm)	λ_{Co} (μm)	HV ₃₀ (GPa)
16F	10	0,50	0,25	15,5 ± 2,5
16M	10	1,06	0,30	14,0 ± 2,6
27C	16	1,66	0,76	11,2 ± 0,8

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 2 y 3 se muestran las curvas de probabilidad de fallo vs resistencia a rotura para las tres calidades de WC-Co y las dos temperaturas evaluadas. Por su parte, en la tabla 2 se recogen los valores de la resistencia y el módulo de *Weibull* (σ_0 y m , respectivamente), se incluye además los intervalos de estos parámetros obtenidos con un 90% de confianza y calculados de acuerdo con la norma EN 843-5 [7]; este intervalo refleja la influencia del procedimiento de muestreo.

Tabla 2. Parámetros de *Weibull* de los carburos cementados estudiados: influencia de la microestructura y la temperatura.

	λ_{Co} (μm)	$\sigma_0 \times 10^3$ (MPa)		m	
		T _{Amb}	600°C	T _{Amb}	600°C
16F	0,25	4,2 [3,9-4,6]	3,0 [2,8-3,2]	8 [4-11]	10 [5-13]
16M	0,30	3,3 [3,0-3,6]	2,3 [2,2-2,4]	7 [4-10]	13 [7-17]
27C	0,76	3,3 [3,1-3,6]	2,3 [2,2-2,5]	10 [6-13]	9 [5-12]

El análisis de los resultados del comportamiento mecánico permite discriminar la influencia de la temperatura y la microestructura en la resistencia a flexión biaxial. En las tres calidades de WC-Co, se obtiene una degradación de la resistencia mecánica a 600°C, siendo de aproximadamente del 30%.

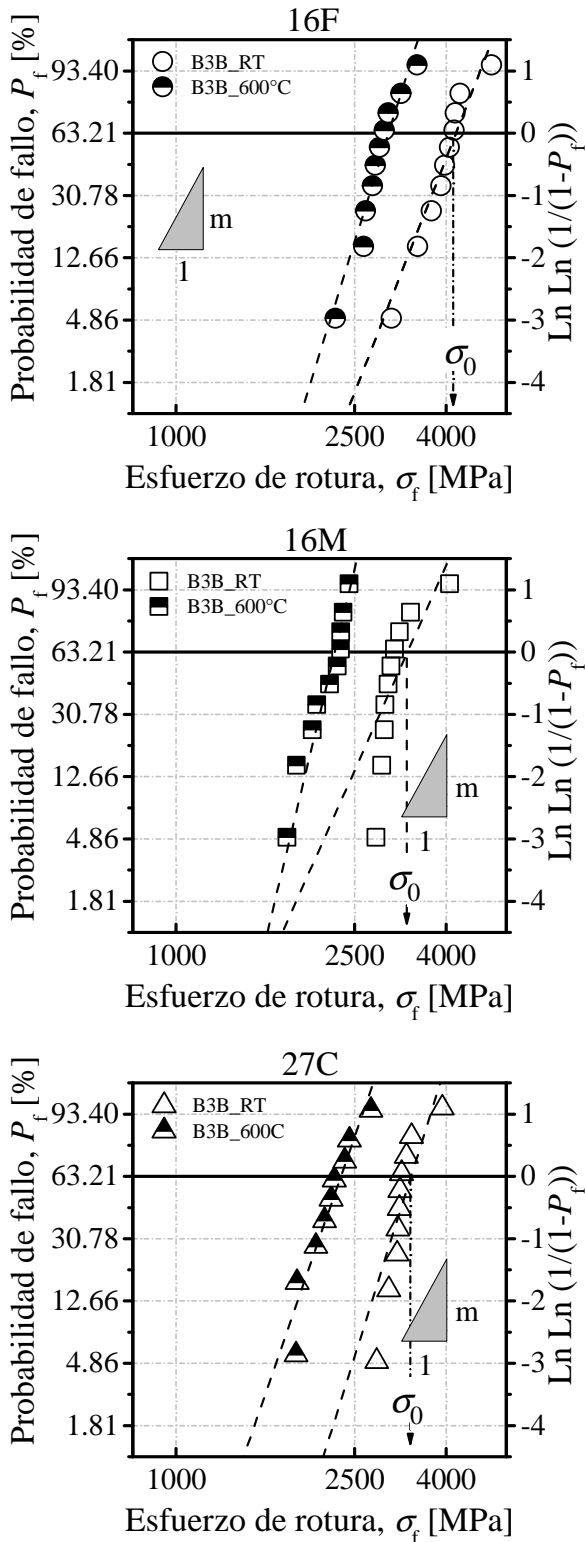


Fig.2 Influencia de la temperatura en la resistencia biaxial: a) 16F, b) 16M, y c) 27C.

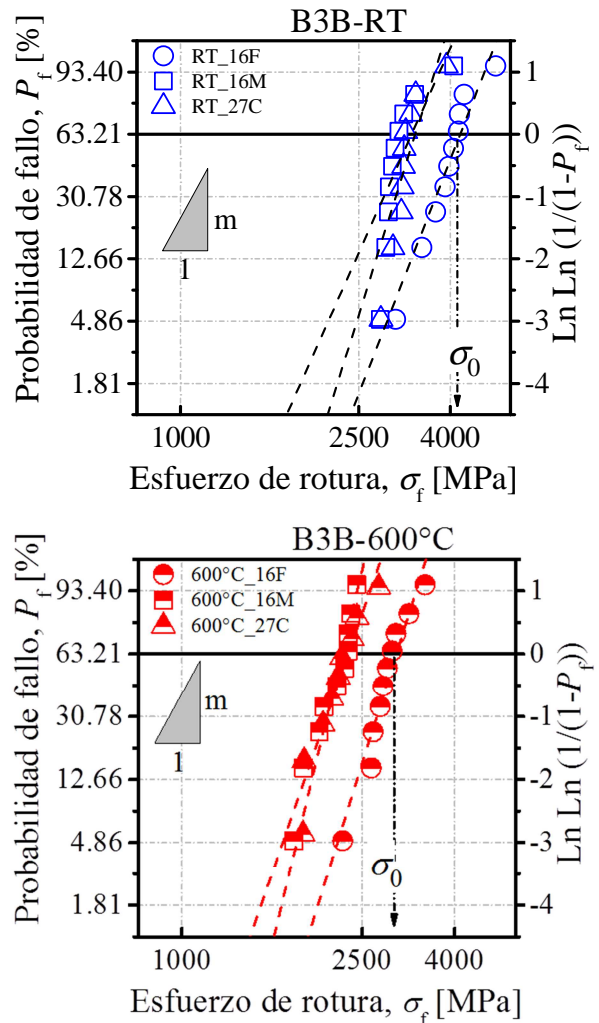


Fig.3 Influencia de la microestructura en la resistencia mecánica, 3B3: a) temperatura ambiente, y b) 600°C.

A pesar que en la literatura se reporta la presencia de fenómenos de oxidación a 500°C [7], es aceptado que las pérdidas de rigidez, resistencia y tenacidad de fractura para carburos cementados comienzan a ser significativas a partir de los 600°C, influyendo el contenido, tamaño y la naturaleza de las fases presentes, la atmósfera oxidante (contenido y flujo de oxígeno), así como el tiempo de exposición [8]. La pérdida de resistencia mecánica se asocia a los productos de oxidación formados (WO_3 y $CoWO_4$) y al desarrollo de defectos microestructurales [9]. En el presente estudio la presencia de fenómenos de oxidación en la superficie de los discos se debe a las condiciones particulares de los ensayos (2h hasta alcanzar los 600°C), autores de este trabajo han reportado pérdidas extremas de resistencia mecánica para 700°C (10 min) [10]. De forma general, al aumentar la temperatura se muestra un ligero incremento de los módulos de Weibull, hecho que se podría atribuir al citado efecto de la oxidación (los defectos que originan la fractura son mayores y más

homogéneos que los defectos de procesamiento). En este escenario, se pueden indicar algunas particularidades relacionadas con el efecto de la microestructura de los WC-Co investigados: **1)** 16F vs 16M (mismo contenido de fase ligante, el efecto de la temperatura en el módulo de *Weibull* es mayor para el metal duro con un tamaño de carburos mayor (mayor área expuesta a la oxidación), siendo en este caso, los defectos asociados a los fenómenos de oxidación más homogéneos (aunque el tamaño de éstos para el 16F, al igual que ocurre a temperatura ambiente, siguen siendo de un tamaño menor), **2)** la influencia de la microestructura en las curvas de probabilidad de fallo es diferente para las dos temperaturas evaluadas, observar en la figura 2 que la influencia de la microestructura es despreciable para temperatura ambiente y defectos naturales grandes (valores bajos de resistencia), no así para los defectos más pequeños (las curvas se separan). En cambio, a 600°C el efecto de la microestructura es homogéneo para toda la población de defectos. En este contexto, otros cambios de forma de las curvas pueden indicarse en la figura 1 (particularmente para la calidad 16M), y **3)** en la calidad 27C (menos contenido de WC), no se aprecian cambios significativos en los valores de *m* (la homogeneidad de los defectos asociados a los fenómenos de oxidación es similar a la de los defectos de procesamiento). Los resultados de este trabajo corroboran las tendencias mostradas por en el trabajo de Basu, et. al. [8], en el que se reporta una mayor oxidación para WC-Co con un contenido de Co menor (mismo tamaño de WC).

Algunos investigadores han indicado la relación que existe entre la energía elástica almacenada durante la rotura, el número de fragmentos asociados al proceso de fractura, la resistencia mecánica (σ_R) y la tenacidad de fractura (K_{Ic}). Relacionando además, estas dos últimas propiedades mecánicas con el área total de fractura mediante la siguiente expresión [11]:

$$\sigma_R = \phi K_{Ic} S_f^{1/2} \quad (2)$$

donde ϕ es el factor de forma, para nuestros materiales y geometría se ha fijado en 1,1. Esta expresión es derivada teóricamente tomando en consideración el balance de la energía micro y macroscópica presente en la propagación de una grieta o la formación de la superficie de fractura. En la figura 4 y la tabla 3 se muestra la relación entre el N_f y la σ_R para las tres calidades de WC-Co y las dos temperaturas evaluadas. El análisis de estos resultados permite indicar que: **1)** independientemente del camino libre medio de la fase ligante, el número de trozos de las muestras rotas a

600°C es menor, indicando una menor energía absorbida durante la rotura y/o la presencia de defectos más grandes y homogéneos, **2)** independientemente de la temperatura, existe una relación directa entre la resistencia mecánica y el número de trozos asociados a la rotura, **3)** si fijamos N_f y la temperatura del ensayo, de forma general se obtienen una relación directa entre la σ_R y K_{Ic} .

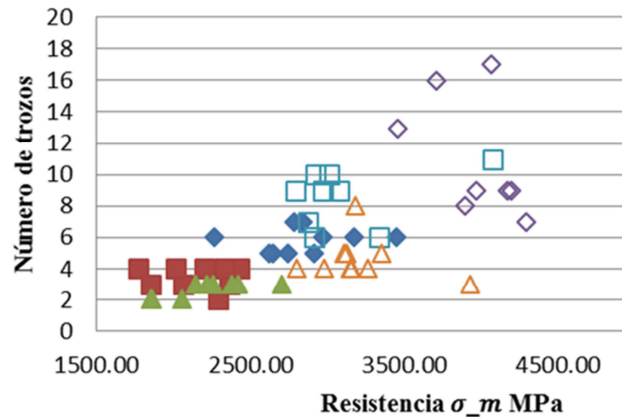


Fig. 4. Relación entre el número de fragmentos de las piezas rotas bajo condiciones de flexión biaxial: influencia de la temperatura y la microestructura. **Nota:** símbolos rellenos (600°C); 16F (rombos), 16M (cuadrados) y 27C (triángulos).

En la figura 5 se presenta la relación entre la resistencia mecánica y la superficie de fractura de los discos ensayados, considerando la dificultad del estudio, el mismo solo se ha realizado con una población de muestras representativa para las tres calidades de material, en términos de rango de N_f y de espesor de los discos seleccionados.

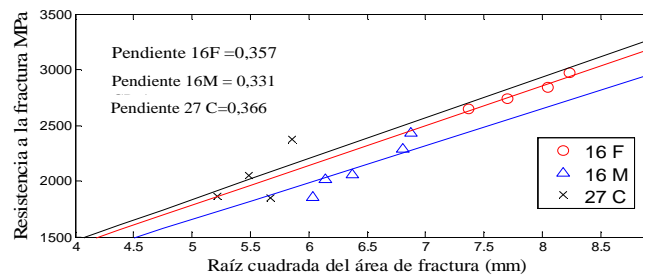



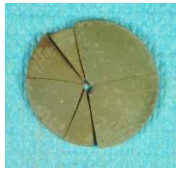

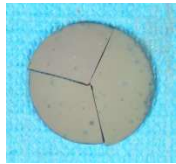
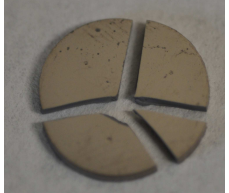

Fig. 5. Relación entre la resistencia mecánica y la raíz cuadrada de la superficie de fractura de los discos. Siendo ϕK_{Ic} , la pendiente de cada curva.

La relación de las pendientes de las curvas permite estimar la relación de las tenacidades de fractura (ver ecuación 2), pudiendo ser comparada con la relación obtenida experimentalmente previamente por los autores con el método SENB [12]. En este contexto la

estimación es satisfactoria, a modo de ejemplo, se obtiene una relación de pendientes de 0,9 para el 16M/27C y de 0,74 para el cociente de K_{Ic} obtenido por SENB. En la figura 6 se muestran los micromecanismos asociados a la fractura de las tres calidades de metal

duro, observándose la presencia de clivaje y productos de oxidación que se han formado durante el tiempo que han estado expuestas las superficies de fractura a alta temperatura (apertura del horno y extracción de los discos).

Tabla 3. Macrografía y número de fragmentos en que rompen los discos ensayados en flexión biaxial

	Macrografía	Número de trozos	Macrografía	Número de trozos
16F		[7-18]		[5-7]
16M		[6-11]		[2-4]
27C		[3-8]		[2-3]

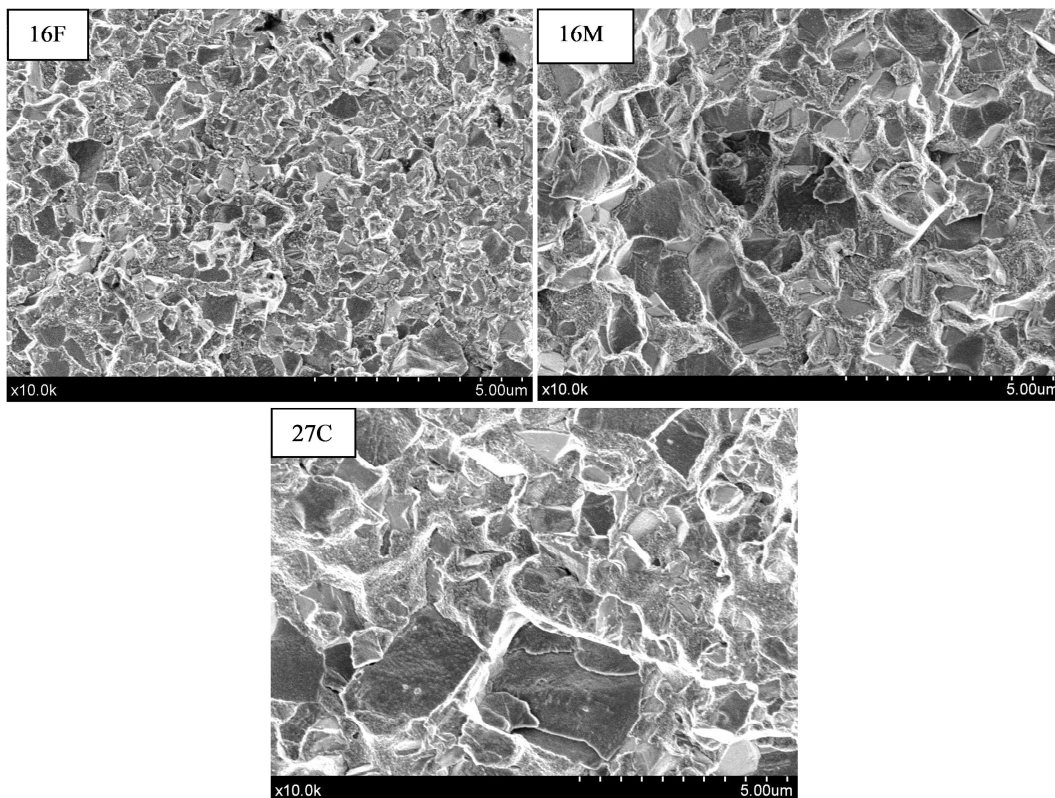


Fig. 6. Imágenes SEM de las superficies de fractura correspondientes a las tres calidades de WC-Co y 600°C.

Se observa la oxidación de los carburos y del cobalto de los dimples. Las imágenes sugieren una oxidación mayor al disminuir el camino libre medio de la fase ligante. Finalmente, en este trabajo se estima la tenacidad de fractura en el marco de la mecánica de la fractura elástica lineal: Por un lado, empleando las áreas de las superficies de fractura ($\phi=1,1$; expresión 2) y por el otro, a partir de los tamaños de defectos que originaron la fractura ($Y=2/\pi$; $K_{Ic}=Y\sigma_R\sqrt{\pi c}$). En la tabla 4 se recogen los valores, los cuales se comparan con los evaluados experimentalmente por los autores en trabajos previos usando el método SENB [12]. Los valores de tenacidad de fractura estimados son inferiores de forma general, es un hecho la dificultad para discernir y medir el origen de la fractura, hecho que se agrava al intentar evaluar la superficie de fractura en discos que almacenan mucha energía durante la fractura (rompen en más trozos).

Tabla 4. Tenacidad de fractura estimada empleando la superficie de fractura y el tamaño de defecto crítico. Comparación con resultados experimentales (SENB).

	SENB [12]	K_{Ic} , estimadas	
		S_f (mm)	$2a$ (μm)
16F	9,2	10,3±0,1	*
16M	10,5	9,5±0,4	10,3
27C	14,7	10,5±0,7	12.5

*No se ha podido medir el tamaño del defecto que originó la fractura.

4. CONCLUSIONES

A partir del estudio de la influencia de la temperatura y la microestructura en la resistencia a flexión biaxial de WC-Co, se pueden extraer las principales conclusiones:

1) El ensayo B3B es un ensayo económico y reproducible, recomendado para evaluar la resistencia mecánica de probetas pequeñas. El uso de la estadística de *Weibull* es el complemento perfecto para discriminar con un cierto grado de confianza la influencia de la microestructura, la temperatura, los tratamientos o recubrimientos, el acabado superficial, etc. En todos los WC-Co investigados, se observa una degradación de la resistencia mecánica aproximadamente del 30%, asociada a los nuevos defectos productos de la oxidación presente para las condiciones termo-mecánicas impuestas.

2) Para las tres calidades y temperaturas evaluadas, se obtiene una correlación directa entre el número de fragmentos y la resistencia mecánica, así como entre

esta última y el área total de fractura. Los valores de resistencia mecánica para un N_i o un S_f dados, siempre son mayores para calidades con una K_{Ic} mayor. Este protocolo abre la posibilidad de construir diagramas para distintos materiales frágiles, pudiendo relacionar sus valores de tenacidad de fractura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo desean agradecer a la Junta de Andalucía por la financiación de este trabajo a través del proyecto Motriz de Excelencia P12-TEP-2622. Además, nos gustaría extender el mismo a los técnicos de laboratorio Jesús Pinto y Mercedes Sánchez. Por su colaboración en la caracterización microestructural y mecánica.

REFERENCIAS

[1] Davidge RW. Mechanical behaviour of ceramics. Cambridge: Cambridge University Press; 1979.

[2] Danzer R. Ceramics: mechanical performance and lifetime prediction. In: Cahn RW, Brook R, editors. Encyclopedia of advanced materials. Oxford: Pergamon Press; 1994.p. 385-98.

[3] Munz D, Fett T. Mechanical properties, failure behavior, materials delection. Berlin:Springer;1999.

[4] Börger A, Supancic P and Danzer R., J. Eur. Ceram. Soc., 22, 1425-1436 (2002)

[5] Danzer R, Harrer W, Supancic P, Lube T, Wang Z and Börger A., J. Eur. Ceram. Soc., 27, 1481- 1485 (2007)

[6] <http://www.isfk.at/de/960/> (accessed on 12.02.13).

[7] EN 843-5. Advanced technical ceramics, monolithic ceramics, mechanical properties at room temperature, Part 5: Statistical analysis. 1997.

[8] Basu S, Sarin V, *Mater. Sci. Eng. A*, 209, 206–212 (1996)

[9] Acchar W, Gomes U, Kayser W, Goring J, *Mater. Charact.*, 43, 27–32 (1999)

[10] Casas B., Ramis X., Anglada M., Salla J.M., Llanes L., *Int J Refract Met Hard Mater.*, 19(2001) 303-309

[11] Yutaka Yanaba, Koji Hayashi, *Materials Science and Engineering A209* (1996) 169 174

[12] Torres Y, Casellas D, Anglada M, Llanes L., *Int J Refract Met Hard Mater* 2001;19(1):27–34.