

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

EFECTO DE LA TEMPERATURA DE SINTERIZACIÓN SOBRE LA TENACIDAD FRACTURA POR INDENTACIÓN DE COMPUESTOS DE WC-6CO ADITIVADO CON TiC Y TaC.

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela

Por los Bachilleres:

López S., Andrés E

Moreno J., Andrea Y

Para optar al Título de Ingeniero Mecánico

Caracas, Julio de 2015

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

EFFECTO DE LA TEMPERATURA DE SINTERIZACIÓN SOBRE LA TENACIDAD FRACTURA POR INDENTACIÓN DE COMPUESTOS DE WC-6CO ADITIVADO CON TiC Y TaC.

Tutor Académico: Dra. Yucelys Santana

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela

Por los Bachilleres:

López S., Andrés E.

Moreno J., Andrea Y

Para optar al Título de Ingeniero Mecánico

Caracas, Julio de 2015



ACTA

Los abajo firmantes, Miembros del Jurado Examinador designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los Bachilleres:

Andrea Moreno y Andrés López

Titulado

*“Efecto de la Temperatura de Sinterización sobre la Tenacidad
Fractura por Indentación de Compuestos de WC-6CO
Aditivado con TiC y TaC”*

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el Plan de Estudios conducente al Título de Ingeniero Mecánico.

Acta se levanta en la ciudad de Caracas, de los veintiún días del mes de julio del año dos mil quince.

Prof. Pedro Cadenas
Jurado



Profa. Yucelys Santana
Tutora

Prof. Crisanto Villalobos
Jurado



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA MECANICA

DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA DE PRODUCCIÓN

Caracas, 21 de julio de 2015.

Prof. Gerardo Ramírez
Jefe de la División de Control de Estudios
Facultad de Ingeniería-UCV
Presente.-

Quienes suscriben, Miembros del Jurado Examinador designado por el Consejo de la Escuela de Ingeniería Mecánica, nos dirigimos a usted con la finalidad de informarle que hemos decidido otorgarle a los Bachilleres:

Br. Andrea Moreno, C.I. 20.652.394
y

Br. Andrés López, C.I.-20.364.614

**MENCIÓN HONORIFICA
TRABAJO ESPECIAL DE GRADO**

Por la excelencia demostrada en la realización del Trabajo Especial de Grado, titulado

*“Efecto de la Temperatura de Sinterización sobre la Tenacidad
Fractura por Indentación de Compuestos de WC-6CO
Aditivado con TiC y TaC”*

Sin otro particular a que hacer referencia, quedamos de usted.

Prof. Pedro Cadenas
Jurado



Prof. Yucelys Santana
Tutora

Prof. Crisanto Villalobos
Jurado

A mis Padres, Hermanos,

Hermana, Amigos y Familia.

Forjadores de la persona que soy.

A mi Alma Mater, UCV.

A mi Amiga de la vida, Andrea.

La mejor compañera de tesis.

Andrés López.

A mis padres por ser el pilar fundamental en todo lo que soy, en toda mi educación, tanto académica, como de la vida, por su incondicional apoyo, los amo.

A mis hermanos, Alejandra y Armando, por estar conmigo y apoyarme siempre, espero poder ser fuente de inspiración y ejemplo en sus vidas, los quiero mucho.

A mi compañero de tesis, por brindarme su amistad, en haber compartido solidaridad, dificultades y alegrías, durante el proceso de este trabajo de grado, superando obstáculos para alcanzar un objetivo en común.

A mi querida UCV.

Andrea Moreno.

AGRADECIMIENTOS

A la ilustre Universidad Central de Venezuela, la casa que vence las sombras, que nos formó como personas integrales a lo largo de esta etapa tan importante en nuestras vidas. Siempre vimos nuestro reloj marcando el rumbo del norte hacia el gran Ávila inspirándonos a continuar para así lograr nuestros éxitos, lo cual es uno de los principales objetivos de nuestra gran casa de estudios.

A la Escuela de Ingeniería Mecánica, pilar fundamental de nuestra elección como vocación y que con orgullo representaremos y enalteceremos durante nuestro período profesional.

A nuestra tutora, Yucelys Y. Santana, por permitirnos llevar a cabo este trabajo con su constante asesoramiento, enseñanza y ayuda.

Al Centro de Ciencia e Ingeniería de Nuevos Materiales y Corrosión (CENMACOR) Coordinado por la Profesora Mariana Staia por el apoyo prestado facilitando el uso de la máquina de pulido y el equipo de microscopía óptica.

Al Laboratorio de Ensayos Mecánicos de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales por permitir el uso del equipo para realizar los ensayos de macroindentación.

A la Empresa Stellram (USA) por haber suministrado las muestras estudiadas.

Al consejo de Desarrollo Científico y Humanístico de la UCV por su apoyo financiero a través de los proyectos PG-08-8741-2013/1 y PG-08-8724-2013/1.

A nuestros profesores y al resto del personal que labora, han sido cinco años de compartir y de recibir enseñanza de cada uno de nuestros profesores, personal administrativo y del resto del personal que de una u otra manera han contribuido en nuestra formación, no podemos nombrarlos a todos, pero los tenemos presentes a cada uno en nuestras mentes. Muy especialmente queremos reconocer a nuestro profesor Dr. Ing. Crisanto Villalobos, quien con su dedicada paciencia y gran espíritu pedagógico colaboró como profesor, amigo y gran director en la consecución de este tema de tutoría que estamos presentando.

A nuestros compañeros y amigos, gratos momentos de compartir diario con nuestros compañeros de clases y muchos de ellos que hoy en día compartimos amistad y que esperamos sean por el resto de nuestras vidas. No puedo dejar de mencionar personalmente al gran equipo Formula SAE y a mi querido y estimado Prof. Ing. José Gómez, quienes me acogieron durante 3 años y donde compartimos grandes experiencias que hoy por hoy siento que han alimentado aún más mi carácter profesional (Los quiero, Andrea).

López S. Andrés E.

Moreno J. Andrea Y.

**“EFECTO DE LA TEMPERATURA DE SINTERIZACIÓN
SOBRE LA TENACIDAD FRACTURA POR INDENTACIÓN DE
COMPUESTOS DE WC-6CO ADITIVADO CON TiC Y TaC”**

**Tutor Académico: Dra. Yucely Santana. Caracas, U.C.V. Facultad de
Ingeniería. Escuela de Ingeniería Mecánica. 2015, 150 pág.**

Palabras clave: Tenacidad de Fractura, Dureza, Carburos Cementados, Inhibidores de Crecimiento de Grano, Temperatura de Sinterización, Carburo de Titanio, Carburo de Tántalo.

RESUMEN

Los materiales de tipo cerámico-metálico surgen de la necesidad de introducir nuevos compuestos que presenten cualidades cerámicas como estabilidad química a elevadas temperaturas, junto con la resistencia mecánica de los materiales metálicos. El presente trabajo especial de grado se llevó a cabo con la finalidad de evaluar el efecto de la temperatura de sinterización y la adición de inhibidores de crecimiento de grano como TiC y TaC en un 0,5% en peso, sobre la microestructura, la dureza y la tenacidad de fractura por indentación de carburos cementados de WC-6Co, los cuales fueron sinterizados al vacío por la compañía Stellram-An Allergheny Technology a distintas temperaturas (1325, 1375, 1400, 1425, 1475, 1525 y 1575°C). La caracterización microestructural de los compuestos volumétricos se estudió empleando técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Microscopía Óptica (MO) y un software de análisis de imágenes (ImageJ) a fin de determinar los parámetros microestructurales, como el tamaño de las partículas de carburo de tungsteno (WC), fracción volumétrica de las fases presentes, contigüidad de la fase de carburo de tungsteno y camino libre medio del aglomerante. Asimismo, la caracterización mecánica de los compuestos se realizó a través de técnicas de indentación convencionales utilizando un indentador Vickers, con el objetivo de

cuantificar la dureza y la tenacidad de fractura con el fin de precisar una correlación de las mismas con la microestructura obtenida de los compuestos. Se encontró que la dureza está relacionada principalmente con el tamaño de grano, la cual disminuye al aumentar el tamaño de partículas de WC. La tenacidad de fractura se ve influida mayormente por el camino libre medio del cobalto manteniendo una relación proporcional entre ellos. Asimismo se comprobó la relación inversa entre la dureza y la tenacidad de los compuestos, entre los cuales el TiC mostró un mejor desempeño como inhibidor de crecimiento de grano en comparación al TaC con tamaños de partícula 23% menores para temperaturas de sinterización mayores a 1425°C, lo cual se traduce en una mayor tenacidad para compuestos con TaC y mayor dureza para aquellos con TiC como aditivo. Se encontró que los refinadores de partículas retienen el decrecimiento rápido de la dureza para temperaturas mayores a 1400°C. La dureza para los compuestos WC-6Co/0,5TiC presentó valores entre 15,43 y 17,07 GPa y en el caso de los compuestos WC-6Co/0,5TaC entre 15,50 y 16,97 GPa. Se determinó la tenacidad de fractura, obteniendo valores entre 10,46 y 12,96 MPa.m^{1/2} para el compuesto WC-6Co/0,5TiC y entre 10,70 y 12,13 MPa.m^{1/2} para WC-6Co/0,5TaC.

López S. Andrés E.

Moreno J. Andrea Y.

**“EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON INDENTATION
FRACTURE TOUGHNESS OF WC-6CO COMPOUNDS WITH
ADDITION OF TiC AND TaC”**

**Academic Advisor: Dra. Yucelys Santana. Caracas, U.C.V. Faculty of
Engineering. Department of Mechanical Engineering. 2015, 150 pag.**

Keywords: Fracture Toughness, Hardness, Cemented Carbides, Grain Growth
Inhibitors, Sintering Temperature, Titanium Carbide, Tantalum Carbide.

ABSTRACT

Ceramic-metal materials arise from the need of new compounds which have ceramic qualities such as chemical stability at elevated temperatures with the mechanical strength of metallic materials. This degree thesis was conducted in order to evaluate the effect of sintering temperature and the addition of grain growth inhibitors such as TiC and TaC in 0.5% weight, on microstructure, hardness and indentation fracture toughness of cemented carbides WC-6CO, vacuum sintered by the company Stellram-An Allergheny Techonology at different temperatures (1325, 1375, 1400, 1425, 1475, 1525 and 1575 ° C). The microstructural characterization of volumetric compounds were studied using Scanning Electron Microscopy (SEM), optical microscopy (OM) and image analysis software (ImageJ) to determine microstructural parameters such as particle size of tungsten carbide (WC), the volume fraction of the phases, contiguity of the tungsten carbide phase and binder mean free path. Likewise, the mechanical characterization of the compounds was made by applying conventional techniques using a Vickers indenter, in order to quantify the hardness and fracture toughness in order to specify a correlation with the microstructure of the compounds. It was found that the hardness is primarily related to the grain size, which decreases when increasing the particle size of WC. The fracture toughness is mostly influenced by the mean free path of cobalt maintaining a

proportional relation. The inverse relationship between hardness and ductility of the compounds showed that TiC has a better performance as grain growth inhibitor than TaC, with particle sizes 23% lower for higher sintering temperatures above 1425°C, which results in increased toughness for compounds with TaC and greater hardness for those with TiC additive. It was found that the particles refiners retain fast decrease in hardness for temperatures above 1400 °C. The hardness for WC-6Co/0,5TiC compounds presents values between 15.43 and 17.07 GPa in the case of WC-6Co/0,5TaC compounds, between 15.50 and 16.97 GPa. Fracture toughness was determined obtaining values between 10.46 and 12.96 MPa. m^{1/2} for compound WC-6Co/0,5TiC and between 10,70 and 12,13 MPa. m^{1/2} for WC-6Co/0,5TaC.

INDICE GENERAL

ACTA.....	iii
RESUMEN.....	viii
ABSTRACT.....	x
LISTA DE FIGURAS	xvi
LISTA DE TABLAS	xxii
NOMENCLAURA	xxiv
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I.....	5
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	5
1.1. ANTECEDENTES	7
1.1.1. ANTECEDENTES HISTÓRICOS	7
1.1.2. ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN	10
1.2. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN	14
1.2.1. OBJETIVO GENERAL.....	14
1.2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	14
CAPÍTULO II	16
2. MARCO TEÓRICO.....	16
2.1. CARBUROS CEMENTADOS	16
2.1.1. Manufactura de los carburos cementados.	16
2.1.2. Aspectos Básicos	18
Fase α (cerámica).....	18
Fase β (metálica)	19
Fase γ	20
Otras fases (η , χ , δ , y κ).....	20
2.1.3. Sinterización.	22
2.1.3.1. Sinterización por Vacío:	22
2.1.3.2. Efecto de la temperatura y tiempo de sinterización.	23
2.1.4. Aplicaciones.....	23
2.1.4.1. En operaciones de corte	24
2.1.4.2. Herramientas para minería y construcción	25
2.1.4.3. Aplicaciones en el conformado de aleaciones metálicas	25

2.1.4.4.	Aplicaciones como componentes estructurales	26
2.2.	CARBURO DE TUNGSTENO (WC)	26
2.2.1.	Factores que influyen en las propiedades de compuestos a base de carburo de tungsteno.27	
2.2.2.	Aleaciones de carburo de tungsteno cobalto (WC-Co).....	28
2.2.3.	Diagrama de fase del WC-Co	29
2.3.	PARÁMETROS MICROESTRUCTURALES.....	30
2.3.1.	Microestructura.....	30
2.3.1.1.	Tamaño de grano de carburo	32
2.3.1.2.	Fracción volumétrica de cobalto.....	34
2.3.1.3.	Fracción volumétrica de WC.....	34
2.3.1.4.	Camino libre medio del aglomerante.....	34
2.3.1.5.	Contigüidad	35
2.4.	DENSIDAD	37
2.4.1.	Método de Arquímedes.....	38
2.4.1.1.	Densidad de sólidos.....	39
2.5.	POROSIDAD	40
2.6.	PROPIEDADES MECÁNICAS	40
2.6.1.	Módulo de Elasticidad	41
2.6.2.	Dureza.....	42
2.6.2.1.	Indentación Vickers.....	44
2.6.3.	Tenacidad de Fractura.....	45
2.7.	CARBURO DE TITANIO (TiC)	51
2.8.	CARBURO DE TÁNTALO (TaC).....	52
	CAPÍTULO III.....	53
3.	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	53
3.1.	OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS.....	54
3.1.1.	Muestras Volumétricas	54
3.1.2.	Preparación Metalográfica	55
3.1.3.	Microscopía óptica.....	58
3.2.	CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	60
3.2.1.	Porosidad	60
3.2.2.	Densidad	60
3.2.3.	Ataque químico.....	62

3.2.4.	Microscopía Electrónica de Barrido.....	63
3.2.5.	Determinación de parámetros microestructurales a partir del software ImageJ. 64	
3.2.6.	Contigüidad de las partículas de WC.....	73
3.2.7.	Camino libre medio de la fase aglomerante de Co.....	73
3.3.	CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LAS MUESTRAS	74
3.3.1.	Determinación de la Dureza.....	74
3.3.2.	Determinación del Módulo de Elasticidad	75
3.3.3.	Determinación de la Tenacidad de Fractura.....	78
3.3.3.1.	Carga aplicada para calcular la tenacidad de fractura.....	80
3.3.3.2.	Carga aplicada y medición de longitudes de grietas.	81
3.3.3.3.	Determinación del tipo de agrietamiento.	81
	CAPÍTULO IV	83
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	83
4.1.	DENSIDAD	83
4.2.	POROSIDAD	85
4.3.	CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	89
4.3.1.	Espectroscopía por dispersión en la energía de rayos X (EDX)	93
4.3.2.	Cuantificación de los parámetros microestructurales.....	95
4.4.	PROPIEDADES MECÁNICAS	103
4.4.1.	Dureza.....	103
4.4.2.	Módulo de Elasticidad	110
4.4.3.	Tenacidad de Fractura.....	112
4.5.	RELACIÓN DE PARÁMETROS MICROESTRUCTURALES Y PROPIEDADES MECÁNICAS.....	125
4.5.1.	Correlación entre la dureza y el tamaño de grano de WC.....	126
4.5.2.	Correlación entre la dureza y la contigüidad.....	128
4.5.3.	Correlación entre la dureza y el camino libre medio del aglomerante.....	130
4.5.4.	Correlación entre la tenacidad de fractura y el tamaño de grano de WC.....	132
4.5.5.	Correlación entre la tenacidad de fractura y la contigüidad.....	134
4.5.6.	Correlación entre la tenacidad de fractura y el camino libre medio del aglomerante.	136
4.5.7.	Desempeño de los inhibidores de crecimiento de grano en compuestos volumétricos de WC-6Co.	138

4.5.8. Comparación de las propiedades mecánicas entre compuestos volumétricos de WC-6Co, WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC	141
CAPÍTULO V	144
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	144
5.1. CONCLUSIONES	144
5.2. RECOMENDACIONES	146
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	147

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Proceso de fabricación de los carburos cementados, WC-Co.	17
Figura 2.2 Celdas unidad del cobalto: empaquetamientos compactos hexagonal hcp (a) y cúbico fcc (b).	20
Figura 2.3. Microestructura de un grano WC-Co.	21
Figura 2.4. Microestructura de un grano con contenido de fase γ	21
Figura 2.5. Curva típica del ciclo temperatura respecto al tiempo para la sinterización de los carburos cementados.	22
Figura 2.6. Aplicaciones de WC-Co determinado en base al tamaño de grano y el contenido de cobalto.	24
Figura 2.7. Diagrama de fase ternario WC-Co. Sección isotérmica a 1400°C.	29
Figura 2.8. (a) Diagrama pseudobinario de WC-Co, (b) Encogimiento durante la sinterización vs. Temperatura para WC-6Co.	30
Figura 2.9. Clasificación de WC-Co según el tamaño partícula.	31
Figura 2.10. Representación esquemática de WC-Co ilustrando los parámetros microestructurales, donde λ_0 es el recorrido medio libre de la fase ligante, d_{WC} es el tamaño de grano y C_{WC} es la contigüidad.	32
Figura 2.11. Clasificación de los WC-%Co según el tamaño de grano.	33
Figura 2.12. Densidad en función del contenido de Co. (solo metales duros de WC-Co).	38
Figura 2.13 Fuerzas de empuje total sobre el sólido.	38
Figura 2.14 Diagrama de cuerpo libre del sólido sumergido.	38
Figura 2.15. Dependencia de la dureza de los carburos cementados WC-Co con el tamaño de grano de la fase carburo para distintos contenidos de cobalto.	44
Figura 2.16. A la izquierda se presenta el esquema de un penetrador Vickers. La profundidad de penetración es 1/7 de la diagonal. A la derecha se puede observar una micrografía de una huella tras la indentación.	45
Figura 2.17. a) Grieta Palmqvist b) Grieta mediana radial.	46
Figura 2.18. Tenacidad a la fractura respecto al camino libre medio de cobalto, [Coureaux, 2013].	49

Figura 2.19 Esfuerzo de rotura transversal de carburos cementados WC-TiC-10wt%Co en función de la variación del tamaño de grano [Kyong et al 2004].	51
Figura 3.1. Diagrama de flujo del procedimiento experimental.	53
Figura 3.2 Muestras de los compuestos volumétricos de WC-6Co/0,5TiC y WC-6Co/0,5TaC facilitadas por la empresa Stellram-An Allergheny Techonology Company.	55
Figura 3.3 Desbastadora y pulidora marca BUEHLER modelo MetaServ 2000.....	57
Figura 3.4 Discos y suspensiones utilizados para la preparación metalográfica de las muestras volumétricas.....	57
Figura 3.5. Limpieza por ultrasonido.....	58
Figura 3.6 Microscopio óptico marca Olympus PMG 3 Japan.....	59
Figura 3.7 Software PaxCam modelo PX-CMB integrado al Microscopio óptico.....	59
Figura 3.8 Balanza marca Denver Instrument modelo APX-200.	61
Figura 3.9 Procedimiento de medición del volumen desplazado por cada muestra volumétrica con el uso de un cilindro graduado.	61
Figura 3.10 Procedimiento del ataque químico realizado a las muestras de menor temperatura para ambos compuestos.	62
Figura 3.11 Microscopio Electrónico de Barrido marca Jeol modelo JSM-6390 con sistema de adquisición de imágenes modelo INCA de Oxford Instruments.....	63
Figura 3.12 Proceso de metalización por plasma.....	64
Figura 3.13 Fotomicrografía del compuesto WC/6Co/0.5TiC, obtenida mediante SEM, a una magnificación de 15.000X.....	65
Figura 3.14 Selección de la fotomicrografía a ser analizada mediante el software ImageJ	65
Figura. 3.15 Calibración de la escala mediante el uso de la micromarca como referencia (1µm). Relacionando la cantidad de pixeles por micrómetro para una fotomicrografía obtenida mediante MEB a un aumento de 15.000X.	66
Figura. 3.16 Procedimiento para cortar una fotomicrografía con el software ImageJ, haciendo uso de la herramienta Crop.	67
Figura.3.17 Proceso de reducción de ruido de una fotomicrografía tomada mediante MEB a un aumento de 15000X a través de la opción “Remove Outliers”.....	68
Figura 3.18 Aplicación del umbral mediante la opción “Threshold” para conseguir una imagen binaria, a partir de una fotomicrografía con una magnificación de 15000X.....	69
Figura. 3.19 Imagen binaria resultante al aplicar el umbral a través del método “Threshold” realizado a una fotomicrografía con aumento de 15000X.	70

Figura. 3.20 Método para invertir la imagen binaria obtenida luego de aplicar el umbral del software ImageJ a través de la opción “Invert” sobre una fotomicrografía con un aumento de 15000X.....	71
Figura. 3.21 Resultados obtenidos luego de aplicar el analizador de partículas del software ImageJ a una fotomicrografía con un aumento de 15000X.	72
Figura 3.22 Durómetro Buehler modelo 1105.	74
Figura 3.23 Macrodurómetro marca Buehler modelo FV700.....	76
Figura 3.24 Recuperación elástica de una indentación Knoop y geometría del indentador piramidal Knoop.	77
Figura 3.25 Modo de agrietamiento en una indentación: (a) tipo Palmqvist y (b) tipo mediana radial o Half-Penny.	78
Figura 3.26 Durómetro universal marca Wolpert.	81
Figura 4.1 Procedimiento para determinar la porosidad mediante el software ImageJ a partir de una fotomicrografía tomada mediante microscopía óptica con un aumento de 200X	86
Figura 4.2 Porcentaje de porosidad para los compuestos volumétricos WC/6%Co/0,5TiC y WC/6%Co/0,5TaC en función de la temperatura de sinterización.	89
Figura 4.3 Fotomicrografías obtenidas por MEB-BSE a 10000x de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC obtenidos a las temperaturas de sinterización: (a) 1325°C, (b) 1375°C, (c) 1400°C, (d) 1425°C.	90
Figura 4.3 Fotomicrografías obtenidas por MEB-BSE a 10000x de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC obtenidos a las temperaturas de sinterización (a) 1475°C, (b) 1525°C y (c) 1575°C.	91
Figura 4.4 Fotomicrografías obtenidas por MEB-BSE a 10000x de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TaC obtenidos a las temperaturas de sinterización: (a) 1325°C, (b) 1375°C, (c) 1400°C, (d) 1425°C.	92
Figura 4.4 Fotomicrografías obtenidas por MEB-BSE a 10000x de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TaC obtenidos a las temperaturas de sinterización (a) 1475°C, (b) 1525°C y (c) 1575°C.	93
Figura 4.5 Análisis por EDX del compuesto sinterizado con inhibidor de TiC: (a) Fotomicrografía obtenida por MEB-BSE, (b) Contenido semicuantitativo en % en peso y atómico de los elementos, (c) Espectro de los elementos presentes.	94

Figura 4.6. Análisis por EDX del compuesto sinterizado con inhibidor de TaC: (a) Fotomicrografía obtenida por MEB-BSE, (b) Contenido semicuantitativo en % en peso y atómico de los elementos, (c) Espectro de los elementos presentes.	95
Figura 4.7 Tamaño de grano del WC en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TiC.	97
Figura 4.8 Fracción volumétrica del WC y CO en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TiC.....	98
Figura 4.9. Contigüidad del WC en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TiC.	98
Figura 4.10 Camino libre medio del Co en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TiC.	99
Figura 4.11 Tamaño de grano del WC en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TaC.....	101
Figura 4.12 Fracción volumétrica del WC y CO en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TaC.....	101
Figura 4.13 Camino libre medio del Co en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TaC.....	102
Figura 4.14 Contigüidad del WC en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TaC.....	102
Figura 4.15 Fotomicrografías de las huellas producidas por el indentador Vickers obtenidas por microscopía óptica a 200X, para los compuestos de WC-6Co aditivados con 0,5%TiC: (a) 1325 °C, (b) 1375 °C, (c) 1400 °C, (d) 1425 °C.....	103
Figura 4.15 Fotomicrografías de las huellas producidas por el indentador Vickers obtenidas por microscopía óptica a 200X, para los compuestos de WC-6Co aditivados con 0,5%TiC: (a) 1475 °C, (b) 1525 °C, (c) 1575 °C.....	104
Figura 4.16 Fotomicrografías de las huellas producidas por el indentador Vickers obtenidas por microscopía óptica a 200X, para los compuestos de WC-6Co aditivados con 0,5%TaC: (a) 1325 °C, (b) 1375 °C, (c) 1400 °C, (d) 1425 °C.	105
Figura 4.16 Fotomicrografías de las huellas producidas por el indentador Vickers obtenidas por microscopía óptica a 200X, para los compuestos de WC-6Co aditivados con 0,5%TaC: (a) 1475 °C, (b) 1525 °C, (c) 1575 °C.	106

Figura 4.18 Ejemplo de las fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Knoop obtenida por microscopía óptica a 200X, para el compuesto de WC-6Co-0,5TaC sinterizados al vacío a 1575 °C.	110
Figura 4.19 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers de las pruebas de tenacidad a la fractura obtenidas por microscopía óptica a 100X, para los compuestos de WC-6Co-0,5TiC sinterizados al vacío: (a) 1325 °C, (b) 1375 °C, (c) 1400 °C, (d) 1425 °C.	113
Figura 4.19 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers de las pruebas de tenacidad a la fractura obtenidas por microscopía óptica a 100X, para los compuestos de WC-6Co-0,5TiC sinterizados al vacío: (a) 1475 °C, (b) 1525 °C, (c) 1575 °C.	114
Figura 4.20 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers de las pruebas de tenacidad a la fractura obtenidas por microscopía óptica a 100X, para los compuestos de WC-6Co-0,5TaC sinterizados al vacío: (a) 1325 °C, (b) 1375 °C, (c) 1400 °C, (d) 1425 °C.	115
Figura 4.20 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers de las pruebas de tenacidad a la fractura obtenidas por microscopía óptica a 100X, para los compuestos de WC-6Co-0,5TaC sinterizados al vacío: (a) 1475 °C, (b) 1525 °C, (c) 1575 °C.	116
Figura 4.21 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers obtenidas por microscopía óptica a 100X luego de la remoción de capas, morfología de agrietamiento tipo Palmqvist de los compuestos de WC-6Co-0,5TiC sinterizados al vacío: (a) 1325 °C, (b) 1575 °C.	117
Figura 4.22 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers obtenidas por microscopía óptica a 100X luego de la remoción de capas, morfología de agrietamiento tipo Palmqvist de los compuestos de WC-6Co-0,5TaC sinterizados al vacío: (a) 1325 °C, (b) 1575 °C.	118
Figura 4.23 Variación de la tenacidad a la fractura por indentación en función de la temperatura de sinterización para los compuestos volumétricos de WC-6%Co-0,5%TiC y WC-6%Co-0,5%TaC y WC-6%Co [Arcuri, 2014].	123
Figura 4.24 Relación de la Tenacidad a la Fractura y la Dureza para los compuestos: a) WC-Co-0,5TiC, b) WC-Co-0,5TaC.	124
Figura 4.25 Relación de la dureza con el tamaño de partículas de WC a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.	127

Figura 4.26. Relación de la dureza con la contigüidad a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.	129
Figura 4.27 Relación de la dureza con el camino libre medio de Co a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.	131
Figura 4.28 Relación de la tenacidad de fractura con el tamaño de grano a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.	133
Figura 4.29 Relación de la tenacidad de fractura con la contigüidad a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.	135
Figura 4.30 Relación de la tenacidad de fractura con el camino libre medio de CO a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.	137
(a).....	143
(b).....	143
Figura 4.31 Comparación de las propiedades mecánicas de compuestos volumétricos a base de WC-Co con y sin inhibidores de crecimiento de grano (TiC, TaC): a) Dureza, b) Tenacidad de Fractura.....	143

LISTA DE TABLAS

¡Error! Marcador no definido.

Tabla 2.1. Propiedades de los componentes del WC-Co. Tomado de Roebuck B., 1995.	27
Tabla 2.2 Resultados de los parámetros microestructurales de un compuesto de WC-6Co con diferentes temperaturas de sinterización [Arcuri 2014].	37
Tabla 2.3 Resultados de tenacidad de fractura según los dos modelos para un modo de grieta tipo Palmqvist, de un compuesto de WC-6Co, con diferentes temperaturas de sinterización [Arcuri 2014].	50
Tabla 2.4. Propiedades del Carburo de Titanio (TiC) y el Nitruro de Titanio (TiN)	51
Tabla 3.1 Dimensiones de las Muestras Volumétricas.	54
Tabla 3.2 Composición y temperaturas de sinterización de las muestras.	55
Tabla 3.3 Secuencia de preparación metalográfica para los materiales volumétricos a base de WC.	56
Tabla 4.1. Valores de densidad para compuestos de WC-6Co/0.5TiC según la temperatura de sinterización.	84
Tabla 4.2. Valores de densidad para compuestos de WC-6Co/0.5TaC según la temperatura de sinterización.	85
Tabla 4.3 Porosidad en compuestos de WC-6Co/0.5TiC	86
Tabla 4.4 Porosidad en compuestos de WC-6Co/0.5TaC.....	87
Tabla 4.5 Resultados de los parámetros microestructurales de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0.5%TiC.	97
Tabla 4.6 Resultados de los parámetros microestructurales de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0.5%TaC.....	100
Tabla 4.7 Resultados de las pruebas de dureza para los compuestos WC-6Co-0,5TiC.....	108
Tabla 4.8 Resultados de las pruebas de dureza para los compuestos WC-6Co-0,5TaC.	108
Tabla 4.9 Resultados de las pruebas de indentación Knoop para los compuestos WC-6Co-0,5TiC.	111
Tabla 4.10 Resultados de las pruebas de indentación Knoop para los compuestos WC-6Co-0,5TaC.....	112
Tabla 4.11 Parámetros para la determinación de la tenacidad de fractura del compuesto WC-%6Co-0,5TiC para las distintas temperaturas de sinterización.....	119

Tabla 4.12. Parámetros para la determinación de la tenacidad de fractura del compuesto WC-6%Co-0,5TaC para las distintas temperaturas de sinterización.	119
Tabla 4.13 Resultados de las pruebas de tenacidad de fractura por indentación de los compuestos volumétricos WC-6%Co-0,5TiC.....	121
Tabla 4.14 Resultados de las pruebas de tenacidad de fractura por indentación de los compuestos volumétricos WC-6%Co-0,5TaC.....	122

NOMENCLAURA

WC	Carburo de Tungsteno	ΔE	Variación de energía
Co	Cobalto	SEM/ MEB	Microscopía electrónica de Barrido
TiC	Carburo de Titanio	BSE	Electrones retrodispersados
TaC	Carburo de Tántalo	MO	Microscopio Óptico
NbC	Carburo de Niobio	MA	Aleación Mecánica
Ni	Níquel	EDS	Espectroscopia dispersiva de electrones
TiN	Nitruro de Titanio	α	Fase cerámica
V	Vanadio	β	Fase metálica
VC	Carburo de Vanadio	γ	Fase cúbica
Cr	Cromo	η	Fase nociva eta
Li	Litio	V	Fracción de volumen
Na	Sodio	C	Contigüidad
K	Potasio	λ	Camino libre medio
Sn	Estaño	L^*	Tamaño de grano
Mo	Molibdeno	p	Peso real
Si	Silicio	Pa	Peso Aparente
Al	Aluminio	E	Fuerza de empuje
P	Fósforo	m	Masa
C	Carbono	v	Volumen
HNO ₃	Ácido nítrico	ρ	Densidad
H ₂ O ₂	Peróxido de hidrógeno	g	Gravedad
P	Carga aplicada	K_{Ic}	Tenacidad de Fractura
E	Módulo de elasticidad	HV	Dureza Vickers

INTRODUCCIÓN

Al estudiar la respuesta mecánica de un material pueden distinguirse tres regímenes: régimen elástico, régimen plástico y finalmente la fractura. La importancia de este último régimen mecánico es evidente ya que la fractura supone el final de la vida útil de una pieza. Entender el origen de este fenómeno es de vital importancia para el diseño de todo tipo de estructuras en ingeniería. Cualquier fallo en el diseño de una pieza por no tener en cuenta las propiedades de fractura del material puede ser catastrófico. Además, las pérdidas anuales por fractura de piezas y estructuras industriales son millonarias, lo que justifica el interés de estudiar este fenómeno para intentar minimizar estos fallos.

La tenacidad de fractura es una medida de la habilidad que tiene un material de resistir el crecimiento de una grieta o falla pre-existente. Este parámetro es ampliamente utilizado para diseñar estructuras y elementos que permanezcan seguros ante las fallas. Algunas veces, estructuras, herramientas y elementos mecánicos que fueron diseñados para evitar excesivas deformaciones elásticas y plásticas, fallan de manera inesperada debido a una fractura rápida. En fallos de barcos y puentes con soldaduras, tuberías de gas o depósitos sometidos a elevadas presiones internas, engranajes, transmisiones y herramientas para mecanizado es común la presencia de grietas, generadas frecuentemente por imperfecciones en la soldadura o en el material en sí. La fractura rápida se debe al crecimiento de grietas preexistentes que se hacen repentinamente inestables. Comúnmente la elaboración de componentes mecánicos se enfoca principalmente en el diseño contra fatiga en el caso dinámico o contra fracturas debido a cargas estáticas. Por su parte las fracturas frágiles no son tan comunes como las de fatiga o de plastificación generalizada, pero cuando ocurren, son normalmente fatales y suponen importantes daños materiales y en algunos casos inclusive pérdidas de vidas humanas.

En ese orden de ideas, uno de los campos esenciales para la Ingeniería Mecánica, como lo es el diseño; entre ellos diseño de máquinas, mecanismos, estructuras, plantas industriales, entre otros, requieren del uso de herramientas y materiales de distintas especies para la concepción del elemento pensado; de lo contrario, el diseño sería sólo una idea que queda en el papel o la mente del diseñador. Uno de los procesos de manufactura más comunes en la industria es el mecanizado, y en él las herramientas de corte juegan un papel fundamental, éstas son sometidas a grandes niveles de desgaste, por ello se requiere de materiales que resistan estas condiciones de trabajo, como los carburos cementados.

Los carburos cementados son compuestos obtenidos a partir de polvos finos de partículas duras de carburos de metales refractarios como tungsteno, cromo, titanio y tántalo, sinterizados con un material metálico como cobalto, hierro o níquel, formando una aleación de alta dureza, elevada resistencia a la compresión y al desgaste. Los carburos cementados son utilizados en aplicaciones de metalmecánica gracias a las propiedades intrínsecas que aportan, una combinación de alta resistencia a la compresión, resistencia a la abrasión, alto módulo de elasticidad, buena resistencia al impacto y shock, además de la capacidad de tomar y retener un excelente acabado superficial.

Los materiales compuestos de tipo cerámico-metálico surgen de la necesidad de introducir nuevos compuestos que presenten cualidades cerámicas como buena estabilidad química a elevadas temperaturas junto con las propiedades mecánicas de los materiales metálicos. De esta manera, se hace posible incrementar el espectro de aplicaciones de estos nuevos desarrollos, para la fabricación de herramientas de corte y taladros, sellos y juntas, celdas de combustible, turbinas de motores a reacción, etc.

Actualmente, la calidad y evolución en los carburos cementados aplicados a actividades de ingeniería son de vital importancia, uno de los compuestos más empleados sobre todo en herramientas de corte son los WC-Co. A través de los años, el WC-Co con una composición determinada se ha modificado para producir una variedad de carburos cementados con la implementación de otros aditivos que van

desde tántalo, titanio, níquel, entre otros, que actúan en algunos casos como inhibidores de crecimiento de grano mejorando las propiedades microestructurales para un mejor desempeño de las propiedades mecánicas de estos materiales. De la misma forma con un contenido en peso de cobalto fijo, y una temperatura variable pueden ser obtenidas mejoras en las propiedades necesarias para su utilización en la industria.

En el siguiente trabajo se estudiará en particular el compuesto de carburo de tungsteno con 6% de cobalto y aditivos de titanio y tántalo, WC-6Co/TiC y WC-6Co/TaC respectivamente. Para ello se desarrollará una metodología experimental que permita evaluar el efecto de la temperatura de sinterización sobre la microestructura resultante así como la dureza y tenacidad de fractura por indentación del compuesto, de manera tal que permita establecer la temperatura de sinterización adecuada según las condiciones de trabajo.

El ImageJ es una herramienta interesante para el procesamiento de imágenes. El mismo permite realizar operaciones sencillas sobre iconografías como ajustar el contraste, transformar una imagen a color en una imagen blanco y negro, además de efectuar operaciones más sofisticadas sobre las imágenes como por ejemplo resaltar algunos detalles y ocultar otros a comodidad del investigador, este programa será usado en esta investigación para determinar los parámetros microestructurales de los compuestos. El uso de este software se debe a la fácil dinámica que proporciona el mismo con el usuario ⁽¹⁾. Por otra parte el estudio del tipo de agrietamiento obtenido por ensayos de indentación Vickers permitirá aplicar el modelo de tenacidad más conveniente con el que se determinará así la tenacidad de fractura.

Con todo esto se busca estudiar la variación de las propiedades microestructurales y mecánicas debido a la variación de la temperatura en el proceso de sinterización al vacío de los compuestos volumétricos de carburos de tungsteno cobalto (WC-Co) con la finalidad de establecer los parámetros adecuados a las aplicaciones, lo que comprendería un ahorro en los costos de producción. Por ello en la actualidad las líneas de investigación buscan controlar la variación de parámetros

en producción que permitan crear materiales con propiedades mejoradas, para su aplicación en áreas como tecnología aeroespacial, la industria de procesos químicos como petróleo y gas, medicina e industrias de energía eléctrica.

CAPÍTULO I

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los carburos cementados basados en WC-Co desarrollados comercialmente desde hace ochenta años, son materiales atractivos para muchas aplicaciones industriales debido a una combinación de propiedades mecánicas y físicas, estabilidad química y a su excelente resistencia al desgaste. Sin embargo, el avance industrial, que demanda cada día sistemas de mecanizado de alta precisión más eficientes o materiales con mayores resistencias al desgaste, ha motivado el desarrollo de composiciones donde carburos cúbicos tales como el TiC, TaC y NbC o mezclas de carburos, sean adicionados para mejorar las propiedades de estabilidad térmica y química microestructural.

La metalografía estudia la estructura interna de los metales y de sus aleaciones y relaciona esa estructura con sus propiedades mecánicas. Para poder obtener las relaciones entre la composición química de los metales o aleaciones con sus respectivas propiedades físicas, es necesario estudiar varias materias de forma separada, entre estas se encuentran ensayos mecánicos y observaciones tanto macro como microscópicas.

La importancia de cubrir esta área viene dada por la misma necesidad que existe de mejorar en la calidad tanto los materiales para el diseño de mecanismos, en este caso insertos para herramientas de corte, pudiendo lograr una confiabilidad a largo plazo del inserto. Cabe recordar que un desgaste excesivo de estos puede provocar mayores gastos económicos de mantenimiento y disminución de la vida útil de las piezas involucradas en los procesos de mecanizado.

La temperatura de sinterización comúnmente utilizada para la fabricación de estos compuestos volumétricos es 1400°C, la cual corresponde con el punto de fusión de W-C-Co y el eutéctico de Co-C. Promoviendo varios factores que favorecen la densificación y son sensibles a la temperatura de sinterización.

Existen muchos trabajos que abarcan la variación del contenido de cobalto y su influencia en ciertos parámetros microestructurales y en algunos pocos casos en las propiedades mecánicas, sin embargo la variación de la temperatura de sinterización junto con la adición de carburos cúbicos no ha obtenido la relevancia que merece en el campo de investigaciones científicas dirigidas al área de la metalografía.

De acuerdo a lo anteriormente expuesto, en el presente estudio se pretende evaluar el comportamiento del material WC-6Co, aditivados con una concentración del 0.5% de TiC y TaC en distintas temperaturas de sinterización al vacío.

1.1.ANTECEDENTES

1.1.1. ANTECEDENTES HISTÓRICOS

Los materiales cerámicos han estado presentes en la historia del hombre desde hace milenios para fines muy diversos, desde aplicaciones puramente decorativas como las porcelanas, hasta elementos de construcción ⁽²⁾. No obstante, al contrario de lo que ocurrió con los metales, a los materiales cerámicos, y debido a su fragilidad intrínseca, nunca se les llegó a considerar importantes a nivel estructural. Las principales aplicaciones estructurales, con cierta innovación tecnológica, de los materiales cerámicos no tradicionales no pasaban a principios de siglo de su uso como material refractario en las fundiciones de los altos hornos. Fue sólo a partir de principios del siglo XX cuando por necesidad de la industria eléctrica se mejoraron ciertas propiedades mecánicas de los cerámicos ⁽³⁾. En los años veinte se consigue aumentar la resistencia mecánica de un aislante eléctrico mediante un proceso de enfibrado ⁽⁴⁾. Fue en los años cincuenta con la aparición de la cerámica de óxidos (Al_2O_3 , ZrO_2 , BeO , MgO) cuando los materiales cerámicos empezaron a atraer el interés de un número importante de investigadores que especularon sobre su aplicación en motores de aviones, y en ambientes agresivos (altas temperaturas y ambientes corrosivos). Este hecho coincidió en el tiempo con el descubrimiento de que muchos materiales cerámicos se podían obtener en forma de “whiskers” pequeñas fibras prácticamente libres de defectos que pueden soportar cargas extremadamente altas. Con estas ideas se empezó en los sesenta a desarrollar las bases necesarias (nivel de adherencia fibra-matriz y resistencia de cada una de ellas) para obtener materiales cerámicos de alta resistencia reforzados por fibras. En paralelo se hicieron importantes progresos en el transcurso de obtención y procesado, lo que mejoró de forma sustancial las propiedades de los materiales monolíticos. Durante este período también se probó utilizar hilos finos de metal para el reforzamiento de los materiales cerámicos, pero se encontró que el resultado no era beneficioso en general, ya que la gran elongación debida a la ductilidad del metal permitía a la matriz agrietarse fácilmente.

El desarrollo inicial de carburos cementados y sinterizados ocurrió en Alemania en la década de 1920. Aunque los acontecimientos que conllevaron al desarrollo se remontan a 1907 cuando General Electric había conseguido, gracias al trabajo del ingeniero William Coolidge, desarrollar filamentos de wolframio. Esto permitió sustituir al rutenio y al osmio en la fabricación de bombillas. Pero el wolframio resultó ser muy abrasivo, por lo que para el trefilado de los filamentos de bombillas se debía emplear diamante natural en las trefilas. Sin embargo los núcleos de diamante eran un problema debido al alto costo de la materia prima y a la dificultad de encontrarlos en la Alemania de la postguerra, tras la pérdida de las colonias sudafricanas. Así que sobre 1920 el ingeniero Karl Schröter, junto a su ayudante Baumhauer, comenzaron la búsqueda de un sustituto. No sería hasta el año 1923 cuando ingenieros de la fábrica berlinesa de bombillas OSRAM (licenciada por General Electric) lograron sintetizar un producto a base de carburo de wolframio utilizando como aglomerante un 10% de cobalto. El cobalto dio tenacidad a la aleación resultante lo que permitía su uso industrial. Por ello el éxito de este primer “Metal Duro” fue inmediato. Aunque caro de producir, era mucho más económico que el diamante, y más tenaz. Su menor resistencia al desgaste quedaba compensada por su resistencia a la rotura. Al no tener el equipo para explotar este material a escala industrial, Osram vende la licencia de Krupp a finales de 1925. Krupp quiso desarrollar el invento aplicándolo también como material para herramienta de corte. En 1926 Krupp lanza al mercado el carburo sinterizado con el nombre WIDIA, acrónimo de “Wie Diamant” como diamante, en alemán. Burghardt y Axelrod dan la fecha de su introducción comercial en los Estados Unidos en 1928 y el desarrollo posterior se produjo en varios países.

Las primeras herramientas de corte se mostraron en la Feria de Leipzig en 1927, para economizar el material, se construían con el mango de acero y en el extremo se soldaba el filo de metal duro. Su inventor fue Walter Dahwil, ingeniero Jefe de Desarrollo en el nuevo departamento de Krupp, y servía para torneear piezas de fundición gris e hileras de metal duro.

Aunque los carburos no eran del todo igual a los diamantes, las herramientas de carburo cementado ofrecían una mejora en la velocidad de corte y avance tan notables, como el acero de alta velocidad lo había hecho dos décadas atrás, que obligó a los diseñadores de máquinas herramienta a repensar cada aspecto de los diseños existentes, con la mirada puesta en una mayor rigidez y mejores rodamientos.

Paralelamente, General Electric desarrolló su propio metalduro. En 1925, bajo la dirección de Samuel Hoyt, se creó un departamento en Michigan llamado Carboloy, con objeto de producir este material a un coste menor. El material perdió entonces su aura de metal exótico y empezó a ser considerado por los ingenieros para desarrollar nuevas aplicaciones. En 1929 la Unión Soviética desarrollo su propio carburo cementado el Pobedit.

No es tarea fácil seguir los pasos científicos y tecnológicos asociados a la producción de metales duros debido a las restricciones impuestas por las organizaciones comerciales e investigadores, al no ser publicada información relevante hasta mucho después de la fecha del desarrollo. Por lo tanto, la colocación de datos en un orden histórico, cronológico es algo difícil. Sin embargo, se ha podido establecer que se remontan a 1929, aproximadamente seis años después de la concesión de la primera patente, los trabajadores de Krupp/Osram habían identificado los aspectos positivos del refinamiento del grano en el carburo de wolframio. En 1939 también habían descubierto los efectos beneficiosos de la adición de una pequeña cantidad de vanadio y carburo de tántalo.

Paul Schwarkopf, fundador de Plansee, una acería austriaca, agregó un nuevo ingrediente al WC en 1929. Este elemento, el carburo de titanio, proporcionaba una gran resistencia a la abrasión que producían las virutas largas de los aceros, al rozar con la superficie de desprendimiento de las herramientas de torneado, lo que dio origen las primeras aleaciones a base de carburo de titanio y níquel (TiC-Ni), conocidas como “cermets”.

Aunque el carburo de titanio es un cerámico duro, la gran fragilidad de estos materiales no condujo al desarrollo esperado. En la década de 1970 se comprueba que adiciones de TiN a las aleaciones de TiC-Ni mejoraba la tenacidad, impulsando así el fuerte desarrollo de las mismas.

Estos cermets fueron fabricados por primera vez a escala industrial por los japoneses, llegando a representar un tercio de las ventas de herramientas de su mercado. La adición de otros materiales dio lugar a nuevas clases de cermets.

Estrictamente hablando el término “carburos cementados” no incluye los cermets. Los cermets contienen nitruros y carbonitruros en lugar de carburos. Una posibilidad es emplear el término “metal duro” para incluir ambos tipos de material. Sin embargo, ambos materiales son desarrollados y producidos por la industria de carburo cementado.

Gran parte de los últimos progresos han tenido lugar en Austria, EE.UU., Suecia y, más recientemente, en Japón. Desde entonces, se han desarrollado y comercializado "herramientas de corte de metales duros", con diferentes composiciones y métodos de fabricación para una amplia gama de aplicaciones.

1.1.2. ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN

1. Zavodinsky ⁽⁵⁾ en 2011 estudió la influencia de los inhibidores de crecimiento de cristales de WC en compuestos duros de WC-Co y señaló que la teoría de densidad funcional y el método pseudopotencial son utilizados para estudiar las barreras de energía para la migración de átomos de W y C desde un grano de carburo a otro a través de un aglutinante de cobalto. Cálculos señalaron que la migración del par WC es preferible energéticamente que la migración por separada de los átomos de W y C. Adiciones de metales (V, Cr, Ti) los cuales se segregan en la interfaz WC-Co, incrementan la barrera energética para la migración de WC disminuyendo el flujo de WC, responsable del crecimiento de los granos de carburo. Los resultados obtenidos del cálculo de los parámetros energéticos para la migración de átomos fueron clasificados por sus correlaciones de la data experimental cumpliéndose que

$\Delta E(V) > \Delta E(Cr) > \Delta E(Ti)$. El vanadio fue considerado el más efectivo de los inhibidores entre los átomos estudiados y el titanio el de peor desempeño como inhibidor.

2. Giuseppina Arcuri ⁽¹⁾ en 2014 estudió la tenacidad de fractura por indentación de un compuesto de WC-6Co obtenido por sinterización al vacío a diferentes temperaturas. Arcuri evaluó el efecto de la temperatura de sinterización sobre la microestructura resultante y la tenacidad de fractura por indentación de un compuesto de WC-6Co. Empleando distintas temperaturas en la etapa de sinterizado y realizando un estudio microestructural mediante microscopía electrónica de barrido en el modo de imagen de electrones retrodispersados, estimó los parámetros microestructurales como tamaño de grano, contigüidad y fracción volumétrica de WC, y camino libre medio y fracción volumétrica de Co. Luego se correlacionaron con las propiedades mecánicas como dureza Vickers y la tenacidad de fractura. Se logró la determinación de las temperaturas de sinterización más aptas para el empleo del compuesto de WC-6Co como herramientas de corte. Se concluyó que la tendencia de la tenacidad de fractura es a disminuir a medida que disminuye el tamaño de grano, debido a la contigüidad de los WC, y al hecho de que el camino libre medio de Co aumenta, lo cual produce un incremento en el límite de deformación plástica, por lo que el material es propenso a fluir con mayor facilidad. Además se observó que al disminuir la dureza que es lo que ocurre al aumentar la temperatura de sinterización, la tenacidad de fractura aumenta en la misma proporción, debido a que poseen una relación inversamente proporcional.
3. Duman Dilek ⁽⁶⁾ en 2011 realizó un estudio de la síntesis, microestructura y propiedades mecánicas de los compuestos cerámicos WC-TiC:Co en el cual se estudia un compuesto cerámico de fórmula 78 wt% WC-16 wt% TiC-6 wt% Co denotado como compuesto cerámico 78WC-16TiC-6Co, fabricado mediante un proceso metalúrgico mediante el uso de polvos comerciales de WC y Co y polvos de TiC producidos en laboratorio, con morfología esférica y tamaño de grano promedio de 1µm para los dos primeros y 3,4µm en promedio para el TiC. Estos últimos

elaborados a partir de virutas de mecanizado de titanio grado 4. Fueron seguidos cinco diferentes procesos de manufactura, alterando la cantidad de agentes de unión (ácido esteárico), presión de compactación, régimen de sinterización (temperatura y tiempo) y proceso de mezclado (mezcla seca y aleación mecánica). Luego del proceso de sinterización la microestructura fue caracterizada mediante microscopio de escaneo de electrones (SEM). Las medidas de dureza se realizaron mediante microindentación bajo cargas de 1kg en la escala de dureza Vickers, y las medidas de densidad de las muestras mediante el método de Arquímedes usando un balance preciso. Las pruebas de desgaste se realizaron en un banco de prueba recíprocante bajo una carga de 5 Newton. Los resultados obtenidos determinaron que para valores de densidad relativa mayores a 71% fueron cedidos mayores niveles de dureza, entre 1.963 HV y 2.057 HV. La dureza de los compuestos con densidades relativas entre 71% y 80% se les puede asignar un valor de dureza de 2.000 HV, el cual resulta mayor que para procesos pulvimetalúrgicos convencionales. Las caracterizaciones conducidas sobre las muestras sinterizadas revelaron que el ácido esteárico como agente de unión resultó en un decrecimiento de la densidad relativa mientras que la aleación mecánica (MA) induce a microestructuras más finas. El compuesto 78WC-16TiC-6Co manufacturado mediante polvos producidos en laboratorio y comercialmente disponibles y usando procesos similares (incluyendo MA) exhiben características semejantes en términos de densidad relativa, dureza y desempeño frente al desgaste.

4. Sheikh ⁽⁷⁾ en 2014 estudió algunos métodos de prueba y efectos microestructurales sobre la tenacidad a la fractura de los carburos cementados, indicó que la tenacidad a la fractura es uno de los parámetros más relevante en aplicaciones de diseño y evaluación del desempeño de los compuestos WC-Co. A diferencia de la dureza, la tenacidad a la fractura es una propiedad más difícil de evaluar, particularmente en materiales quebradizos. Un gran número de métodos de prueba se han utilizado para evaluar esta propiedad en metales duros, pero en general todos ellos tienen inconvenientes teóricos debatibles o importantes dificultades experimentales, en el estudio Sheikh ⁽⁷⁾ investigó tres diferentes metodologías para determinar la tenacidad

a la fractura: flexión en tres puntos en especímenes Chevron con muescas, el método de indentación Palmqvist y el método de indentación Hertziano. El trabajo se llevó a cabo en diferentes compuestos de carburos cementados con distintas microestructuras en lo que se refiere a tamaño de grano de WC y contenido de Co como aglutinante. En lo que concierne a los métodos de indentación, el resultado del estudio determinó que para valores de dureza Vickers menores a 1300HV se recomienda el uso del método Hertziano. Por otra parte, si el valor de dureza es mayor a 1300HV el procedimiento de indentación Palmqvist arroja valores de tenacidad a la fractura más confiables.

5. Soleimanpour ⁽⁸⁾ en el 2011 desarrolló un estudio de microestructura y propiedades mecánicas del compuesto WC-10Co con inhibidores de crecimiento de grano como VC, TaC y NbC, evaluando la tenacidad a la fractura mediante el uso de distintos modelos. Las muestras fueron preparadas por métodos convencionales de pulvimetalurgia, usando polvos de WC, Co, VC, TaC y NbC a distintas concentraciones y haciendo uso de una prensa isostática. La microestructura y morfología de partículas fueron examinadas usando microscopía electrónica SEM y espectroscopia dispersiva de electrones EDS. Debido a lo quebradizo de los carburos cementados la tenacidad a la fractura, se evaluó a través de cuatro modelos: Evans y Wilshaw, Shetty, Evans y Charles y Anstis. Estos valores fueron determinados mediante la medición de las grietas generadas en las indentaciones Vickers. Los resultados de este estudio concluyeron que la adición de (Ta, Nb) C hasta un 2 wt. % resulta en el incremento de la resistencia a la rotura transversal de los carburos cementados. Adicionalmente las observaciones mostraron que el uso de inhibidores de crecimiento de grano tiende a disminuir la cantidad de ángulos en los granos de WC e incrementa la proporción de granos cúbicos redondeados con una microestructura más homogénea.

1.2.OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

Este trabajo será concebido con la finalidad de aplicar los conocimientos adquiridos a lo largo de la carrera de Ingeniería Mecánica, para realizar un estudio de la tenacidad de fractura por indentación de un compuesto de WC-6Co con aditivos de 0.5% TiC y 0.5% TaC, obtenidos por sinterización al vacío a diferentes temperaturas.

1.2.1. OBJETIVO GENERAL

Determinar el efecto de la temperatura de sinterización sobre la tenacidad de fractura por indentación del compuesto de WC-6Co aditivados con 0.5% de TiC y de TaC, obtenidos por sinterización al vacío.

1.2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para cumplir con el objetivo general del trabajo especial de grado es necesario discriminar los siguientes objetivos particulares:

- Caracterizar la microestructura de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC, como morfología y composición de las fases y porosidad aparente mediante las técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB) y análisis químico por dispersión en la energía de rayos X (EDS).
- Determinar los parámetros microestructurales de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC, tales como fracciones volumétricas de las fases WC y Co, contigüidad del WC, camino libre medio del aglomerante y tamaño de grano del WC mediante el análisis de imágenes obtenidas por MEB por metalografía cuantitativa.
- Evaluar la dureza y el módulo de elasticidad de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC mediante ensayos de indentación Vickers y Knoop, respectivamente.

- Evaluar el tipo de agrietamiento producido por las macroindentaciones Vickers mediante el método de remoción de capas por pulido metalográfico con el fin de establecer la carga y el modelo adecuado para la determinación de la tenacidad de fractura.
- Determinar la tenacidad de fractura de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC mediante ensayos de macroindentación Vickers empleando los modelos existentes en la literatura.
- Correlacionar las propiedades mecánicas con las características microestructurales de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC para determinar la temperatura de sinterización óptima para el uso en herramientas de corte.

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1. CARBUROS CEMENTADOS

Estos materiales también se conocen con el nombre de metales duros. Los carburos cementados son materiales compuestos constituidos por partículas cerámicas inmersas en una matriz metálica. En el ámbito industrial una gran parte de los carburos cementados están constituidos por carburo de wolframio y cobalto, donde el contenido de éste último puede variar entre 3 y 25 % en peso. No obstante, la parte cerámica también puede contener carburos de titanio (TiC), tántalo (TaC) o niobio (NbC), mientras que la matriz metálica puede a veces presentar hierro, cromo, níquel o molibdeno. Las partículas cerámicas dan al compuesto su rigidez y dureza mientras que la matriz metálica le aporta tenacidad.

Los carburos cementados se obtienen por la combinación de dos o más elementos, generalmente sinterizados, cuya dureza, resistencia al desgaste, tenacidad, resistencia a la abrasión, entre otras, los han convertido en materiales importantes para la elaboración de herramientas de corte, válvulas petroquímicas, piezas de equipos de minería, y en general, en aquellas aplicaciones donde se necesite una alta resistencia al desgaste.

Es importante destacar que un incremento en el contenido de cobalto, conlleva a una disminución de la dureza y en la resistencia al desgaste de materiales duros como WC-Co.⁽⁹⁾

2.1.1. Manufactura de los carburos cementados.

Los carburos cementados son producidos por el proceso de pulvimetalurgia como se muestra en el Figura 2.1, que consiste en una secuencia de pasos en los cuales cada

uno debe ser cuidadosamente controlado para obtener un producto final con las propiedades deseadas, microestructura y desempeño.

Estos pasos incluyen:

- Procesado del mineral y la preparación del polvo de carburo de tungsteno.
- Preparación de los otros polvos de carburos.
- Producción de los grados de polvos.
- Compactación y consolidación de los polvos.
- Sinterizado.
- Remoción de lubricantes.
- Post-sinterizado.

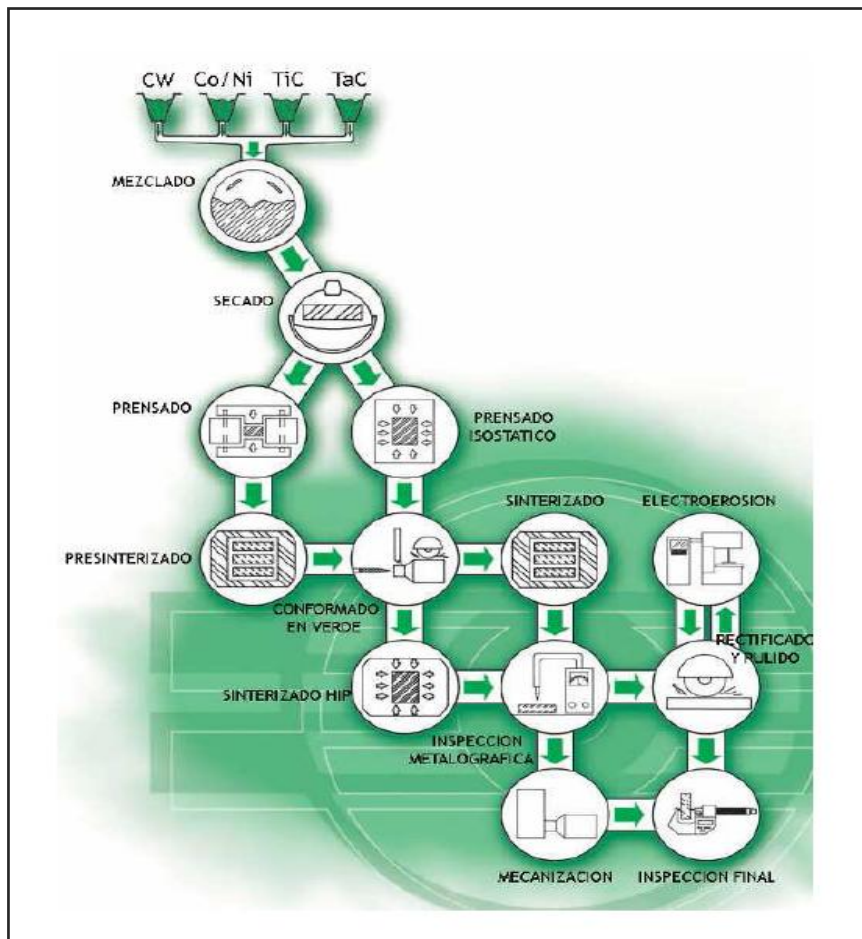


Figura 2.1. Proceso de fabricación de los carburos cementados, WC-Co.

2.1.2. Aspectos Básicos

Los carburos cementados pueden presentar diferentes fases:

- La fase cerámica α : carburo de wolframio o tungsteno, compuesto de granos monofásicos.
- La fase metálica β : originarios de la disolución de los granos de carburo y carbonitruros.
- La fase γ : también conocida como fase cúbica está constituida por carburos o carburonitratos diferentes al carburo de wolframio o tungsteno.
- Otras fases (η , χ , δ , y κ): correspondientes a compuestos considerados nocivos.

Las fases α y γ forman el esqueleto de los carburos y carbonitruros del material conocido también como esqueleto cerámico, mientras que la fase β constituye lo que se conoce como esqueleto metálico. Ambos esqueletos son continuos y se encuentran superpuestos uno sobre otro. Dependiendo del tipo o de metal duro, puede estar presente una u otra de las fases α y γ .

Fase α (cerámica)

El carburo de tungsteno, WC, constituye la fase mayoritaria de los carburos cementados. La estructura cristalina de WC es una hexagonal simple con un átomo de tungsteno y uno de carbono por celda unitaria y una relación a/c cercana a la unidad. Sin embargo, la forma de equilibrio de los cristales, determinado únicamente para altos contenidos de ligante y suficiente actividad de carbono, es el prisma triangular.

Estudios recientes demuestran que este crecimiento preferencial es reversiblemente dependiente del contenido de carbono. La forma triangular de equilibrio del prisma comienza a ser truncada al disminuir el contenido de carbono, dando a los monocristales de WC su forma característica facetada. Los granos de carburo de tungsteno aparecerán por lo tanto de forma triangular o rectangular al ser observado en el microscopio electrónico de barrido.

Como se dijo previamente, el desarrollo de la estructura WC-Co está influenciada por la actividad del carbono durante la sinterización. Sin embargo, la cantidad de carbono necesario para formar WC tiene que ser precisa, ya que bajos contenidos de carbono conlleva a la formación de la fase eta mientras que altos contenidos a la presencia de grafito.

Durante la sinterización, ocurre disolución, lo que conlleva al crecimiento de los granos más grandes desapareciendo los más pequeños. Este crecimiento puede ser limitado con adiciones de cromo o vanadio, en la forma de carburo y favorecido por la presencia de TiN. Una ligera pérdida de WC se observa en el curso de la sinterización debido a la disolución del tungsteno en la fase metálica y por la difusión del carbono en la forma de CO o CO₂ en la atmósfera de sinterización

En los metales duros con alto contenido de carburos WC, se considera que los carburos forman una estructura continua que soporta las cargas a las que se somete el material. Este hecho proporciona un material más rígido y duro que en el caso de tener un esqueleto formado por fase metálica.

Fase β (metálica)

El ligante es el que aporta tenacidad al compuesto. La composición de esta fase no es estequiométrica ya que contiene tungsteno y carbono en solución sólida. Se trata en realidad de una aleación Co-W-C. La cantidad de tungsteno en la solución sólida depende del contenido de carbono en el metal duro, de modo que si aumenta el contenido de carbono, disminuye el de tungsteno en solución sólida.

El cobalto puro puede existir fundamentalmente en dos formas alotrópicas (Fig.2.2):

- hcp (hexagonal compacta) o fase ϵ , estable a temperatura por debajo de los 400°C.
- fcc (cúbico centrado en las caras) o fase α del cobalto, estable a temperaturas mayores. se estabiliza por la presencia de carbono y tungsteno en la solución sólida de cobalto.

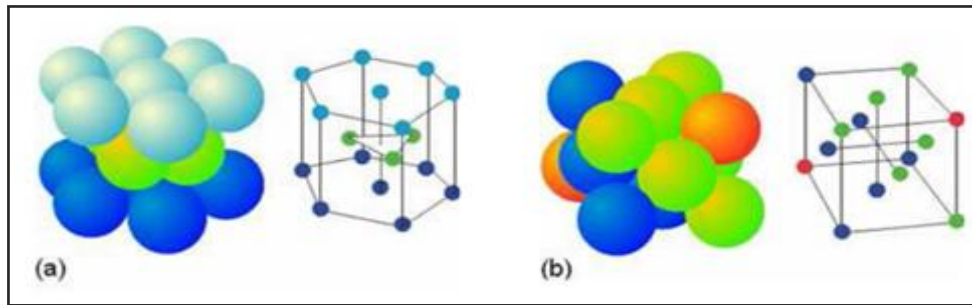


Figura 2.2 Celdas unidad del cobalto: empaquetamientos compactos hexagonal hcp (a) y cúbico fcc (b).

Fase γ

En aplicaciones con altas temperaturas se pueden utilizar metales duros con contenidos en carburo distintos del tungsteno. Se refieren generalmente a los cermetes (Cerámico-Metales) que constituyen la fase continua como los carburos de niobio (NbC), de titanio (TiC) o de vanadio (VC). Estos elementos inhiben el crecimiento del tamaño de grano, hecho que permite conseguir muy buena resistencia a la oxidación y estabilidad térmica.

Durante el proceso de sinterización, la parte exterior de los granos se disuelven en el ligante metálico. Los pequeños granos de carburo y carbonitruros desaparecen completamente.

La estructura cristalina de los carburos y carbonitruros consiste en la superposición de dos redes cúbicas de caras centradas fcc; uno ocupado por los átomos metálicos y el otro por el carbono o nitrógeno.

Otras fases (η , χ , δ , y κ)

Debido a una descarburación excesiva, entre 2 y 10% dependiendo del porcentaje de cobalto, se puede formar la fase nociva eta (η).

De todas, la fase η es la más importante. Se forma cuando existe una determinada descarburación (deficiencia de carbono). Por el caso contrario, un exceso de carbono ocasiona la formación de grafito.

Esta fase es un compuesto ternario complejo de tungsteno, cobalto y carbono que posee una estructura fcc. Se forma en los bordes de grano cuando el W_2C , formado durante la descarburación en el proceso de sinterización o ya existente en el polvo de WC inicial, reacciona con el cobalto. La estructura formada por nódulos crece según las condiciones de sinterización, generando áreas ramificadas. La morfología de la fase η varía desde partículas finamente dispersas a bajos niveles de descarburación, hasta áreas mayores en metales duros con elevada deficiencia en carbono. La presencia de esta fase η induce una gran fragilidad y reduce las propiedades mecánicas de los metales duros.

En las siguientes figuras (2.3 y 2.4) se pueden observar la microestructura de un grano de WC-Co y de un grano con contenido de fase γ .

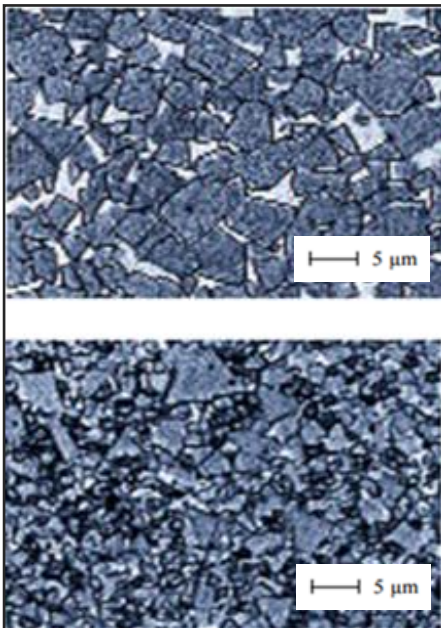


Figura 2.3. Microestructura de un grano WC-Co.

Figura 2.4. Microestructura de un grano con contenido de fase γ .

2.1.3. Sinterización.

La sinterización de carburos cementados consiste en la remoción de lubricantes del prensado, densificación y desarrollo de la microestructura, obteniéndose la consolidación de un material por efectos del calor (Fig. 2.5), produciéndose un aumento de la resistencia mecánica y generalmente una reducción en la porosidad.

2.1.3.1. Sinterización por Vacío: tiene un alto uso comercial, debido a los bajos costos de operación, por esto se considera el proceso predominante para el sinterizado de los carburos cementados. Permite un mejor control de la composición (oxígeno contenido en los polvos carburados).

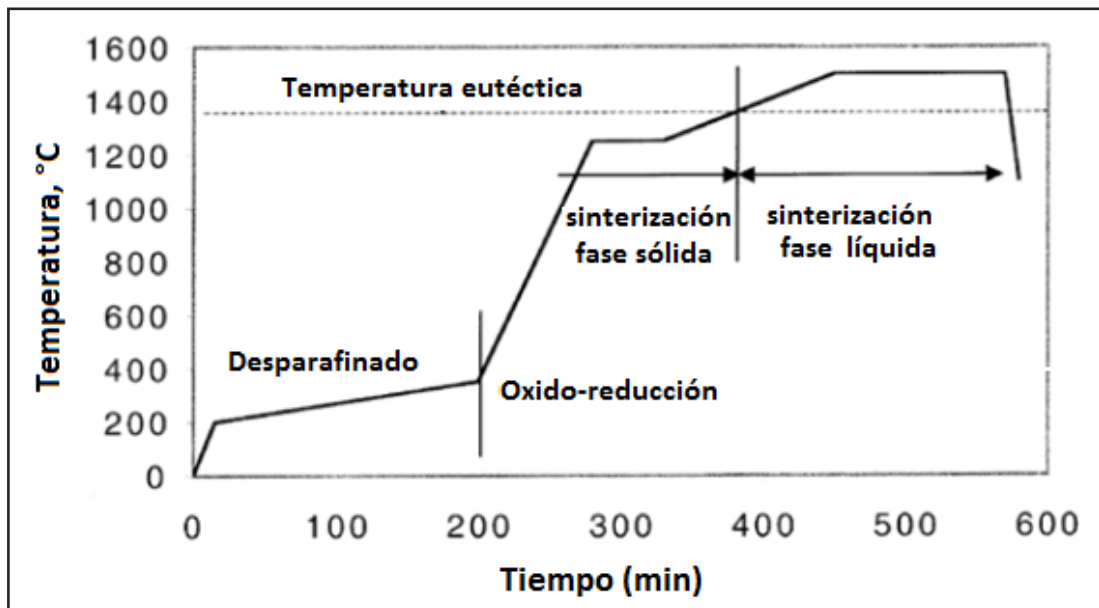


Figura 2.5. Curva típica del ciclo temperatura respecto al tiempo para la sinterización de los carburos cementados.

2.1.3.2. Efecto de la temperatura y tiempo de sinterización.

Durante la etapa de sinterización tienen lugar los procesos de difusión entre las partículas de polvo. Los parámetros de tiempo y temperatura óptimos determinados en estudios anteriores se encuentran entre 1400-1500°C. Esta temperatura se corresponde con el punto de fusión de W-C-Co y el eutéctico de Co-C. Existen varios factores que favorecen la densificación y son sensibles a la temperatura de sinterización. Un aumento desenfrenado de la temperatura afecta la velocidad de difusión, mojabilidad del WC por el Co, solubilidad del WC en el Co y de la fase líquida, mientras que la viscosidad del líquido disminuye.

El tiempo necesario para completar la densificación, depende de varios parámetros del proceso y está dominado por la fracción volumétrica de la fase de carburo y por la temperatura de sinterización.

2.1.4. *Aplicaciones*

Los carburos cementados del tipo WC-Co se utilizan principalmente en aplicaciones de mecanizado, conformado de metales a través de matrices y punzones o trefilado mediante hileras gracias a su alta dureza y resistencia al desgaste (Fig. 2.6).

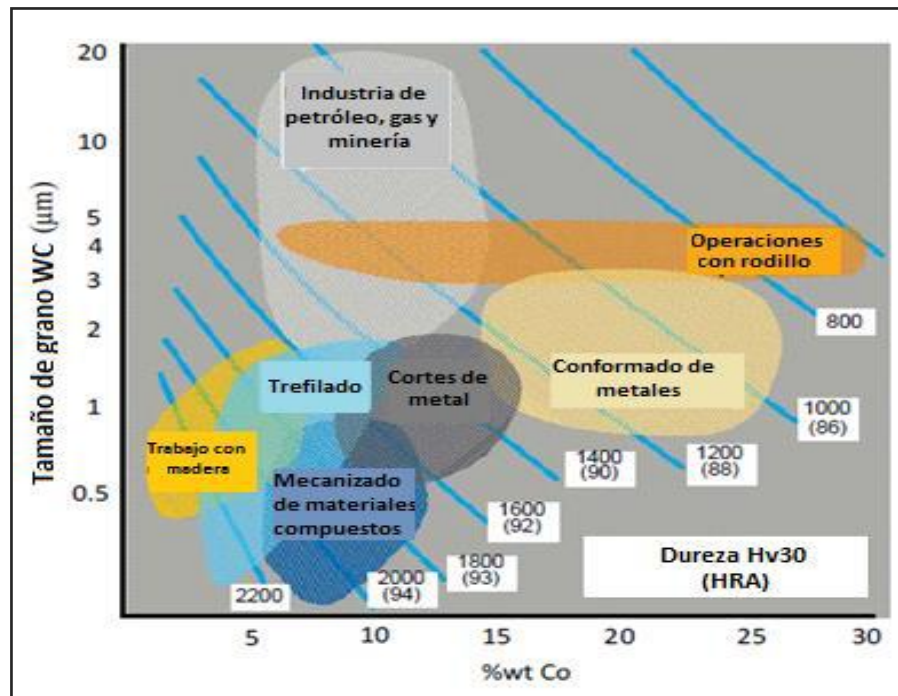


Figura 2.6. Aplicaciones de WC-Co determinado en base al tamaño de grano y el contenido de cobalto.

2.1.4.1. En operaciones de corte

Los metales duros son ampliamente utilizados en herramientas para cortar y mecanizar aceros, fundiciones, aleaciones no-férreas y plásticos. Los carburos cementados más usados para estas aplicaciones son del tipo WC-Co.

La deformación plástica de la pieza de trabajo y la fricción que se produce durante el corte se convierte en calor, pudiendo ser la temperatura en la punta de la herramienta superior a los 1000 °C. Estas severas condiciones pueden llevar a la pérdida del filo o al fallo del corte y, por tanto, reducir la vida en servicio de la herramienta. En cuanto a la vida en servicio, también influyen otros factores: procesos de desgaste, fenómenos abrasivos, fatiga mecánica y/o térmica.

Para cubrir las diferentes condiciones de trabajo, se requiere un amplio rango de composiciones para los carburos cementados. Los metales duros más tenaces se utilizan para cortes de corto tiempo y bajas velocidades mientras que los de mayor

dureza se usan en cortes a alta velocidad. Carburos cementados recubiertos se utilizan normalmente para el mecanizado de acero.

Referente al metal duro WC-Co, se usan aquellos que presentan un 3 – 12 % en peso de Co y un tamaño medio de grano de WC de 0,5 a 5 μm . Estos materiales tienen una buena resistencia a la abrasión y son idóneos para mecanizar fundiciones grises, aluminio, aceros inoxidable austeníticos y materiales no metálicos.

2.1.4.2. Herramientas para minería y construcción

Las herramientas para la industria de la construcción así como de la minería ocupan la tercera parte de toda la producción de carburos cementados. En la industria de construcción, dichos materiales se utilizan como herramientas de geoestabilización, perforación vertical y horizontal, excavación, dragado, perforación de túneles, y cuchillas para máquinas quitanieves.

En la industria de la minería, los carburos cementados se encuentran en herramientas de extracción de minerales y rocas (carbón, potasa y trona) y de perforación para la obtención de petróleo y gas.

2.1.4.3. Aplicaciones en el conformado de aleaciones metálicas

Las aplicaciones más importantes de los metales duros en esta categoría incluyen matrices de embutición, rodillos de laminación en frío y en caliente, matrices de conformado en frío, punzones de extrusión, martillos y mandriles de estampación, matrices y punzones para la compactación de polvos metálicos/cerámicos, etc.

La aplicación más importante es la de hileras de trefilado. En este caso, se requieren propiedades de alta resistencia a la compresión y al desgaste por deslizamiento y una excelente condición superficial. Debido al hecho que no hay sollicitaciones de impacto, la tenacidad del material no es de especial relevancia. Los

metales duros que se utilizan en estas aplicaciones contienen poco cobalto y el tamaño medio de grano de WC es fino para conseguir una elevada dureza.

2.1.4.4. Aplicaciones como componentes estructurales

Los carburos cementados se pueden utilizar en componentes sometidos a severas sollicitaciones como abrasión, corrosión, elevadas temperaturas y presiones etcétera gracias a su excelente combinación de propiedades. Estas aplicaciones son, por ejemplo, anillos de estanqueidad, conos y asientos de válvulas, cojinetes, bombas de alta presión para la industria química, émbolos para pistones y bombas, toberas y boquillas para el chorreado de arena y dispersión de polvos y líquidos. Aunque el coste inicial de los carburos cementados sea elevado, su utilización se sustenta con una vida en servicio más larga. Esto permite disminuir la frecuencia de paradas de producción y, a largo plazo, reducir el coste final del producto.

2.2. CARBURO DE TUNGSTENO (WC)

El carburo de tungsteno (WC) es un carburo con metal de transición, el cual es empleado por lo general en la elaboración de herramientas de corte. Este se obtiene mediante la reducción del óxido de tungsteno y la subsecuente carburización a 1400 o 1500 °C.

El WC conserva el primer lugar en la tecnología de los carburos cementados y esto se debe principalmente a su estabilidad termodinámica. Además, tiene un alto módulo de elasticidad, el cual es excedido sólo por el diamante y una alta conductividad térmica, las cuales son unas propiedades ventajosas en aplicaciones de corte.⁽¹⁰⁾

Los carburos cementados con tamaño de grano micrométrico de WC se caracterizan por tener una alta resistencia al desgaste abrasivo y considerable dureza, pero una baja ductilidad.⁽¹¹⁾

Las propiedades específicas de los grados individuales de carburos cementados dependen no sólo de la composición de los carburos, sino también de su tamaño de partícula, cantidad y tipo de cementante.

Aproximadamente el 50% de toda la producción de carburo se utiliza para aplicaciones de corte de metal.

Tabla 2.1. Propiedades de los componentes del WC-Co. Tomado de Roebuck B., 1995. ⁽¹²⁾

<i>PROPIEDADES</i>	<i>WC</i>	<i>CO</i>
Estructura	Hexagonal	Hcp-410°C
		Fcc-1493°C
Parámetro de Red (nm)	a=0,291	A=2,057
	c=0,284	C=4,086
Temperatura de Fusión (°C)	2800	1493
Dureza HV (50 g)	(0001)=2200	-
	(1010)=1300	
Densidad Teórica (g/cm ³)	15,77	8,83
Módulo de Elasticidad (Gpa)	696	210
Coeficiente de Expansión Térmica 10 ⁻⁶ K ⁻¹	(0001)=5,5	6,8
	(1010)=7,3	

2.2.1. Factores que influyen en las propiedades de compuestos a base de carburo de tungsteno.

Dentro de los factores más importantes que influyen en las propiedades de compuestos a base de carburo de tungsteno, se encuentran los siguientes:

- Composición química.
- Propiedades de los constituyentes individuales.
- Tamaño, forma y distribución de la fase dura.
- Presencia de exceso o deficiencia de carbono.
- Variación composicional.
- Métodos de producción (Compactación, Sinterización).

Para que las propiedades de un compuesto a base de WC sean óptimas, es importante mantener un bajo nivel de porosidad, uniformidad en el tamaño de grano de los carburos a través de la matriz y mantener un contenido de carbono estequiométrico en la fase de carburos. ⁽¹³⁾

2.2.2. Aleaciones de carburo de tungsteno cobalto (WC-Co).

El carburo de tungsteno-cobalto (WC-Co) es ampliamente utilizado en la industria por su elevada resistencia al desgaste abrasivo, además de poseer cierta tenacidad que es proporcionada por la fase de cobalto que actúa como cementante y como fase enlazante en el compuesto.

Para obtener una microestructura ideal del compuesto WC-Co se deben tener dos fases: los granos angulares del WC y la fase cementante de cobalto. Es importante destacar que el contenido de carbono debe ser controlado ya que un exceso produciría grafito libre y un faltante produciría la formación de la fase η (carburos dobles), causando fragilización; ya que esta fase involucra la disolución de los carburos originales dentro del cobalto y consume Co que proporciona cierta tenacidad. ⁽¹⁴⁾

Entre los metales utilizados para la elaboración de carburos cementados el cobalto como aglomerante es usado ampliamente como base del carburo de tungsteno, mostrando destacadas características de mojabilidad y adhesión; además presenta una fase hexagonal a bajas temperaturas y una fase cúbica a altas temperaturas, con una fase de transición cercana a los 415 °C. El cobalto es manufacturado a través de reducciones de óxido de cobalto o de derivados de sales orgánicas (particularmente oxalato de cobalto).

La primera disponibilidad del carburo cementado consistió en partículas de carburo de tungsteno mezclado con cobalto, referidas comúnmente como grados puros. Estas aleaciones exhiben una excelente resistencia al desgaste abrasivo, y de este modo, tienen muchas aplicaciones en metales cortantes. La segunda, consistió en

aleaciones cortantes comercialmente significativas, conteniendo cobalto en los rangos de 5 hasta 20 % en peso, teniendo un tamaño de grano de un rango de 2-10 μm .⁽¹⁵⁾

2.2.3. Diagrama de fase del WC-Co

La figura 2.7 muestra el diagrama ternario del WC-Co a una temperatura de 1400°C. Este diagrama de fases puede dividirse en tres diagramas pseudobinarios (Fig. 2.8): Co-W, W-C y WCo.

En altos contenidos en carbono se generan otros componentes residuales como el grafito. En el caso de que sea bajo en carbono se obtiene fase η - ((ConWn) 6C o (ConWn) 12C). Estas fases residuales son más frágiles por lo que se minimiza para no fragilizar el material. Para ello se debe tener en cuenta la cantidad de cada elemento y la temperatura a la que se trabaja. Es deseable un mínimo de estas fases secundarias.

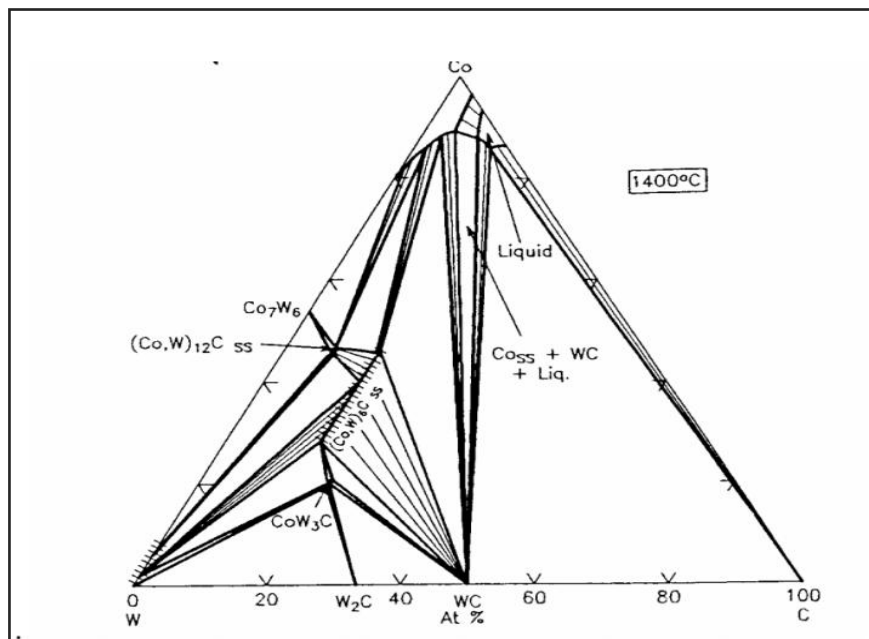


Figura 2.7. Diagrama de fase ternario WC-Co. Sección isotérmica a 1400°C.

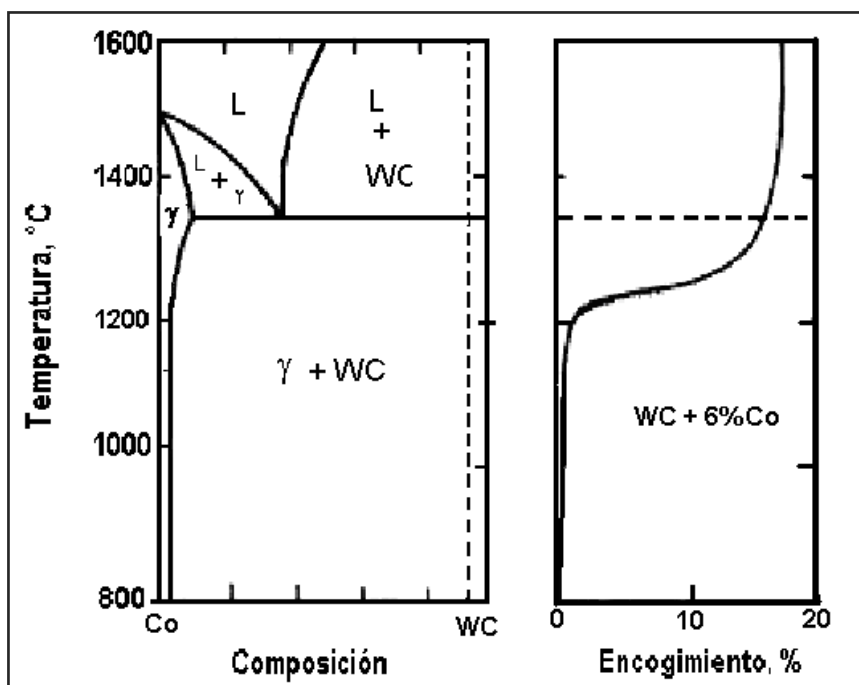


Figura 2.8. (a) Diagrama pseudobinario de WC-Co, (b) Encogimiento durante la sinterización vs. Temperatura para WC-6Co.

2.3. PARÁMETROS MICROESTRUCTURALES

2.3.1. Microestructura

La microestructura es el aspecto que presentan, a la observación microscópica, los polvos metalográficos sinterizados, desbastados y pulidos.

Mediante la observación microscópica puede estudiarse el tamaño, la forma y la disposición de los distintos cristales, denominados granos, que constituyen las partículas de los polvos. Las características citadas dependen del método de obtención del polvo, de su pureza y del tratamiento térmico al que ha estado sometido. La determinación también puede realizarse empleando la Difracción de Rayos X.

Según el grado del metal duro, el cual depende de la cantidad de carburos tanto en volumen como en tamaño de grano (Fig. 2.9) la composición de los granos suele ser constante, estequiométrica y homogénea. Finalmente, según su microestructura es posible encontrar diferentes metales duros con distinto tamaño de partícula, otorgando diferentes propiedades a cada uno de los grados del metal duro.

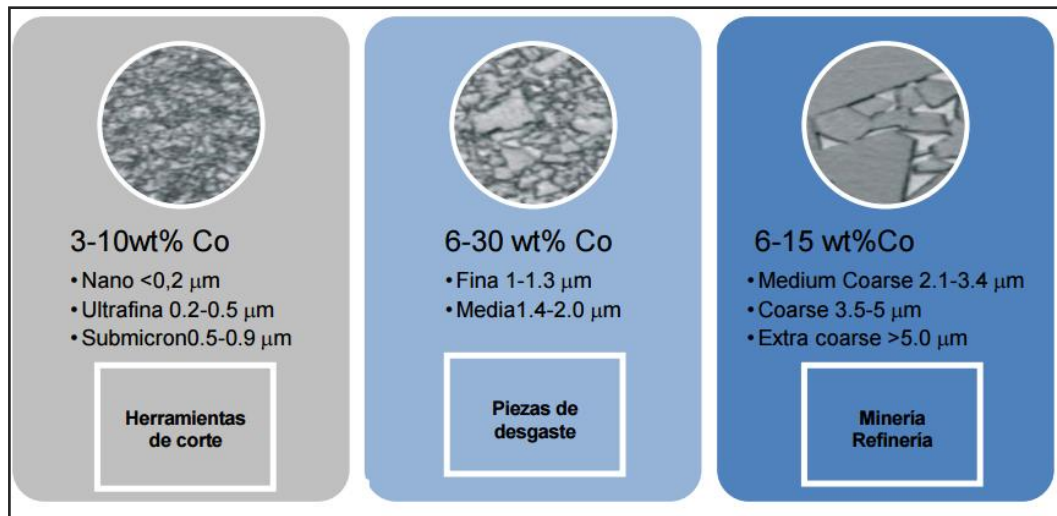


Figura 2.9. Clasificación de WC-Co según el tamaño partícula.

En la Figura 2.10 se observan las principales propiedades microestructurales que sirven para caracterizar el metal duro:

- Tamaño de grano medio (dWC).
- Fracción volumétrica (V).
- Contigüidad (C).
- Camino libre medio (λ_{co}).

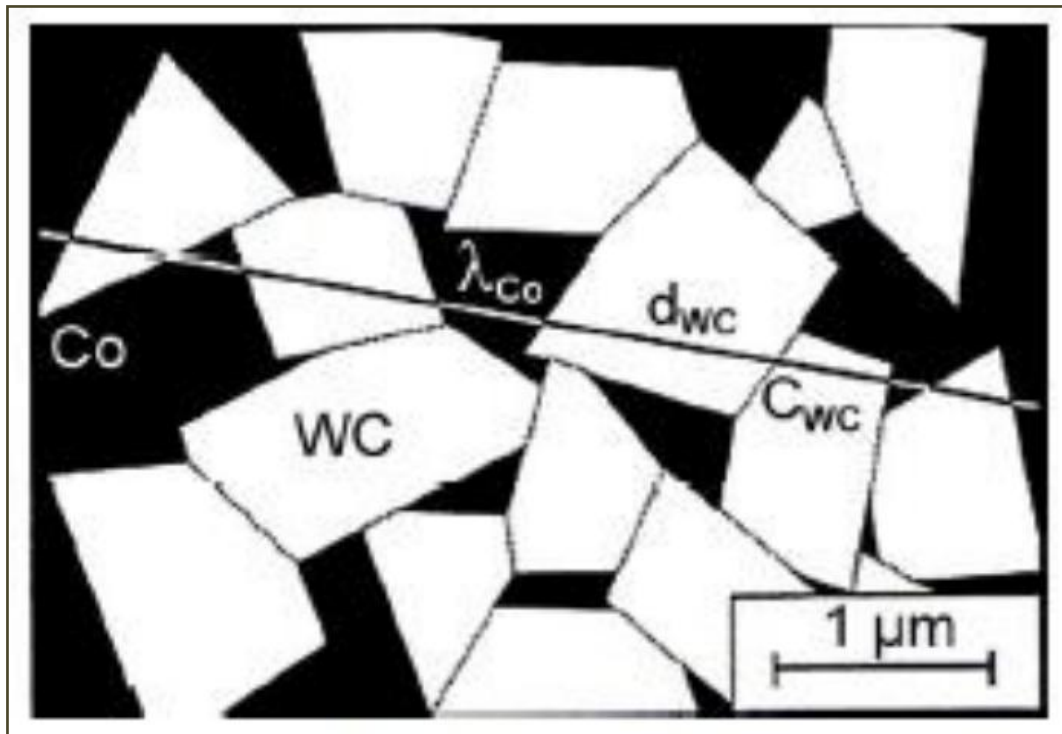


Figura 2.10. Representación esquemática de WC-Co ilustrando los parámetros microestructurales, donde λ_o es el recorrido medio libre de la fase ligante, d_{WC} es el tamaño de grano y C_{WC} es la contigüidad.

2.3.1.1. Tamaño de grano de carburo

Se trata de un parámetro relevante, ya que condiciona de forma muy importante las propiedades del carburo cementado, de manera contraria a los efectos producidos por el contenido en cobalto del material: un tamaño de grano pequeño dará más dureza al metal duro, pero también disminuirá su tenacidad.

Debido a la importancia del tamaño de grano en el comportamiento del material, es transcendental el control del crecimiento durante la sinterización o tratamientos posteriores. El control del carbono y de una buena distribución del cobalto es determinante para evitar anomalías en los granos de carburos. Muchas de las impurezas detectadas en los polvos de partida parecen no tener efecto en el crecimiento de grano. Sin embargo se intenta inhibir el crecimiento de grano añadiendo carburos de metales de transición. Es sabido que actúan como afinadores

de grano los carburos de Li, Na, K, Ni, Sn, V, Mo, Cr, Si y Al mientras que los de Ni, P y C aumentan la tendencia del crecimiento de grano normal.

El tamaño de los carburos y de la fase de Co depende básicamente del tamaño y distribución de los polvos originales, la molienda, las condiciones de sinterización y la composición de la aleación. En carburos cementados las distribuciones tienen una forma bastante constante, la distribución de tamaño de granos de WC en Co puede ser muy cerrada, aunque ocasionalmente pueden aparecer granos grandes. ⁽¹⁰⁾

La empresa Sandvick Hard Materials ⁽¹⁶⁾ utiliza la clasificación de tamaño de grano como ultrafino, extrafino, fino, medio, semi-grueso, grueso y ultragrueso, como se muestra en la figura 2.11.

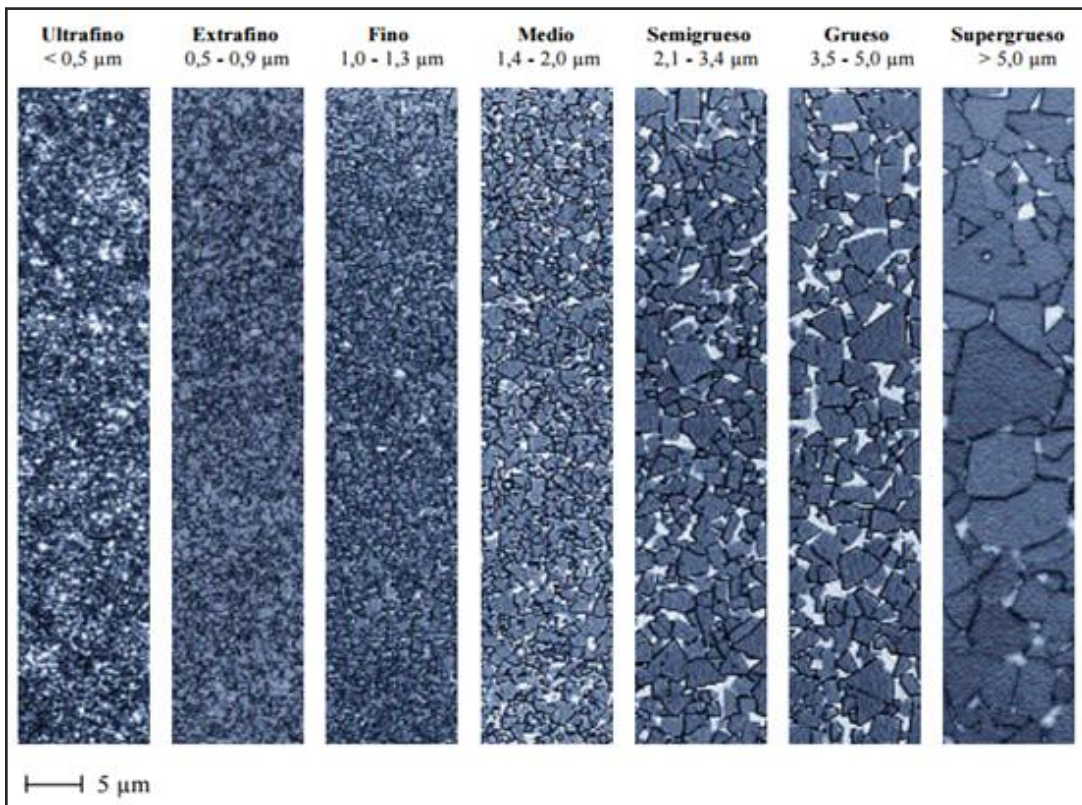


Figura 2.11. Clasificación de los WC-%Co según el tamaño de grano.

2.3.1.2. Fracción volumétrica de cobalto

Al aumentar la fracción en volumen de cobalto, como se trata de un material mucho más dúctil que el carburo de wolframio, aumentará la tenacidad del material, disminuyendo a la vez su dureza.

2.3.1.3. Fracción volumétrica de WC

La fracción volumétrica (V) se indica por el peso relativo o volumen de cada fase. Para determinar este parámetro, se utiliza espectroscopia de energía dispersiva (Energydispersive X-Ray Spectroscopy, EDS) proporcionando el volumen de cada elemento detectado mediante los patrones de rayos X.

Debido al alto contraste entre WC y el cobalto, la detección de los límites de fase se puede hacer con gran precisión en un microscopio electrónico de barrido o mediante software de imágenes simples.

2.3.1.4. Camino libre medio del aglomerante

Es un parámetro que relaciona la microestructura con las propiedades del material, y tal y como indica su nombre, es la media de todas las distancias entre carburos presentes en una micrografía. Depende del tamaño de grano y del contenido de cobalto. Debido a que se trata de un parámetro de dimensiones inferiores a una micra, a menudo se mide a partir del tamaño de los granos de carburo, en vez de medirlo directamente.

En los materiales en los que las fases están distribuidas uniformemente, la ecuación que relaciona el tamaño de la fase de cobalto con el tamaño de grano de WC es:

$$\frac{d_{Co}}{V_{Co}} = \frac{d_{WC}}{V_{WC}} \quad (1)$$

Donde

- d_{Co} = camino libre medio de la fase Co.
- d_{WC} = tamaño medio de los carburos.
- V_{Co} = fracción en volumen de cobalto.
- V_{WC} = fracción en volumen de la fase WC.

Para la fracción baja del aglomerante, es posible detectar fuentes aglomerantes como objetos individuales en secciones transversales pulidas, y así se pueden evaluar las áreas con gran cantidad de aglomerante. Sin embargo, en fracciones con alta cantidad de aglomerante, el aglomerante aparece como una fase más o menos continua.

2.3.1.5. Contigüidad

Se define como la fracción de área específica superficial de WC compartida por partículas de la misma fase. Es una medida de la conectividad entre los granos de WC. La medición de este parámetro se hace linealmente a partir de micrográficas del material:

$$C = \frac{2N_{WC/WC}}{2N_{WC/WC} + N_{WC/Co}} \quad (2)$$

Donde

- $N_{WC/WC}$ = número de límites WC/WC interceptadas.
- $N_{WC/Co}$ = número de interfases WC/Co interceptadas.

Así, una fase completamente coherente posee un factor de contigüidad de 1, mientras que una fase con granos aislados entre ellos dará un factor de contigüidad igual a 0.

La contigüidad puede ser evaluada utilizando los valores medios del tamaño de carburo y la anchura del aglomerante.

$$C_{WC} = 1 - \frac{\bar{l}_{carburo} V_{aglomerante}}{\bar{l}_{carburo} V_{carburo}} \quad (3)$$

Donde

- $\bar{l}_{carburo}$ = intercepción media del tamaño del carburo.
- $\bar{l}_{aglomerante}$ = camino libre medio del aglomerante.
- $V_{carburo}, V_{aglomerante}$ = fracción volumétrica de las diferentes fases ($V_{carburo} = 1 - V_{aglomerante}$).

La contigüidad varía con el contenido de cobalto, con el tiempo de sinterización y también con la temperatura aunque no de una forma demasiado pronunciada. La contigüidad disminuye con el incremento de porcentaje de la fase ligante, lo que se atribuye al hecho de que la probabilidad de coincidencia espacial entre carburos disminuye con el incremento de fase ligante. Por otra parte, tanto el aumento de temperatura como la prolongación del tiempo de sinterizado influyen en el equilibrio de la contigüidad del material haciéndola disminuir aunque de una forma poco acusada.

En función del trabajo realizado por Arcuri⁽¹⁾ el cual estudió la tenacidad de fractura por indentación de un compuesto de WC-6Co obtenido por sinterización al vacío a diferentes temperaturas, basándose en temperaturas de sinterización entre 1325 °C y 1575 °C, y realizando un estudio microestructural mediante microscopía electrónica de barrido en el modo de imagen de electrones retrodispersados, permitió estimar los parámetros microestructurales como tamaño de grano, contigüidad y fracción volumétrica de WC, fracción volumétrica de Co y camino libre medio, mediante el uso de un procesador de imágenes (ImageJ), reportando valores para los parámetros microestructurales antes mencionados en la tabla 2.2.

Tabla 2.2 Resultados de los parámetros microestructurales de un compuesto de WC-6Co con diferentes temperaturas de sinterización [Arcuri 2014] ⁽¹⁾.

Temperatura (°C)	L* (μm)	Cwc	λCo (μm)	VWC (%)	VCo (%)
1325	0,340 ± 0,040	0,0253 ±0,0034	0,6410 ±0,0128	93,021 ±0,236	6,979 ±0,236
1375	0,5185 ± 0,101	0,0377 ±0,0089	0,6499 ±0,0235	93,352 ±0,431	6,648 ±0,431
1400	0,636 ± 0,084	0,0519 ±0,0083	0,6102 ±0,0351	92,455 ±0,709	7,545 ±0,709
1425	0,931 ± 0,131	0,0783 ±0,0149	0,6007 ±0,0398	92,259 ±0,801	7,741 ±0,801
1475	1,038 ± 0,101	0,0812 ±0,0106	0,6243 ±0,0324	92,740 ±0,645	7,260 ±0,645
1525	3,766 ± 0,749	0,3050 ±0,0731	0,6138 ±0,0460	92,519 ±0,939	7,481 ±0,939
1575	6,869 ± 2,262	0,5240 ±0,1289	0,6264 ±0,0415	92,776 ±0,826	7,224 ±0,826

2.4. DENSIDAD

Para carburos cementados este parámetro es muy sensible a la composición y a la porosidad en la muestra, y es ampliamente usada como un criterio para pruebas de control de calidad. Los valores de densidad de los carburos cementados tienen un intervalo desde 15 g/cm³ para las aleaciones WC- Co de bajo cobalto, hasta valores de 10 o 12 g/cm³ para los grados de carburos altamente aleados.

La densidad se determina según la norma EN 23 369 (ISO 3369). La gran variación en la densidad de los constituyentes del metal duro (es decir WC=15,7 g/cm³, Co=8,9 g/cm³, TaC 13,2 g/cm³ y TiC=4,9 g/cm³) conduce a grandes variaciones en la densidad de los metales duros, en línea con su composición. Típicamente, la densidad de los metales duros puede ser del 50 al 100% superior a la del acero. Este es un aspecto importante cuando el peso es un factor significativo en el diseño de componentes.

En el siguiente gráfico (Fig. 2.12) se muestra la densidad en función del contenido de Co para metales duros de WC-Co.

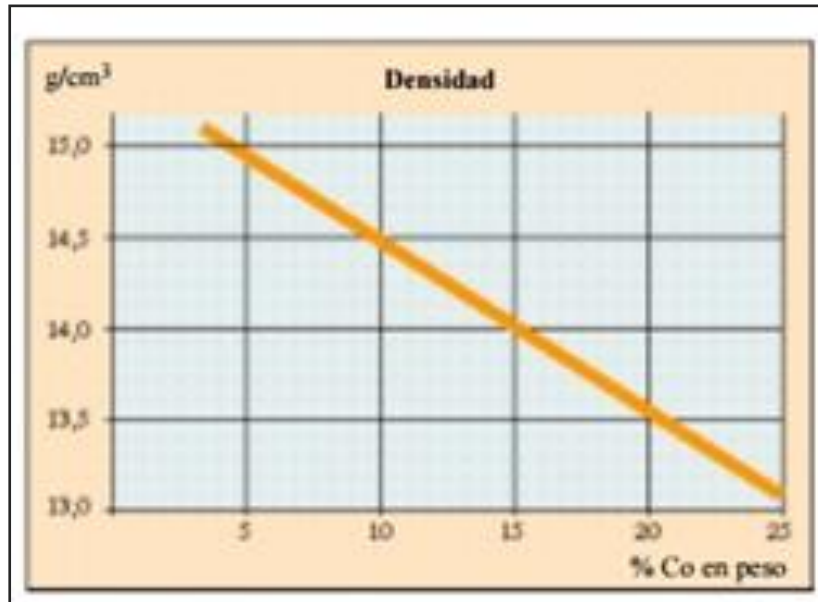


Figura 2.12. Densidad en función del contenido de Co. (solo metales duros de WC-Co).

2.4.1. Método de Arquímedes

Todo cuerpo parcial o totalmente sumergido en un fluido experimenta una fuerza ascensional igual al peso del fluido desplazado.

El principio de Arquímedes puede deducirse determinando el empuje total, debido a la presión, que el fluido ejerce sobre la superficie que delimita el sólido (Fig. 2.13).

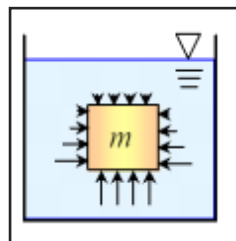


Figura 2.13 Fuerzas de empuje total sobre el sólido.

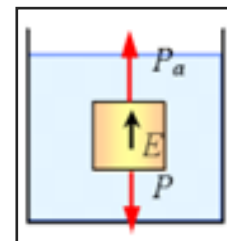


Figura 2.14 Diagrama de cuerpo libre del sólido sumergido

$$P = P_a + E \quad (4)$$

El diagrama de cuerpo libre del sólido sumergido se representa en la figura 2.14, donde P es el peso real del sólido, medido con el dinamómetro al aire; Pa es el peso aparente y E el empuje. El equilibrio de fuerzas que existe nos permite escribir:

$$\sum F_y = 0 \Rightarrow P_a + E - P = 0 \Rightarrow E = P - P_a \quad (5)$$

2.4.1.1. Densidad de sólidos

Como es conocido, la densidad de un cuerpo, es el cociente entre su masa y el volumen que ocupa.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (6)$$

Cuando el sólido tiene una forma regular puede calcularse su volumen a partir de las medidas de sus dimensiones, en caso contrario puede determinarse dicho volumen utilizando el principio de Arquímedes.

Teniendo en cuenta el enunciado hecho anteriormente:

$$E = \rho_f \cdot V_s \cdot g \quad (7)$$

Donde

- ρ_f es la densidad del fluido.
- V_s es el volumen del sólido.
- g es la aceleración de la gravedad.

El volumen del sólido será:

$$V_s = \frac{E}{\rho_f g} = \frac{P - P_a}{\rho_f g} \quad (8)$$

Y la densidad:

$$\rho = \frac{P}{P-P_a} \cdot \rho_f \quad (9)$$

2.5. POROSIDAD

Las propiedades de los carburos cementados son dependientes de su densidad, y esto a su vez es dependiente de la composición y la porosidad. La porosidad es evaluada sobre materiales previamente pulidos.

La Sociedad Americana para Ensayos y Materiales ⁽¹⁷⁾ (ASTM, siglas en inglés) ha establecido un procedimiento estándar (B276) que estima tres tipos de porosidad:

- Tipo A: cubriendo diámetros de poro menor que 10mm.
- Tipo B: cubriendo diámetros de poro entre 10 y 25mm.
- Tipo C: cubriendo la porosidad desarrollada por la presencia de un carbono libre.

La porosidad del tipo A es estimada en un aumento de 200X, mientras los tipos B y C son estimados en un aumento de 100X. El grado de porosidad es dado por cuatro números dentro de un intervalo de entre 02 y 08. El número provee una medida del volumen de poros como un porcentaje total de la muestra.

Asimismo, la porosidad disminuye la dureza y contribuye a un pobre acabado superficial, por lo que disminuye la resistencia al desgaste de recubrimientos sometidos a estas condiciones y generará fragmentos de este que comenzarán a actuar como agentes abrasivos. Para evitar esto, en muchas aplicaciones, la superficie dejada por el proceso de aplicación debe ser rectificada antes de ponerlo en servicio.

2.6. PROPIEDADES MECÁNICAS

Muchos materiales cuando están en servicio están sujetos a fuerzas o cargas. En tales condiciones es necesario conocer las características del material para diseñar

el instrumento donde va a usarse, de tal forma que los esfuerzos a los que vaya a estar sometido no sean excesivos y el material no se fracture. El comportamiento mecánico de un material es el reflejo de la relación de su respuesta o deformación ante una fuerza o carga aplicada, incluyendo fuerzas de tensión, compresión, impacto, cíclicas o de fatiga, fuerzas a altas temperaturas, o forzando la superficie con un penetrador.

2.6.1. Módulo de Elasticidad

El conocimiento del módulo de elasticidad es indispensable para poder diseñar cualquier elemento mecánico sometido a esfuerzos, las tecnologías utilizadas para la medición del módulo de elasticidad son: la técnica acústica y la de indentación instrumentada, que además de complementarse, son útiles tanto para componentes convencionales, como elementos o piezas de pequeños volúmenes.

Para la medida el módulo de elasticidad se realiza la preparación metalográfica de la sección. Luego se indenta la muestra con un indentador Knoop. Las huellas que se obtienen son observadas mediante microscopía óptica determinando la longitud de la diagonal mayor y menor.

El módulo de elasticidad se calcula mediante la ecuación de Marshall, con las longitudes de las diagonales mayor y menor de las indentaciones Knoop que son realizadas a una carga y un tiempo determinado.

Ecuación de Marshall:

$$E = \frac{-\alpha * H}{\left(\frac{b'}{a'} - \frac{b}{a}\right)} \quad (10)$$

Donde

- E es el módulo de elasticidad o módulo de Young.
- H es la dureza Vickers.
- α es una constante (0.45).
- a' es la diagonal mayor producida por la indentación Knoop.

- b' es la diagonal menor producida por la indentación Knoop.
- a y b son constantes geométricas del indentador $\left(\frac{1}{7.11}\right)$.

2.6.2. Dureza

La dureza podría definirse como la resistencia a un material a ser penetrado, dependiendo de la forma de medirla, esta tiene escalas y unidades distintas, para medirla existen diferentes categorías, las cuales se clasifican en: indentación estática, rayado y rebote.

El ensayo de dureza es el método más utilizado y mejor establecido. Los ensayos de dureza estática más utilizados son Vickers, Brinell, Berkovich, Knoop y Rockwell. Estos ensayos consisten en empujar o penetrar con un indentador de geometría dada para cada ensayo, el penetrador es generalmente una esfera, pirámide o cono, hecho de un material más duro que el que se ensaya. Para medir la dureza mediante estos métodos se aplica una carga controlada (P) sobre el material a través del indentador (penetrador). Para obtener el valor de la dureza bajo estos parámetros, se utiliza la ecuación que relaciona la carga aplicada P con el área de contacto o área proyectada de la huella dejada por el indentador.

$$H \propto \frac{P}{d^2} \quad (11)$$

Para los ensayos Vickers, Berkovich, Rockwell y Brinell el coeficiente “ α ” se encuentra relacionado con la superficie real de contacto y para el ensayo de indentación Knoop “ α ” con la superficie proyectada de contacto. Hoy en día existe una tendencia al uso del área proyectada, debido a que tiene el significado físico de la presión media de contacto.

El estudio de la huella nos permite obtener el valor de dureza, esta se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$H = \frac{P_{max}}{A_{proyectada}} \quad (12)$$

Donde

- P_{max} es la carga a profundidad máxima.
- $A_{proyectada}$ es la proyección del área de contacto.

En función de esta carga aplicada o profundidad de penetración se pueden distinguir tres escalas: macroindentación, microindentación y nanoindentación.

Bânda ⁽¹⁸⁾ en 2014 investigó el efecto de la dureza como reductor del módulo y la fatiga de indentación de los constituyentes de carburos cementados, la investigación se realizó a un nivel nano usando instrumentación de indentación en el rango de aplicación de cargas de 0,25 mN a 50 mN. Se observó que la magnitud de la carga tiene efecto sobre el crecimiento del grano de WC pero no para el caso del Co como aglutinante, también se encontró una influencia significativa respecto a la dureza de acuerdo con la orientación cristalográfica de los cristales de WC, módulo de indentación e indentación de fatiga, como propiedades mejoradas en el plano basal (Fig. 2.15).

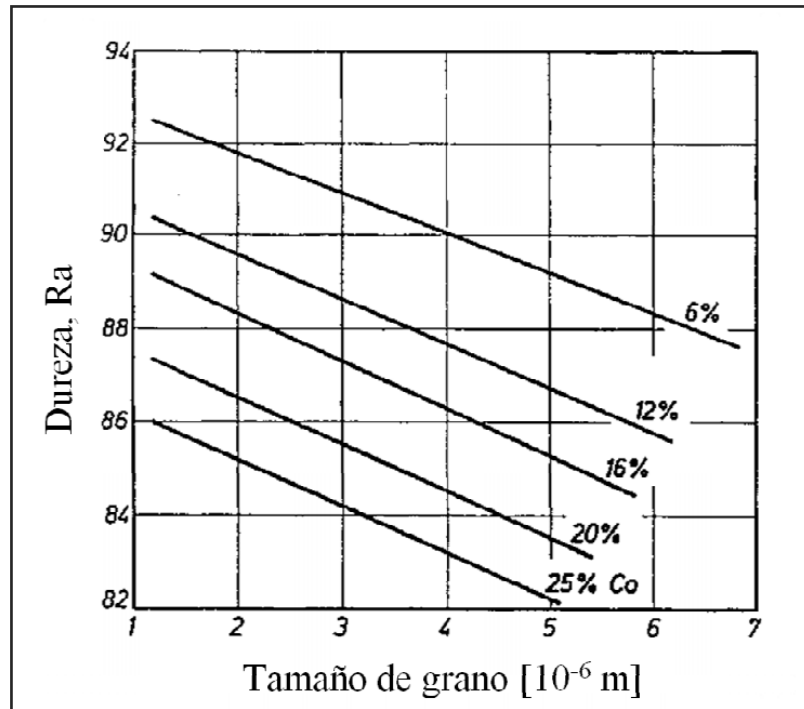


Figura 2.15. Dependencia de la dureza de los carburos cementados WC-Co con el tamaño de grano de la fase carburo para distintos contenidos de cobalto.

2.6.2.1. Indentación Vickers

Una de las técnicas más comunes en la caracterización de las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos y compuestos cerámica/metal es el ensayo de dureza Vickers. En este tipo de ensayo, un penetrador que consta de una punta de diamante de geometría piramidal con un vértice de 136° (Fig. 2.16) indenta la superficie pulida de la muestra por la aplicación de una carga durante 10 o 15 segundos.

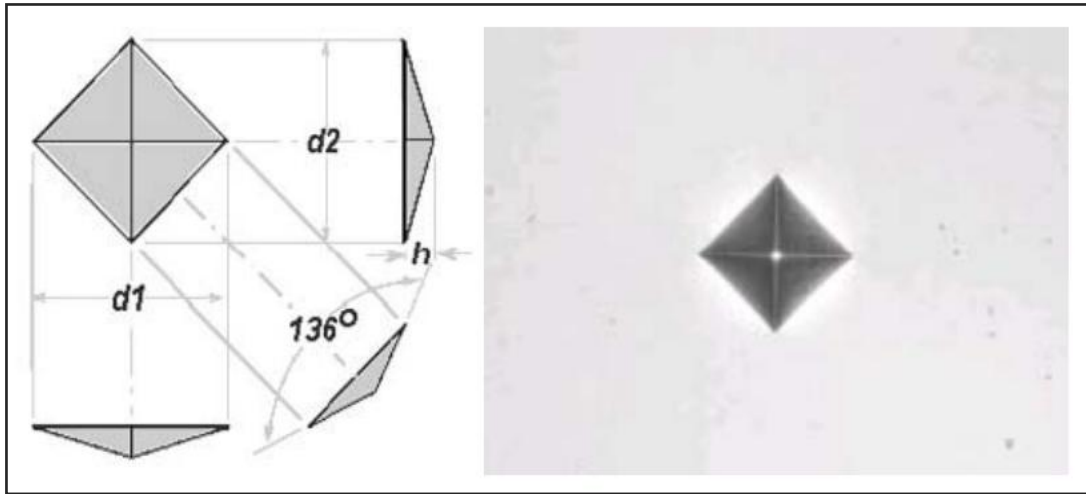


Figura 2.16. A la izquierda se presenta el esquema de un penetrador Vickers. La profundidad de penetración es 1/7 de la diagonal. A la derecha se puede observar una micrografía de una huella tras la indentación.

Los ensayos de dureza en los materiales cerámicos suelen presentar algunos problemas debido a su naturaleza frágil, que lleva a la formación de grietas que se propagan por debajo de la superficie e incluso a que el material se “desconche” bajo cargas de indentación altas, destruyendo la muestra. Esto ocurre debido a que se supera el límite elástico del material, produciéndose una deformación irreversible. Sin embargo, controlando la carga utilizada en el ensayo, es posible conseguir tanto huellas libres de grietas como grietas locales, que surgen de los vértices de la impronta, de las que se pueden estimar los valores de tenacidad.

2.6.3. Tenacidad de Fractura

La tenacidad a la fractura describe la facilidad con la cual se propaga una grieta o defecto en un material. Esta propiedad se puede evaluar a través de diversos métodos como lo son: solución analítica, solución por métodos numéricos (elemento finito, integral de limite), métodos experimentales (fotoelasticidad, extensometría) y métodos indirectos (propagación de grietas por fatiga, indentación y factografía). Los valores de tenacidad de fractura K_{Ic} son ampliamente usados para caracterizar resistencia a la fractura de materiales cerámicos y frágiles, la cual se puede evaluar a través de métodos normalizados como el ASTM Estándar C 11611⁽¹⁹⁾.

Palmqvist ⁽²⁰⁾, en 1957, fue el primer investigador que inició y desarrolló la idea de que los ensayos de indentación Vickers, que consisten en que a partir de una cierta carga de indentación se produce un agrietamiento radial en los vértices del indentador, daban un indicativo del valor de la tenacidad de fractura de materiales frágiles. A pesar de que no existe un ensayo de indentación normalizado para medir la tenacidad a la fractura en deformación plana, existen diferentes modelos o ecuaciones, basados en los conceptos de mecánica de fractura lineal (presentes en la literatura) que permiten calcularla.

De hecho, la morfología final de la grieta generada por la indentación depende, fundamentalmente, de la carga aplicada, la geometría de la punta, la microestructura del material y de sus propiedades mecánicas (Lawn, Evans y Marshall, 1980 ⁽²¹⁾; Niihara, Morena y Hasselman, 1983 ⁽²²⁾).

Las grietas que se generan a partir de una indentación Vickers, se clasifican en dos modelos; el de la grieta Palmqvist, y el de la grieta Mediana-radial. Los mismos difieren en el comportamiento de la grieta bajo la superficie, como se observa en la figura 2.17.

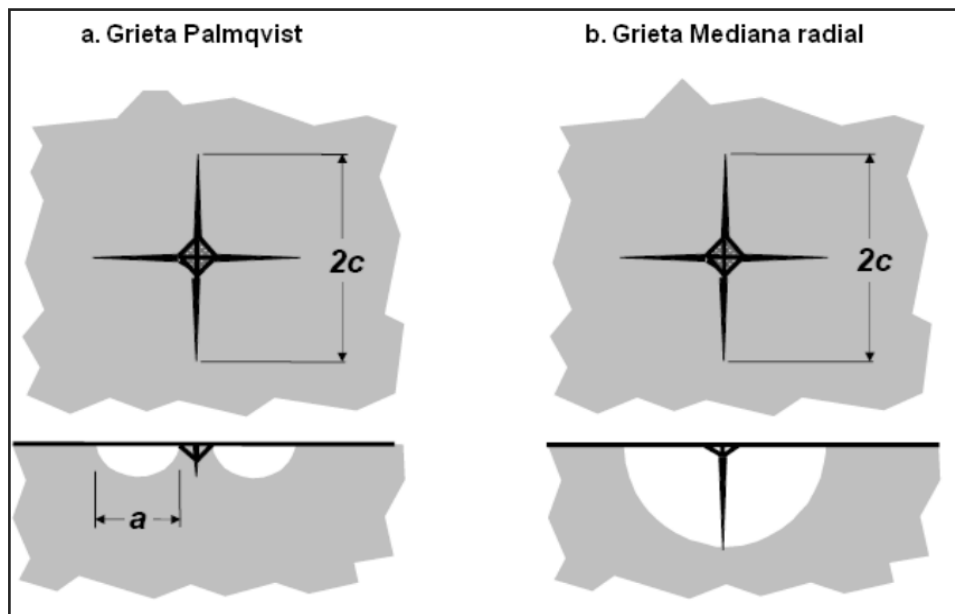


Figura 2.17. a) Grieta Palmqvist b) Grieta mediana radial.

Para ambos casos las grietas son estables y crecen al crecer la carga. Además, para los dos tipos de grieta existen varias ecuaciones que permiten determinar la tenacidad a la fractura.

Para el sistema de grietas tipo Mediana-radial:

Ecuación de Evans y Charles (1976)

$$K_c = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad (13)$$

Ecuación de Lawn, Evans y Marshall (1980)

$$K_c = 0,0134 \left(\frac{E}{HV} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (14)$$

Ecuación de Antis *et al.* (1981)

$$K_c = 0,016 \left(\frac{E}{HV} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (15)$$

Para el sistema de grietas tipo Palmqvist:

Ecuación de Shetty, Wright, Mincer y Clauer (1985)

$$K_c = 0,0319 \frac{P}{al^{1/2}} \quad (16)$$

Ecuación de Niihara, Morena y Hasselman (1982)

$$K_c = 0,0089 \left(\frac{E}{HV} \right)^{2/5} \frac{P}{al^{1/2}} \quad (17)$$

Para $\frac{l}{a} \approx 0,25$ a $2,5$

Donde

- Kc : Tenacidad a fractura [$MPa \cdot m^{1/2}$].
- HV : Dureza Vickers [N/mm^2].
- P : Carga aplicada en el ensayo de dureza que genera las grietas [N].
- E : Módulo de elasticidad del material [MPa].
- a : Longitud de la diagonal de la indentación [m].
- l : Longitud de las grietas promedio [m].
- c : Sumatoria de longitud de la diagonal de la indentación y la longitud de las grietas promedio [m].

Para saber que método se debe usar para hallar el valor de la tenacidad a la fractura se debe hacer una remoción de capas sucesivas sobre la probeta, al verificar con un microscopio óptico se puede obtener que:

- La indentación luego de la remoción no ha dejado huella, se está en presencia de una grieta tipo Palmqvist.
- La indentación ha desaparecido pero se aprecia una marca, se está en presencia de una grieta tipo mediana-radial.

Los resultados de los ensayos de tenacidad muestran que esta propiedad se incrementa con el contenido de aglutinante, y al aumentar el tamaño de grano de WC (Fig. 2.18).

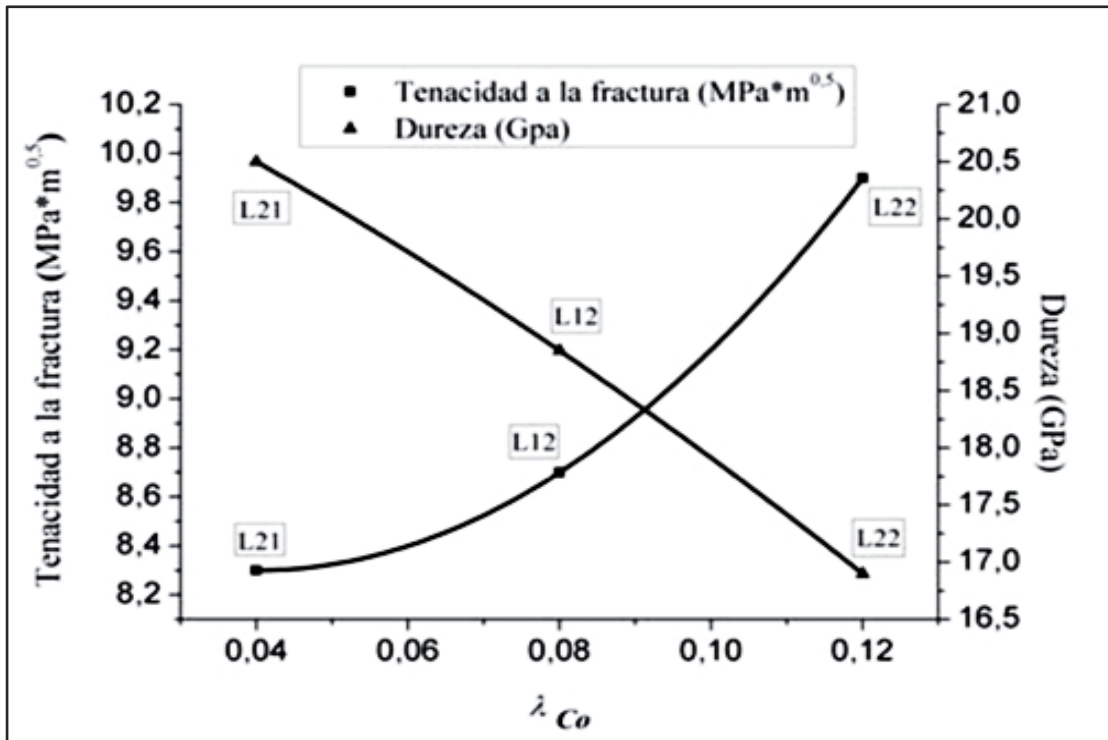


Figura 2.18. Tenacidad a la fractura respecto al camino libre medio de cobalto, [Coureaux, 2013].

Arcuri ⁽¹⁾ estudió la resistencia a la fractura del material (con un contenido de cobalto de 6%) llevando a cabo el procedimiento descrito anteriormente, mediante la técnica Palmqvist y corroborando el tipo de grieta con el uso del método de remoción de capas sucesivas. La superficie del material fue previamente pulida y aplicó una carga de 30 Kgf con una duración de 60 segundos. La Tabla 2.3 presenta los resultados obtenidos por Arcuri.

Tabla 2.3 Resultados de tenacidad de fractura según los dos modelos para un modo de grieta tipo Palmqvist, de un compuesto de WC-6Co, con diferentes temperaturas de sinterización [Arcuri ⁽¹⁾].

Temperatura (°C)	Shetty et al., 1985 KIC (Mpa.m^{1/2})	Niihara et al., 1982 KIC (Mpa.m^{1/2})
1325	8,9 ± 0,33	10,2±0,38
1375	9,0±0,04	10,4±0,04
1400	9,1±0,02	10,5±0,03
1425	9,2±0,03	10,7±0,03
1475	9,3±0,07	11,1±0,08
1525	12,5±0,87	15,5±1,08
1575	18,8±1,54	24,0±1,96

Por otra parte, estudios realizados sobre la microestructura y propiedades mecánicas de compuestos de WC-Co con adiciones de carburo de titanio (TiC) relacionan la tenacidad de fractura a través del esfuerzo de rotura transversal, en función del tamaño de grano de las partículas de carburo de tungsteno, estableciendo que el esfuerzo de rotura transversal depende tanto del tamaño de grano de WC como de la fracción volumétrica de TiC (Fig. 2.19).⁽²³⁾

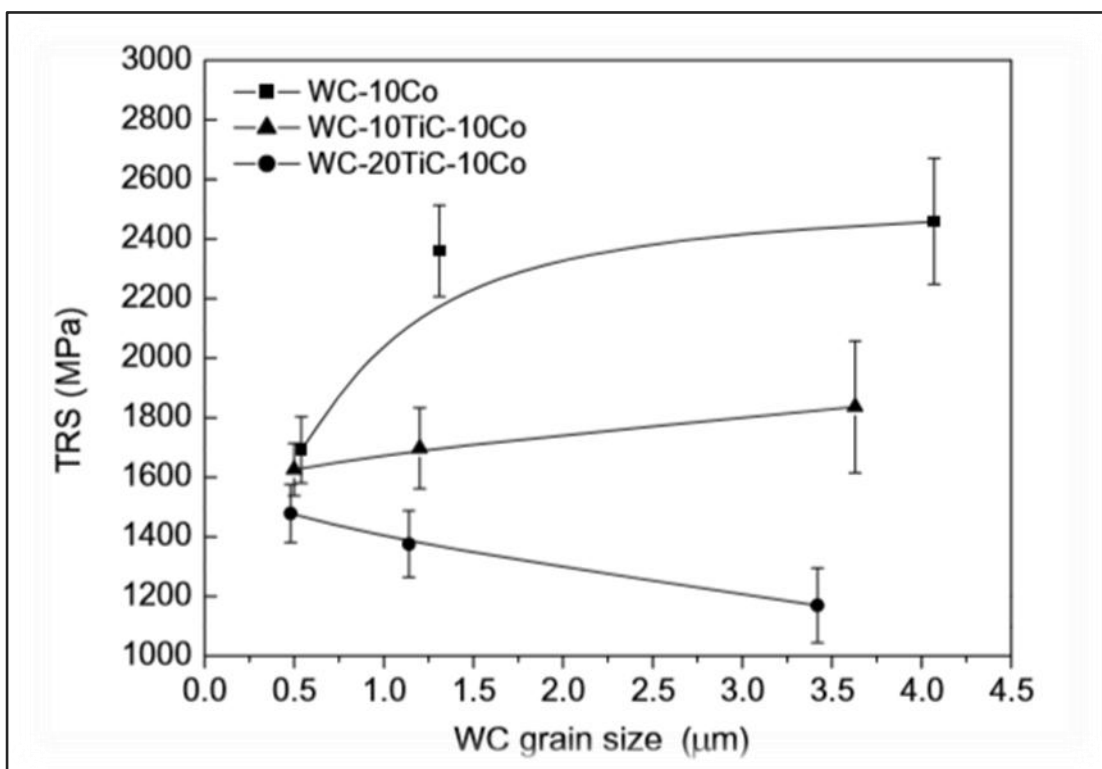


Figura 2.19 Esfuerzo de rotura transversal de carburos cementados WC-TiC-10wt%Co en función de la variación del tamaño de grano [Kyong *et al* 2004].

2.7. CARBURO DE TITANIO (TiC)

El TiC es un material de gran importancia para la industria debido a sus propiedades físicas y químicas, tales como su alta dureza, alto punto de fusión, relativa alta conductividad eléctrica y térmica, resistencia al desgaste por abrasión, resistencia a la oxidación y corrosión a altas temperaturas (Tabla 2.4).

Tabla 2.4. Propiedades del Carburo de Titanio (TiC) y el Nitruro de Titanio (TiN)

Compuesto	Punto de Fusión (°C)	Microdureza ($\frac{Kgf}{mm^2}$)	Densidad ($\frac{g}{cm^3}$)	Parámetro de red (Å)	Parámetro de red (Å)
TiC	3140	3200	4.92	4.322	4.320
TiN	2930	2000	5.22	4.252	4.240

Como se mencionó, el TiC es un material de gran importancia para la industria debido a sus propiedades físicas y químicas, esto conlleva a que este material sea usado en aplicaciones tecnológicas en muchos de los campos tales como la metalurgia, aeronáutica, medicina, óptica y en la microelectrónica. La industria química lo emplea como una parte integral de la sinterización de la familia-material de Ferro-titanita o, en general, como un componente de resistencia ácido y aceros inoxidable y metales duros. En la industria del mecanizado se utiliza como material de recubrimiento para plaquetas de corte, fresas, brocas. Las brocas de perforación de acero de alta velocidad y sin la adición de wolframio, se pueden producir mediante la adición de carburo de titanio basado en níquel y cobalto, aumentando de este modo su velocidad de corte, exactitud y mejor acabado de la superficie. En la industria aeroespacial también ha tenido aplicaciones como protección térmica de las naves espaciales en la atmósfera de la Tierra.

2.8. CARBURO DE TÁNTALO (TaC)

Los carburos de niobio, NbC y tántalo, TaC, se sintetizan a partir de sus pentóxidos, con carbón bajo en cenizas a temperaturas entre 1600 y 1800 °C, en atmósfera de hidrógeno. El carburo de tántalo puro, TaC, se utiliza en carburos cementados, en los que actúa en forma similar al de vanadio, como inhibidor del crecimiento de partículas. Se utilizan comercialmente en diversas herramientas usadas en el corte de metales y algunas veces se añaden a las aleaciones de carburo de wolframio o carburo de tungsteno, imprimiéndoles una mayor resistencia.

CAPÍTULO III

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Para la realización de esta investigación se utilizó de manera esquematizada el siguiente diagrama de flujo como procedimiento experimental, el mismo se presenta en la figura 3.1.

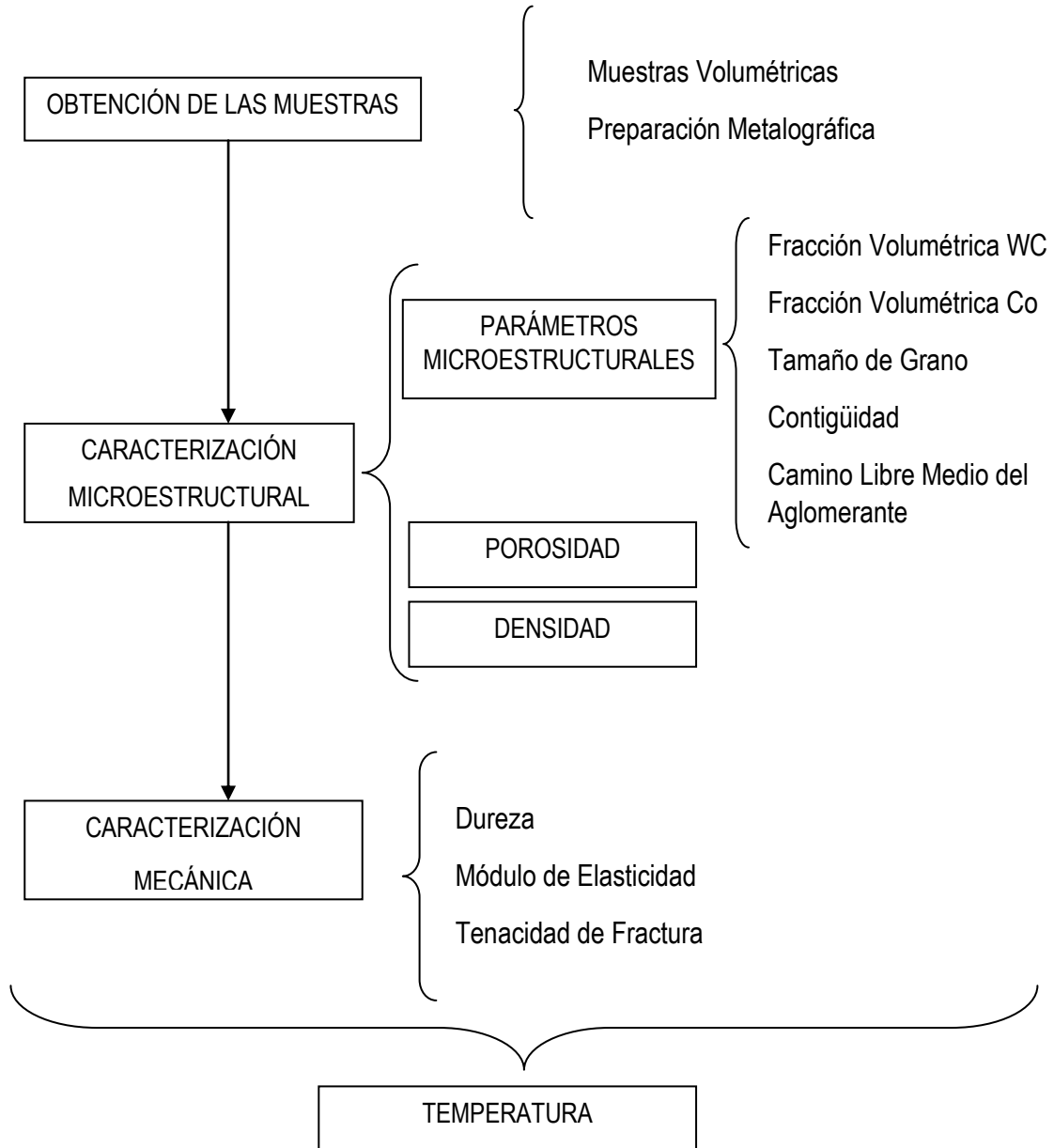


Figura 3.1. Diagrama de flujo del procedimiento experimental.

3.1. OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS

3.1.1. Muestras Volumétricas

Las muestras volumétricas ensayadas en esta investigación fueron compuestos de Carburo de Tungsteno (WC) con un seis (6) porciento en peso de Cobalto (Co) aditivadas con 0.5% de Carburo de Titanio (TiC) y 0.5% de Carburo de Tántalo (TaC), las cuales fueron facilitadas por la empresa estadounidense Stellram-An Allergheny Techonology Company (Fig. 3.2). Las dimensiones de las probetas se aprecian en la tabla 3.1. Las mismas fueron obtenidas mediante un proceso de sinterización al vacío a diferentes temperaturas expresada en la tabla 3.2.

Tabla 3.1 Dimensiones de las Muestras Volumétricas.

WC/6Co/0,5TiC Temperatura (°C)	DIMENSIONES (mm)	WC/6Co/0,5TaC Temperatura (°C)	DIMENSIONES (mm)
1325	10,83x21,67x4,53	1325	10,73x21,39x4,36
1375	10,40x10,57x4,33	1375	10,75x21,07x4,37
1400	10,79x21,08x4,35	1400	10,55x21,04x4,32
1425	10,55x21,12x4,33	1425	10,52x21,14x4,39
1475	10,49x21,05x4,44	1475	10,48x20,88x4,44
1525	10,52x21,05x4,45	1525	10,52x21,03x4,39
1575	10,52x10,95x2,96	1575	10,53x21,06x4,39

Tabla 3.2 Composición y temperaturas de sinterización de las muestras.

COMPOSICIÓN	TEMPERATURA °C						
	1325	1375	1400	1425	1475	1525	1575
WC/6Co/0,5TiC							
WC/6Co/0,5TaC							

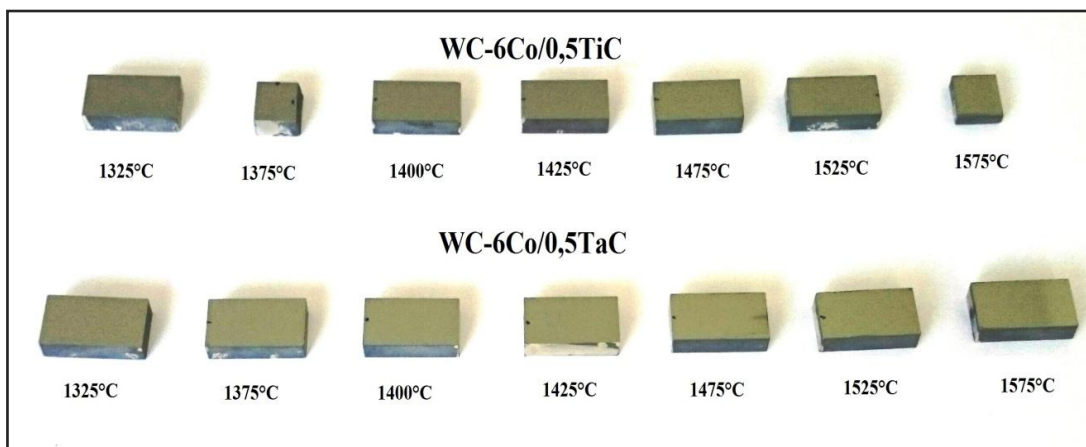


Figura 3.2 Muestras de los compuestos volumétricos de WC-6Co/0,5TiC y WC-6Co/0,5TaC facilitadas por la empresa Stellram-An Allergheny Techonology Company.

3.1.2. Preparación Metalográfica

Como primer paso de la metodología experimental, se realizó la preparación metalográfica. Este procedimiento consiste en el de desbaste y pulido de las muestras, para garantizar así, una superficie especular y libre de artefactos. Este procedimiento se llevó a cabo en el equipo marca *BUEHLER* modelo MetaServ 2000 (Fig. 3.3), proporcionado por el laboratorio de Tribología de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la UCV, siguiendo la secuencia metalográfica establecida por la compañía *STRUERS* (EEUU) ⁽²⁴⁾, expresada en la tabla 3.3. Los discos y las suspensiones utilizadas para la preparación se muestran en la figura 3.4.

Tabla 3.3 Secuencia de preparación metalográfica para los materiales volumétricos a base de WC.

ETAPA	SUPERFICIE	LUBRICANTE	ABRASIVO	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)
Desbaste	MD-Piano 1200	Agua	Diamante	Hasta conseguir superficie plana	300
	MD-Allegro	Verde/Azul	Suspensión de diamante 9 μ m	5	150
	MD-Largo	Verde/Azul	Suspensión de diamante 3 μ m	5	150
	MD-Dac	Verde/Azul	Suspensión de diamante 3 μ m	5	150
Pulido	MD-Chem	OP-S	Suspensión de sílice coloidal	2	150



Figura 3.3 Desbastadora y pulidora marca *BUEHLER* modelo MetaServ 2000.

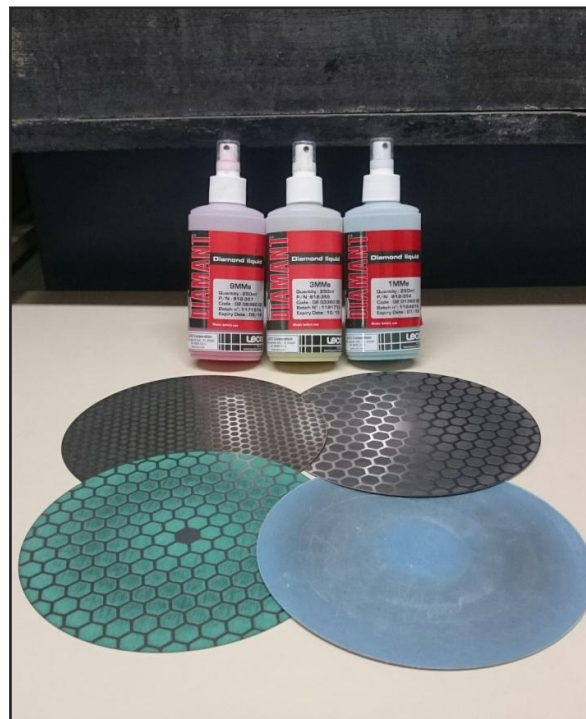


Figura 3.4 Discos y suspensiones utilizados para la preparación metalográfica de las muestras volumétricas.

Una vez realizada la preparación metalográfica, se llevó a cabo una limpieza por ultrasonido (Fig. 3.5), donde se utilizó alcohol absoluto como agente en el proceso, con la finalidad de eliminar impurezas de las muestras y poder así observarlas en el microscopio óptico.



Figura 3.5. Limpieza por ultrasonido.

3.1.3. Microscopía óptica

En esta etapa se realizó la microscopía óptica con la finalidad de observar los resultados de la preparación metalográfica pudiendo apreciar las imperfecciones del proceso de desbaste y pulido así como también la presencia o no de fase- η y porosidad, este procedimiento se llevó a cabo en un microscopio óptico marca Olympus PMG 3 Japan, mostrado en la figura 3.6, el cual tiene integrado el software

PaxCam modelo PX-CMB (Fig.3.7), que permite adquirir imágenes a diferentes distancias focales y aumentos a 50x, 100x, 200x, 500x, en tiempo real.



Figura 3.6 Microscopio óptico marca Olympus PMG 3 Japan.



Figura 3.7 Software PaxCam modelo PX-CMB integrado al microscopio óptico.

3.2. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

3.2.1. Porosidad

La determinación de la porosidad se realizó con base en la norma ASTM B276 a partir de siete (7) campos de imágenes obtenidas por microscopía óptica, las cuales fueron tomadas a 100X y 200X para luego ser procesadas de la misma manera con la cual se determina el tamaño de grano haciendo uso del software ImageJ. Con ello se permitió determinar el tipo de porosidad, el tamaño promedio de los poros y el porcentaje de área que estos ocupan.

La norma ASTM B276 ⁽¹⁷⁾ establece dos tipos de porosidades, tipo A (menor a 10 μ m) determinada con imágenes a un aumento de 100X, y reportadas con la nomenclatura A02, A04, A06 o A08, donde el número indica el volumen de poro promedio siendo este 0,02%, 0,04%, 0,06%, 0,08% respectivamente. La porosidad tipo B es procesada con imágenes obtenidas a un aumento de 200X, y reportadas como B02, B04, B06, B08 respectivamente de forma análoga.

3.2.2. Densidad

La densidad fue hallada por el método de Arquímedes, como primer paso, se colocaron las muestras sobre una balanza electrónica marca Denver Instrument modelo APX-200 (Fig. 3.8) para hallar su masa, luego fueron sumergidas en un cilindro graduado que contenía 2 ml de 2-propanol para poder calcular el volumen desplazado por cada muestra (Fig. 3.9). Los equipos y utensilios usados fueron proporcionados por el laboratorio de Tribología de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales de la UCV.



Figura 3.8 Balanza marca Denver Instrument modelo APX-200.



Figura 3.9 Procedimiento de medición del volumen desplazado por cada muestra volumétrica con el uso de un cilindro graduado.

3.2.3. Ataque químico

El fundamento de este procedimiento se basa en que el constituyente metalográfico de mayor velocidad de reacción es atacado de forma más rápida y por lo tanto se observa con tonalidades más oscuras durante el proceso de microscopía. Por su parte, el menos atacable permanecerá más brillante. Para el caso en estudio, el cobalto (Co) es afectado en mayor medida por el ataque químico, por lo tanto el Tungsteno (W) reflejará mayor cantidad de luz y se verá con más brillo en el microscopio.

Este procedimiento se llevó a cabo sumergiendo las muestras con temperatura de sinterización de 1325°C, 1375°C, 1400°C y 1425°C, en un reactivo constituido por 90% de Peróxido de Hidrogeno (H_2O_2) y 10% de Ácido Nítrico (HNO_3) como propone Sug-Woo 2001 ⁽²⁵⁾, esta solución fue colocada en un beaker, el cual fue apostado sobre una plancha hasta alcanzar una temperatura constante de 60°C en la solución (Fig. 3.10). Luego de cumplir con la condición mencionada se procedió a sumergir cada muestra por un tiempo de dos (2) minutos, este tiempo fue establecido a través de ensayo y error, ya que el tiempo señalado en la investigación era insuficiente para las muestras; finalizado el mismo, se procedió a lavar la probeta con abundante agua, se realizó una limpieza por ultrasonido para finalmente ser secadas.



Figura 3.10 Ataque químico realizado a las muestras de menor temperatura en ambos compuestos.

3.2.4. Microscopía Electrónica de Barrido

Posterior a la preparación metalográfica de las muestras, se realizó la caracterización microestructural mediante la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en modo de electrones retrodispersados (información cualitativa química). El equipo utilizado fue un Microscopio Electrónico de Barrido marca Jeol modelo JSM-6390 el cual tiene acoplado un sistema de adquisición de imágenes modelo INCA de Oxford Instruments (Fig. 3.11), ubicado en el Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar sede Caracas.



Figura 3.11 Microscopio Electrónico de Barrido marca Jeol modelo JSM-6390 con sistema de adquisición de imágenes modelo INCA de Oxford Instruments.

Como paso previo a la toma de las fotomicrografías las muestras fueron recubiertas con oro por un tiempo de cuatro (4) minutos mediante un proceso conocido como “Sputtering” o metalización por plasma (Fig. 3.12). Realizado el recubriendo, se tomaron 10 fotomicrografías a aumentos de 5000X, 10000X y

15000X por cada muestra con un voltaje de aceleración del haz de electrones de 30 kV, con el objetivo de determinar los parámetros microestructurales (tamaño de partícula de WC, contigüidad de la fase de WC, fracciones volumétricas de las fases presentes y camino libre medio de la fase aglomerante).



Figura 3.12 Proceso de metalización por plasma.

3.2.5. Determinación de parámetros microestructurales a partir del software ImageJ.

La determinación de los parámetros microestructurales de los compuestos volumétricos de WC-6Co/0.5TiC y WC-6Co/0.5TaC se realizó mediante el analizador de partículas del software ImageJ desarrollado por Wayne Rasband del Instituto Nacional de la Salud (NIH) por sus siglas en inglés, para la determinación del tamaño de grano de WC y las fracciones volumétricas de Co y de WC. ImageJ es un programa de procesamiento de imágenes que permite editar y analizar imágenes en distintos formatos, puede calcular el área y las estadísticas de píxeles seleccionados y definidos por el usuario así como el umbral de intensidad en objetos. Puede medir distancias y ángulos, así como realizar operaciones lógicas y aritméticas entre imágenes, manipulación de contraste, convolución, análisis de Fourier, nitidez, suavizado, detección de bordes, filtrado de mediana, entre otras.

Partiendo de eso fueron seleccionadas imágenes representativas de cada temperatura de sinterización, mediante siete (7) campos de imágenes tomadas por microscopía electrónica de barrido para cada condición. Para ilustrar el procedimiento de obtención de los parámetros microestructurales mencionados se parte de una imagen obtenida en modo de imágenes de electrones retrodispersados (Fig. 3.13).

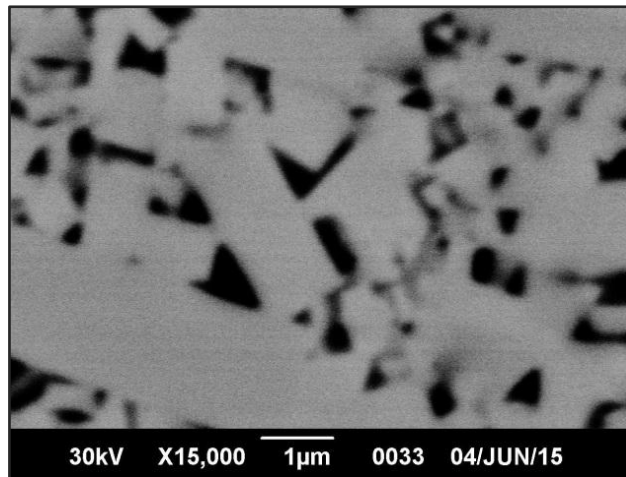


Figura 3.13 Fotomicrografía del compuesto WC/6Co/0.5TiC, obtenida mediante SEM, a una magnificación de 15.000X.

Inicialmente, luego de ejecutar ImageJ, es necesario incluir la fotomicrografía que se pretende analizar en la interfaz del software, seleccionando la opción “Open” y haciendo clic en la imagen escogida como se muestra en la siguiente Figura 3.14.

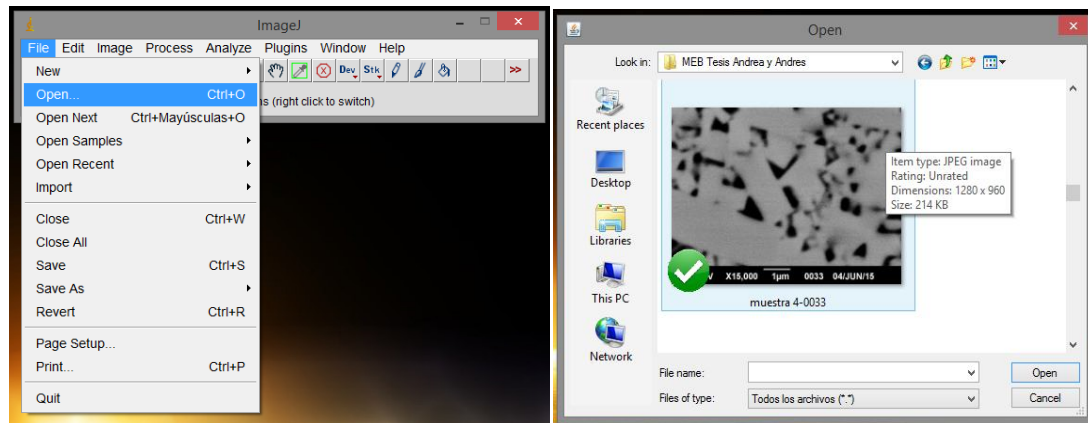


Figura 3.14 Selección de la fotomicrografía a ser analizada mediante el software ImageJ

Una vez desplegada la imagen se debe calibrar la escala, de manera tal de obtener la medida equivalente a un (1) pixel en la fotomicrografía, para ellos se selecciona la micromarca ubicada en la parte inferior de la imagen mediante la herramienta “Straight” y se aplica “Set scale” como se muestra en la Figura 3.15, posteriormente se proporciona la información al programa acerca de la longitud de la micromarca y la unidad de medida.

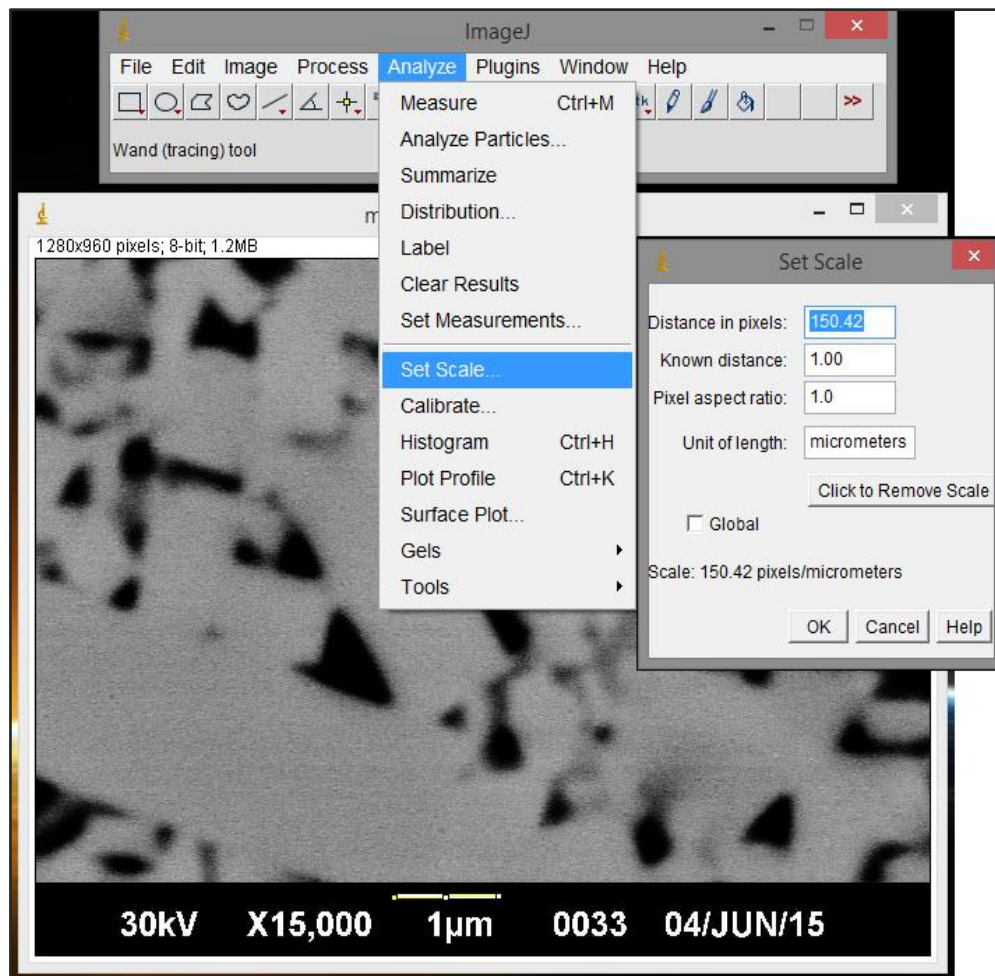


Figura. 3.15 Calibración de la escala mediante el uso de la micromarca como referencia (1µm). Relacionando la cantidad de pixeles por micrómetro para una fotomicrografía obtenida mediante MEB a un aumento de 15.000X.

A continuación, se restringe la región de la imagen que será analizada por el software, ya que el mismo trabaja con arreglos de pixeles negros y blancos, por ende

la barra que se encuentra en la parte inferior de la fotomicrografía, la cual contiene los datos de la misma, no debe ser tomada en cuenta. Este procedimiento se realiza colocando en un cuadro la sección de interés con la herramienta “Rectangular” y luego seleccionando la opción “Image>Crop” como se muestra en la Figura 3.16.

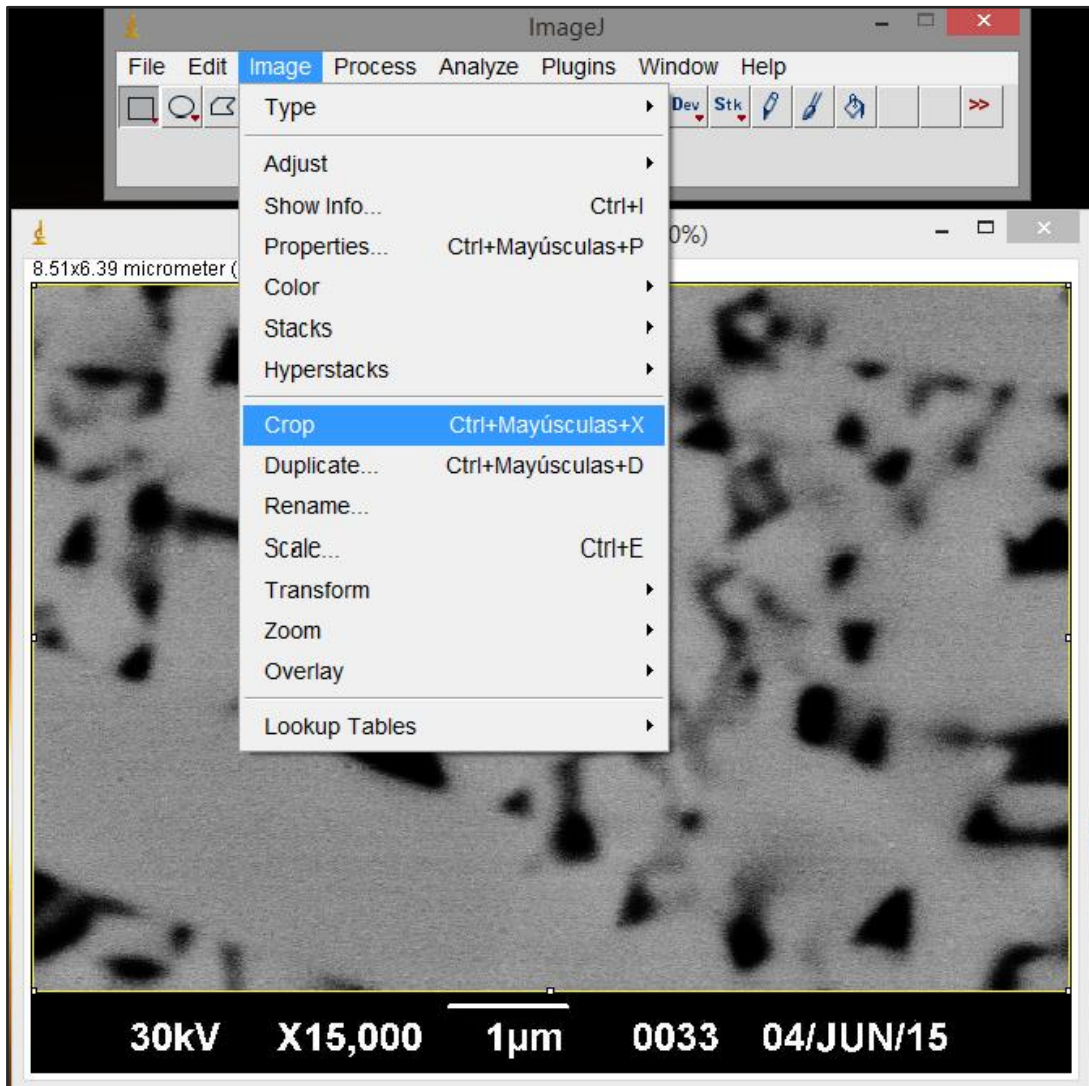


Figura. 3.16 Procedimiento para cortar una fotomicrografía con el software ImageJ, haciendo uso de la herramienta Crop.

Posteriormente se reducirá el ruido de la fotomicrografía haciendo uso de la opción “Process>Noise>Remove outliers” para así conseguir bordes nítidos y

definidos, lo cual es esencial para el análisis de la imagen y la obtención de los parámetros microestructurales. Se sugiere que el uso de esta herramienta de filtro se mantenga entre un bajo rango de radios comprendido entre 2 a 6 píxeles, para una imagen binaria y para una imagen en escala de grises, respectivamente. Este procedimiento es ilustrado en la Figura 3.17.

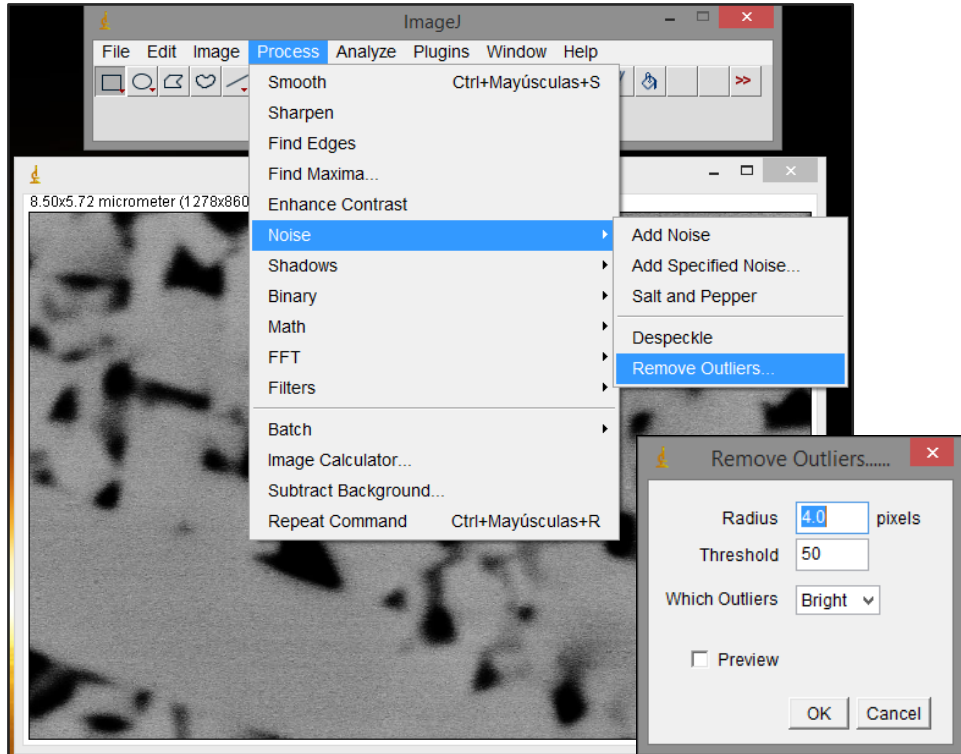


Figura.3.17 Proceso de reducción de ruido de una fotomicrografía tomada mediante MEB a un aumento de 15000X a través de la opción “Remove Outliers”.

Para la obtención de una imagen binaria se hará uso de la aplicación del umbral (Process<Adjust<Threshold), la cual tendrá un formato de 8-bit. “Threshold” es una herramienta que permite ajustar de forma automática o interactiva los valores, superior e inferior de umbral de la imagen, logrando la segmentación de la misma en escala de grises a una imagen en blanco y negro. Esta es una de las fases finales necesarias para que el analizador de imágenes, incorporado al software, pueda

procesar y obtener los parámetros microestructurales de la muestra. Este paso se muestra en la Figura 3.18.

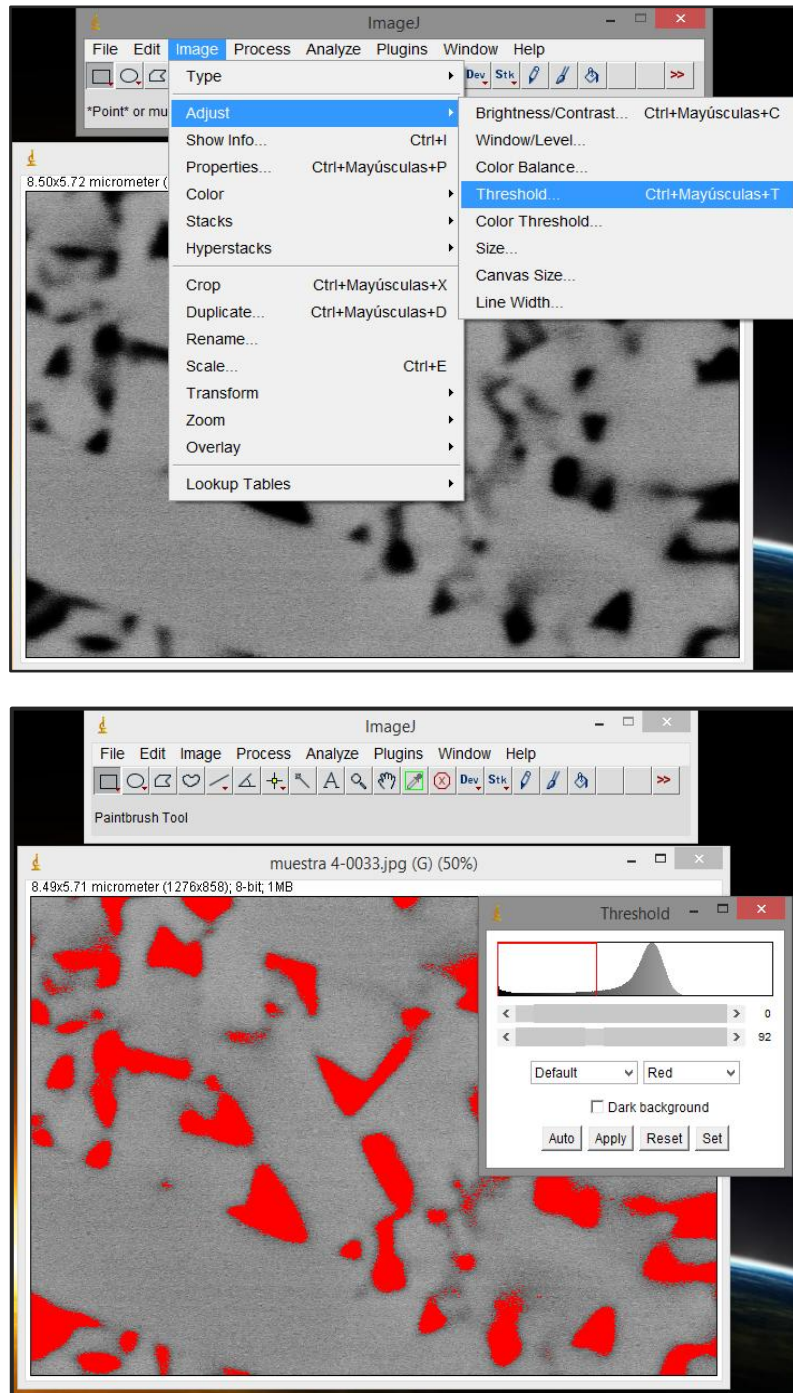


Figura 3.18 Aplicación del umbral mediante la opción “Threshold” para conseguir una imagen binaria, a partir de una fotomicrografía con una magnificación de 15000X.

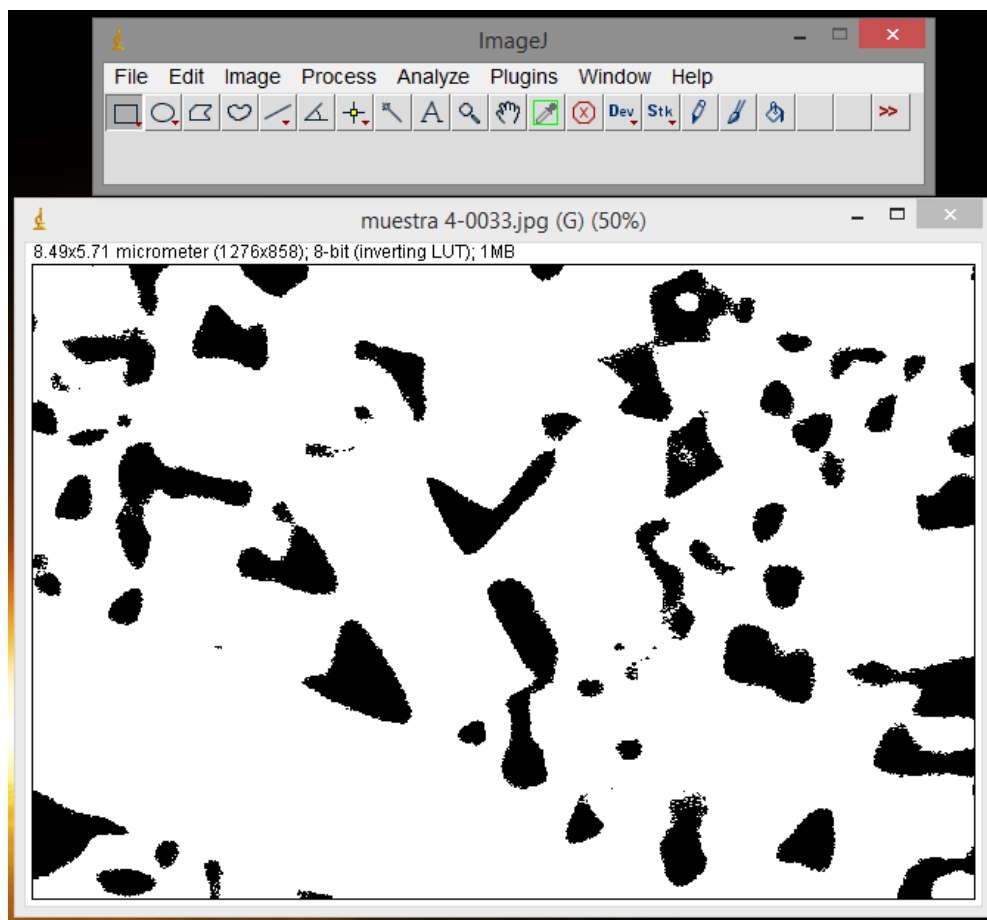


Figura. 3.19 Imagen binaria resultante al aplicar el umbral a través del método “Threshold” realizado a una fotomicrografía con aumento de 15000X.

Es preciso crear un patrón negativo de la imagen binaria (Fig. 3.19) obtenida luego de aplicar el umbral y ya que el analizador de imagen obtiene los parámetros de la región de píxeles negros, es necesario invertir la imagen binaria para que el tamaño de grano y fracción de área calculado por el software sea el correspondiente al WC. Para ello se utiliza la opción “Edit>Invert” como se ilustra en la Figura 3.20.

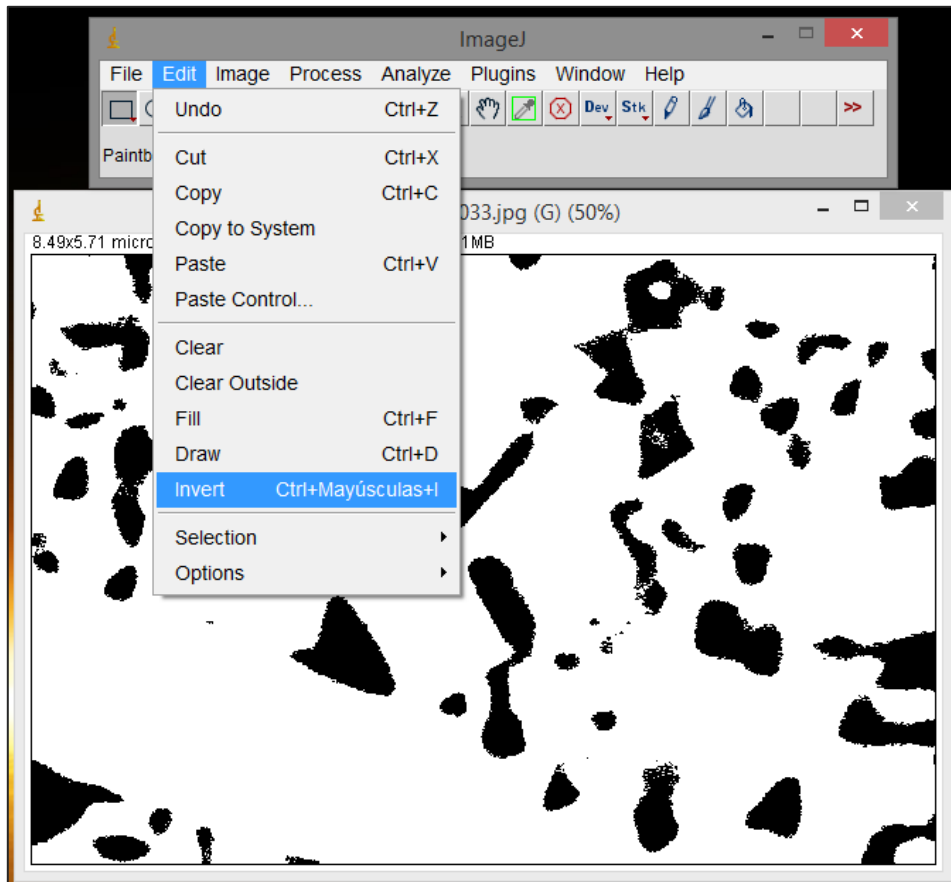


Figura. 3.20 Método para invertir la imagen binaria obtenida luego de aplicar el umbral del software ImageJ a través de la opción “Invert” sobre una fotomicrografía con un aumento de 15000X.

Luego de llevar a cabo la edición y adaptación de la fotomicrografía en estudio, finalmente los resultados calculados para el tamaño de grano, y fracción volumétrica de WC, serán proporcionados haciendo uso de la herramienta de analizador de partículas “Analyze particles” (“Analyze>Analyze Particles). Los resultados obtenidos se presentan en una ventana llamada “Summary”, entre los cuales además de tamaño de grano (“Average Size”) proporciona el conteo de granos y los detalles de cada uno de los granos obtenidos en la hoja de “Results”. Este último paso se ilustra en la Figura 3.21.

Ahora bien, por último una vez obtenida la fracción volumétrica del WC para los compuestos de WC-6Co/0.5TiC y WC-6Co/0.5TaC mediante el analizador de partículas del software ImageJ, la fracción volumétrica del Co se calcula a través de la siguiente ecuación:

$$f_{Co} = 1 - f_{WC} \quad (18)$$

De la misma forma para el porcentaje de área de Co se aplica la ecuación:

$$\%f_{Co} = 100 * f_{Co} \quad (19)$$

3.2.6. Contigüidad de las partículas de WC.

La contigüidad es la fracción de área específica superficial de WC compartida por partículas de la misma fase, es una medida de la conectividad o grado de contacto entre las partículas de WC que además es independiente del tamaño de grano de las mismas. Ésta se determinó mediante el modelo propuesto por Luyckx y Love (2006)⁽²⁶⁾ en el cual se toma en cuenta la fracción de volumen de la fase de Co a través de la siguiente expresión:

$$C \cong 1 - \frac{V_{Co}}{(1-V_{Co})(5,975V_{Co}^2 - 0,691V_{Co} + 0,214)} \quad (20)$$

En donde V_{Co} es la fracción volumétrica de cobalto.

3.2.7. Camino libre medio de la fase aglomerante de Co.

El camino libre medio del aglomerante es un parámetro que relaciona la microestructura con las propiedades del material y se define como la medida de todas las distancias entre carburos presentes en una micrografía. Es una medida del espesor de la capa de cobalto que depende del contenido del mismo y del tamaño de grano de la partícula, el cual puede ser calculado a partir de la ecuación establecida por Underwood (1970)⁽²⁷⁾

$$\lambda = L * \frac{1-f_c}{f_c} \quad (21)$$

Donde L^* es el tamaño promedio de partícula de carburo, λ es el camino libre medio del aglomerante y f_c es la fracción de volumen de la fase carburo determinada mediante el análisis de imágenes.

3.3. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LAS MUESTRAS

3.3.1. Determinación de la Dureza

Se realizaron los ensayos de dureza por indentación convencional Vickers como lo establece la norma ASTM E 384-11. Para ello se utilizó un durómetro marca Buehler modelo 1105 (Fig.3.22) que consta de una punta piramidal de diamante de base cuadrada tipo Vickers. Las indentaciones se llevaron a cabo sobre la superficie de las muestras previamente pulidas. Las condiciones de trabajo fueron, una carga aplicada de 1Kgf (9,8N) durante un tiempo de quince (15) segundos, este proceso se llevó a cabo a temperatura ambiente realizándose un total de cinco (5) indentaciones por muestra.



Figura 3.22 Durómetro Buehler modelo 1105.

Este equipo arroja de manera precisa las medidas de las diagonales de la huella generada por el indentador, lo que permite calcular el valor de la dureza según la ecuación:

$$HV = \frac{1,8544P}{d^2} \quad (22)$$

Donde: P representa la carga aplicada en Kgf y d es el promedio de la longitud de las diagonales de la impresión de la microindentación, medidas en milímetros; siendo así las unidades de la dureza Vickers: Kgf/mm².

3.3.2. Determinación del Módulo de Elasticidad

El módulo de elasticidad de los compuestos volumétricos a base de WC se determinó mediante ensayos de indentación instrumentados luego de que las muestras fueran preparadas metalográficamente mediante la secuencia expresada anteriormente. El ensayo se llevó a cabo en el equipo marca Buehler modelo FV700, mostrado en la Figura 3.23, con un indentador Knoop y parámetros de 1Kgf para la carga y un tiempo de quince (15) segundos, todas las probetas fueron indentadas cinco (5) veces en la superficie previamente pulida, manteniendo una distancia aproximada de cuatro (4) veces el valor de la diagonal mayor, con el fin de evitar interferencia entre las huellas residuales.



Figura 3.23 Macrodurómetro marca Buehler modelo FV700.

Los valores para el módulo de elasticidad se determinaron mediante el método de *Marshall et al* ⁽²⁸⁾, el cual basa su teoría en la recuperación elástica del material después de la descarga, relacionando las longitudes de las diagonales mayor y menor, a' y b' respectivamente, producidas por el indentador Knoop en términos de la relación de la dureza y el módulo de elasticidad como se indica en la siguiente ecuación:

$$\frac{b'}{a'} \approx \frac{b'}{a'} = \frac{b}{a} - \alpha \frac{HV}{E} \quad (23)$$

En la cual $2a'$ y $2b'$ son los valores de las longitudes de las diagonales mayor y menor respectivamente de la huella del indentador Knoop. El valor de la constante

$\alpha \approx 0,45$, HV es la dureza Vickers en GPa y finalmente E es el módulo de elasticidad igualmente en GPa.

Por último, despejando la ecuación del modelo de Marshall se tiene:

$$E = \alpha \frac{HV}{\left(\frac{b}{a} - \frac{b'}{a'}\right)} \quad (24)$$

El modelo de Marshall *et al* ⁽²⁸⁾, parte del hecho que la longitud de la diagonal mayor permanece constante después de la aplicación de la carga, es decir, $2a = 2a'$ mientras que la longitud de la diagonal menor ($2b'$) si presenta variación. Asimismo para la relación de las diagonales del indentador se tiene que ($b/a \approx 1/7$). La geometría del indentador Knoop y ángulo del ápice de la mayor y menor diagonal se muestran en la Figura 3.24.

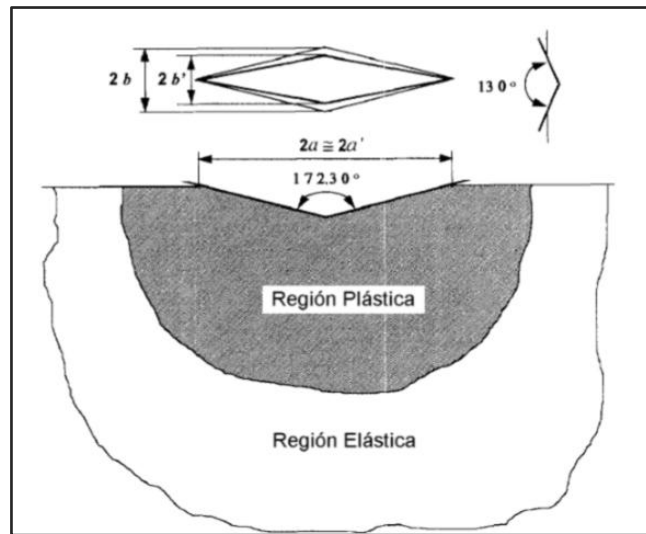


Figura 3.24 Recuperación elástica de una indentación Knoop y geometría del indentador piramidal Knoop.

La medición de las diagonales de las huellas residuales fueron obtenidas a través de fotomicrografías tomadas a un aumento de 200X mediante microscopía óptica, se hizo uso del software ImageJ con la finalidad de obtener, con mayor exactitud, el valor de las longitudes producidas luego de la indentación, ya que este

modelo tiende a arrojar errores de dispersión debido a la apreciación de las mediciones realizadas mediante la instrumentación del equipo.

3.3.3. *Determinación de la Tenacidad de Fractura*

El método empleado para la determinación de la tenacidad de fractura se basa en la observación y medición de las grietas generadas en los vértices de las indentaciones Vickers. Esta técnica toma en cuenta el tipo de grieta formada y las clasifica en dos modelos; grieta Palmqvist, y grieta Mediana-radial. Los mismos difieren en el comportamiento de la grieta bajo la superficie del material, como se observa en la Figura 3.25.

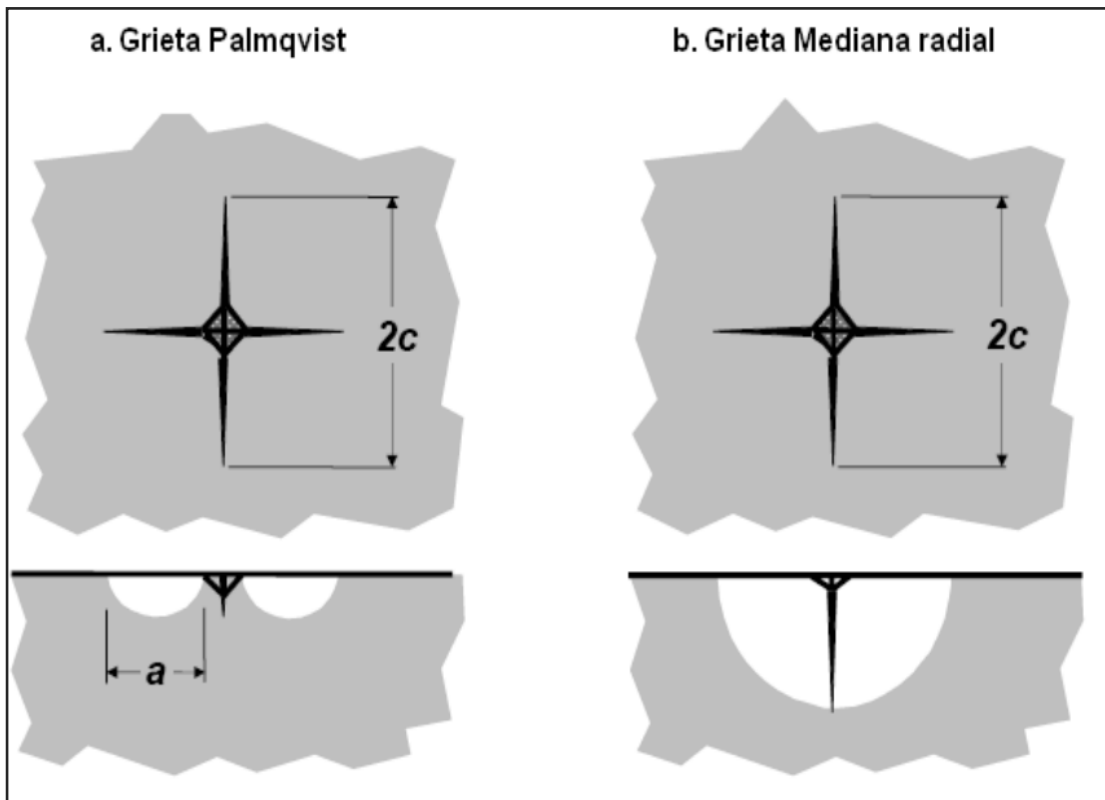


Figura 3.25 Modo de agrietamiento en una indentación: (a) tipo Palmqvist y (b) tipo mediana radial o Half-Penny.

Para ambos casos se emplean distintas ecuaciones y modelos estudiados en apartados anteriores, seleccionando los más apropiados para compuestos

volumétricos a base de WC-Co de acuerdo a estudios previos ⁽²⁹⁾ y expresados según el tipo de grieta. A continuación se presentan las ecuaciones desarrolladas las cuales fueron descritas en el apartado anterior:

Para el sistema de grietas tipo Mediana-radial:

Ecuación de Evans y Charles (1976)

$$K_c = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}}$$

Ecuación de Lawn, Evans y Marshall (1980)

$$K_c = 0,0134 \left(\frac{E}{HV} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}}$$

Ecuación de Antis *et al.* (1981)

$$K_c = 0,016 \left(\frac{E}{HV} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}}$$

Para el sistema de grietas tipo Palmqvist:

Ecuación de Shetty, Wright, Mincer y Clauer (1985)

$$K_c = 0,0319 \frac{P}{al^{1/2}}$$

Ecuación de Niihara, Morena y Hasselman (1982)

$$K_c = 0,0089 \left(\frac{E}{HV} \right)^{2/5} \frac{P}{al^{1/2}}$$

Para $\frac{l}{a} \approx 0,25$ a $2,5$

Donde Kc es la tenacidad a fractura en $MPa \cdot m^{1/2}$; HV la dureza Vickers en N/mm^2 . P la carga aplicada en el ensayo de dureza que genera las grietas en N (newton); E el módulo de elasticidad del material en MPa ; a es la longitud de la diagonal de la indentación en m (metro), mientras que l es la longitud de las grietas promedio en m (metro). c es la sumatoria de longitud de la diagonal de la indentación y la longitud de las grietas promedio en m (metro).

3.3.3.1. Carga aplicada para calcular la tenacidad de fractura.

Para las indentaciones se empleó un durómetro universal marca Wolpert (Fig. 3.26), con un indentador piramidal de diamante Vickers, usando una carga de 30 Kgf con un período de aplicación de 60 segundos, a temperatura ambiente, las muestras fueron indentadas cinco (5) veces en la sección transversal pulida previamente, manteniendo una distancia aproximada de cinco (5) veces el valor de la diagonal más el valor de una de las grietas obtenidas, con el fin de evitar interferencia entre grietas.

Las condiciones de carga a las cuales fueron sometidos los compuestos volumétricos se establecieron siguiendo la metodología de investigaciones anteriores en las cuales se llevó a cabo un conjunto de indentaciones preliminares con diversas cargas partiendo de 30 Kgf hasta 100 Kgf en las muestras con las condiciones de temperatura de sinterización de $1325^{\circ}C$, la temperatura más baja, y $1575^{\circ}C$, temperatura más alta, con la intención de estimar el valor de la carga a utilizar, de manera tal que se generaran grietas en los vértices de la huella residual para todo el conjunto de condiciones a estudiar para el cálculo de la tenacidad de fractura ⁽³⁰⁾.



Figura 3.26 Durómetro universal marca Wolpert.

3.3.3.2. Carga aplicada y medición de longitudes de grietas.

Se realizaron cinco (5) macroindentaciones en las muestras previamente pulidas, dejando un espaciado entre cada una de ellas de aproximadamente cuatro veces el valor de la diagonal más el valor de una de las grietas obtenidas, para así evitar cualquier tipo de interferencia entre indentaciones. Se utilizó nuevamente microscopía óptica para obtener las imágenes de estas macroindentaciones y posteriormente se midió el valor de las diagonales a través del software ImageJ.

3.3.3.3. Determinación del tipo de agrietamiento.

Para una mejor estimación de la tenacidad de fractura, se debe determinar el tipo de grieta que las macroindentaciones provocan para así poder aplicar el modelo adecuado. Para ello es necesaria la aplicación del método de remoción de capas sucesivas mediante la aplicación de la última secuencia de pulido según la metodología seguida en la preparación metalográfica, es decir el uso del disco

MD-Dac con una suspensión de diamante de $3\mu\text{m}$ y $1\mu\text{m}$ durante periodos de un (1) minuto, verificando el tipo de agrietamiento a través del software Paxcam del microscopio óptico.

Por último se caracteriza el tipo de grieta a través del siguiente criterio: Si al finalizar el proceso de remoción de capas la indentación ha desaparecido, pero se aprecia marca aún, se trata de una grieta tipo mediana-radial. Si por el contrario al finalizar la remoción no existe huella, quiere decir que la grieta es de tipo Palmqvist.

Este método fue aplicado para las indentaciones de menor y mayor temperatura de sinterización, 1325°C y 1575°C respectivamente, de manera tal que si ambas arrojan un mismo tipo de grieta, se puede suponer que el resto de las temperaturas tendrán el mismo tipo de agrietamiento, pudiéndose aplicar entonces el mismo modelo para los catorce (14) compuestos volumétricos.

Efectivamente luego de la remoción de capas se determinó que el tipo de agrietamiento presentado tanto para los compuestos WC-6Co/0.5TiC como WC-6Co/0.5TaC fue del tipo Palmqvist.

CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En el siguiente capítulo están contenidos los resultados obtenidos del procedimiento experimental descrito en el capítulo III, para los compuestos volumétricos de Carburo de Tungsteno con un 6% en peso de Cobalto, aditivados con 0.5% de Carburo de Titanio y 0.5% de Carburo de Tántalo, y las respectivas temperaturas de sinterización con respecto a parámetros microestructurales y propiedades mecánicas. A continuación, las mismas son correlacionadas para determinar la manera en que estos afectan el tamaño de grano, la contigüidad de los WC y el camino libre medio de Co con respecto a la tenacidad de fractura y la dureza.

4.1. DENSIDAD

El cálculo de la densidad de los compuestos volumétricos, llevado a cabo siguiendo el procedimiento propuesto en la norma ISO-3369, a través del Principio de Arquímedes, arrojó valores promedio de $15,2217 \text{ g/cm}^3$ para las muestras aditivadas con 0.5% Carburo de Titanio y de $14,3139 \text{ g/cm}^3$ para las muestras aditivadas con 0.5% Carburo de Tántalo. En las tablas 4.1 y 4.2 se presentan los resultados obtenidos de cada muestra a las distintas temperaturas de sinterización para ambos compuestos. Los valores de densidad obtenidos son similares a los referidos por la literatura que se encuentran comprendidos entre 15 g/cm^3 para las aleaciones de WC-Co de bajo cobalto, hasta valores de 10 o 12 g/cm^3 para los grados de carburos altamente aleados.

Tabla 4.1. Valores de densidad para compuestos de WC-6Co/0.5TiC según la temperatura de sinterización.

	Temperatura (°C)	Masa (g)	Volumen (cm^3)	Volumen Desplazado (cm^3)	Densidad (g/cm^3)
TiC	1325	14.4498	3.00	1.00	14.4498
	1375	6.9196	2.40	0.40	17.2990
	1400	14.0064	2.90	0.90	15.5626
	1425	14.3073	3.00	1.00	14.3073
	1475	14.4129	3.00	1.00	14.4129
	1525	14.9414	3.00	1.00	14.4914
	1575	4.8087	2.30	0.30	16.029
					Promedio

Tabla 4.2. Valores de densidad para compuestos de WC-6Co/0.5TaC según la temperatura de sinterización.

	Temperatura (°C)	Masa (g)	Volumen (cm³)	Volumen Desplazado (cm³)	Densidad (g/cm³)
TaC	1325	14.3672	3.05	1.05	13.6830
	1375	14.3741	3.00	1.00	14.3741
	1400	14.3375	3.00	1.00	14.3375
	1425	14.4591	3.00	1.00	14.4591
	1475	14.4933	3.00	1.00	14.4933
	1525	14.4522	3.00	1.00	14.4522
	1575	14.3958	3.00	1.00	14.3985
					Promedio

4.2. POROSIDAD

La porosidad fue una característica apreciable en las muestras con menor temperatura de sinterización en ambos compuestos, los cuales presentaron una porosidad Tipo A08 con valores menores a 10 µm. Dichos valores están representados en las tablas 4.3 y 4.4 calculados mediante el análisis de partículas del software ImageJ mostrado en la figura 4.1, permitiendo determinar el tamaño promedio de poro, el porcentaje de porosidad y la circularidad; esta última comprendida entre 0 y 1, siendo 1 el valor más cercano a una circunferencia.

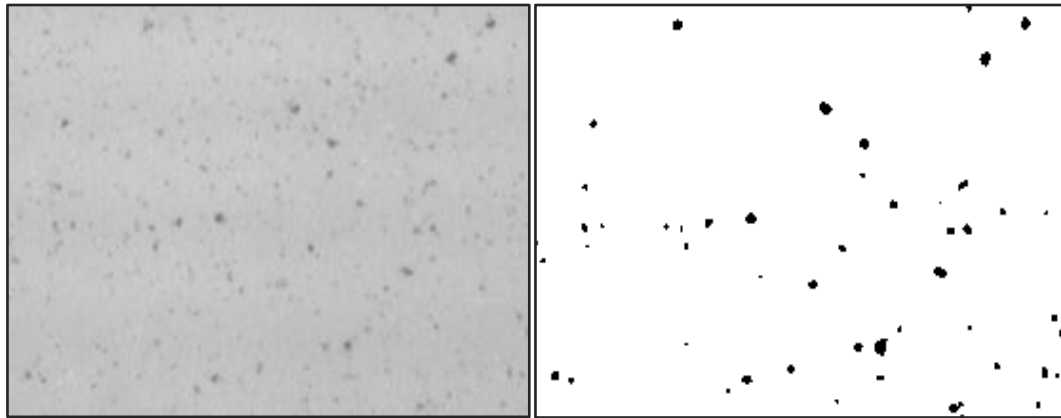


Figura 4.1 Procedimiento para determinar la porosidad mediante el software ImageJ a partir de una fotomicrografía tomada mediante microscopía óptica con un aumento de 200X

Tabla 4.3 Porosidad en compuestos de WC-6Co/0.5TiC

	Temperatura (°C)	Tamaño de poro promedio (μm)	Porosidad (%)	Circularidad (μm)
TiC	1325	0,16 \pm 0,01	1,68 \pm 0,30	0,87 \pm 0,004
	1375	0,10 \pm 0,02	0,1	0,89 \pm 0,04
	1400	0,13 \pm 0,02	0,17 \pm 0,04	0,87 \pm 0,01
	1425	0,16 \pm 0,03	0,1	0,86 \pm 0,01
	1475	0,15 \pm 0,02	0,17 \pm 0,04	0,85 \pm 0,01
	1525	0,13 \pm 0,04	0,11 \pm 0,03	0,86 \pm 0,02
	1575	0,15 \pm 0,05	0,12 \pm 0,04	0,85 \pm 0,01

Tabla 4.4 Porosidad en compuestos de WC-6Co/0.5TaC

	Temperatura (°C)	Tamaño de poro promedio (µm)	Porosidad (%)	Circularidad (µm)
TaC	1325	0,12±0,01	2,43±0,16	0,87±0,006
	1375	0,12±0,01	0,7±0,11	0,89±0,004
	1400	0,26 ±0,14	0,2±0,05	0,83±0,04
	1425	0,08±0,007	0,2±0,05	0,86±0,01
	1475	0,12±0,04	0,13±0,04	0,87±0,02
	1525	0,13±0,04	0,11±0,03	0,87±0,02
	1575	0,08±0,01	0,1±0	0,87±0,05

La porosidad se presenta debido a una incorrecta temperatura de sinterización que conduce a un llenado de forma incompleta de la matriz de carburo por parte de la fase de cobalto ⁽³¹⁾ lo cual puede solventarse con un aumento de la temperatura de sinterización. Como se puede observar, a una temperatura de sinterización de 1400°C las muestras no presentan una elevada porosidad, esto se debe que esta temperatura corresponde con el punto de fusión de W-C-Co y el eutéctico de Co-C, lo cual permitiría la sinterización en fase líquida.

Porcentajes de porosidad mayores a 0,2 representan problemas en la implementación de estos materiales como herramientas de corte y se exhibieron en el compuesto aditivado con carburo de titanio (TiC) sinterizado a 1325°C con un valor de 1,6857 ±0,30% y en los compuestos aditivados con carburo de tántalo (TaC) sinterizados a 1325°C y 1375°C con valores de 2,4285±0,16% y 0,7±0,11%.

Con respecto a la circularidad, los valores promedios para los compuestos fueron 0,8697 y 0,8712 para compuestos aditivados con TiC y TaC respectivamente lo cual representa una alta circularidad de los poros, sin embargo no es suficiente para determinar que se deba a la adición de gases la causa de este defecto. La porosidad en los compuestos de WC-Co puede ser causada por varios parámetros como lo son una precaria atmósfera en el proceso de sinterización, baja temperatura de sinterización, una precaria molienda de los polvos, entre otros ⁽¹⁾.

En la figura 4.2 se puede apreciar el comportamiento del porcentaje de porosidad en los compuestos volumétricos WC/6%Co/0,5TiC y WC/6%Co/0,5TaC en función de la temperatura de sinterización, en la cual se observa una clara tendencia a disminuir a medida que la temperatura de sinterización de los compuestos aumenta, asimismo se observa que para valores de temperatura mayores a 1400°C se presenta una reducción importante del porcentaje de porosidad para luego comportarse de manera estable en valores menores a 0,2% para el resto de las temperaturas. Como se explicó anteriormente este aumento significativo de porosidad para las muestras sinterizadas a temperaturas de 1325°C y 1375°C se debe a que estas no alcanzan la temperatura necesaria para la fase eutéctica. A pesar de la mínima diferencia entre los valores de porosidad para las últimas cinco temperaturas de sinterización, los compuestos volumétricos aditivados con TiC presentaron menores porcentajes de porosidad en comparación con los compuestos aditivados con TaC.

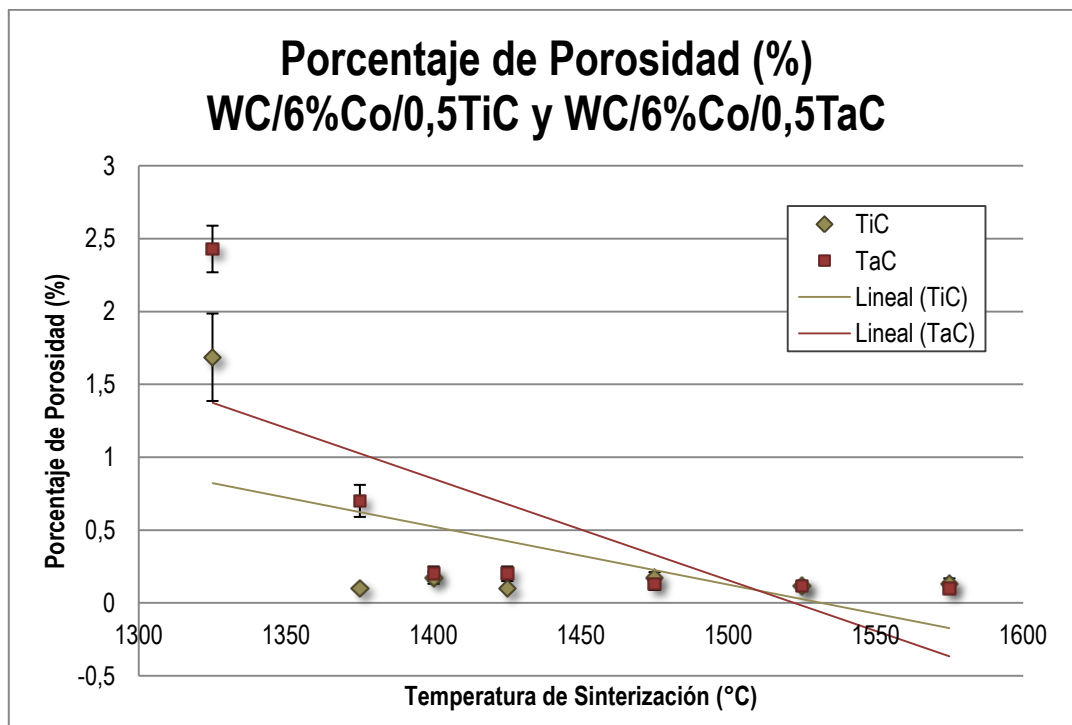
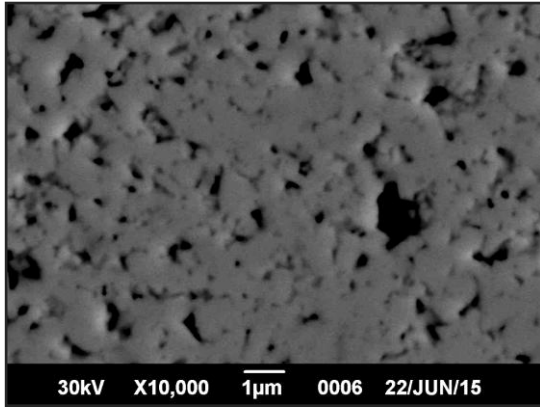


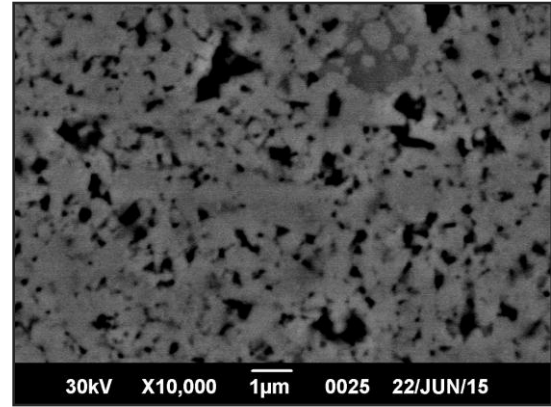
Figura 4.2 Porcentaje de porosidad para los compuestos volumétricos WC/6%Co/0,5TiC y WC/6%Co/0,5TaC en función de la temperatura de sinterización.

4.3. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

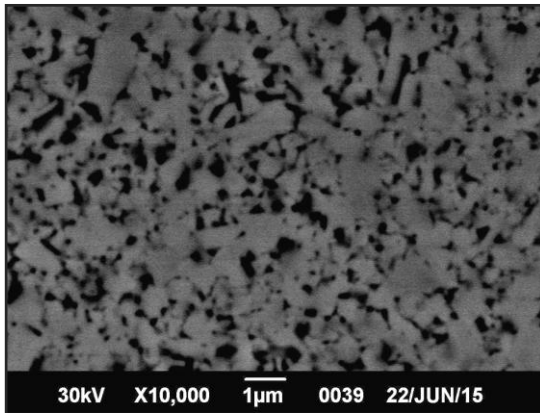
Las microestructuras de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC se presentan a través de imágenes obtenidas por MEB a un aumento de 10000X y 15000X en el modo de electrones retrodispersados (BSE) en las Figuras 4.3 y 4.4, respectivamente. En estas fotomicrografías se observan las partículas de WC de contraste claro, en una matriz de Co de contraste más oscuro. Además, la observación cualitativa de estas fotomicrografías sugiere una relación entre el tamaño de partículas de WC y la temperatura de sinterización de la muestra, en donde a medida que incrementa la temperatura de sinterización, también lo hace el tamaño de partícula de WC.



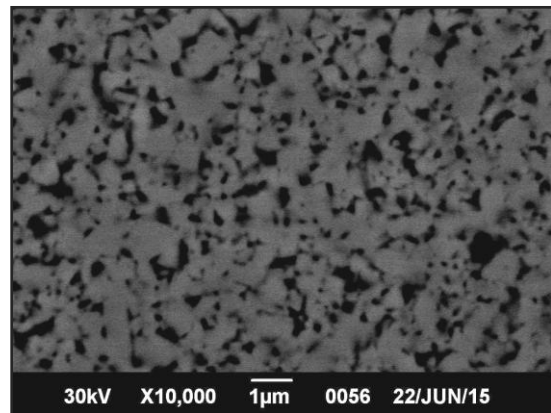
(a)



(b)

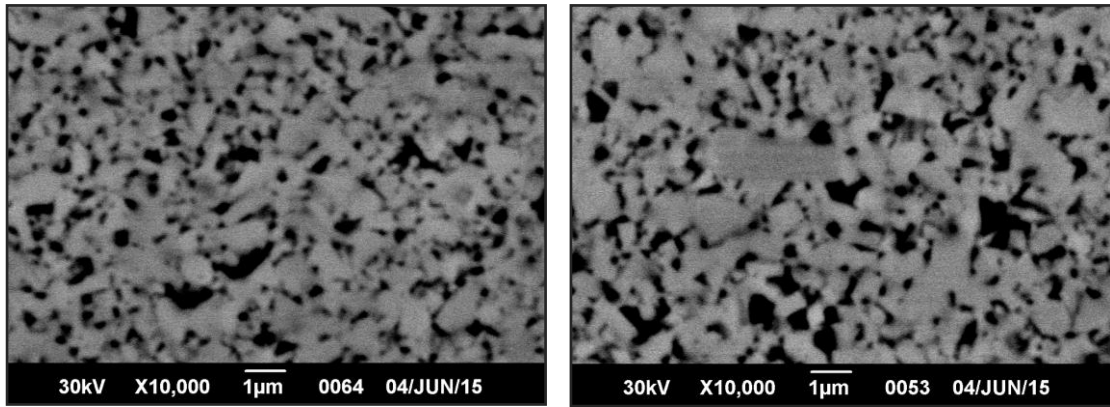


(c)



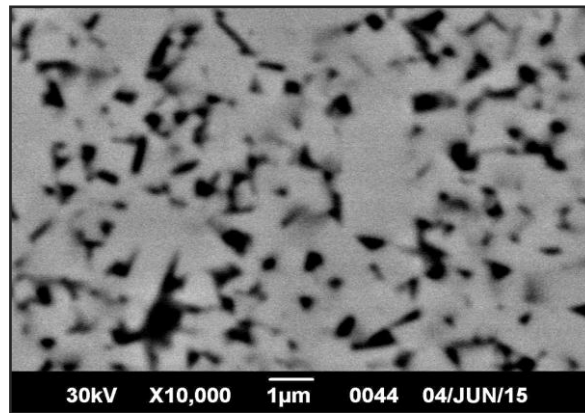
(d)

Figura 4.3 Fotomicrografías obtenidas por MEB-BSE a 10000X de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC obtenidos a las temperaturas de sinterización de: (a) 1325°C, (b) 1375°C, (c) 1400°C, (d) 1425°C.



(a)

(b)



(c)

Figura 4.3 Fotomicrografías obtenidas por MEB-BSE a 10000X de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC obtenidos a las temperaturas de sinterización de: (a) 1475°C, (b) 1525°C y (c) 1575°C.

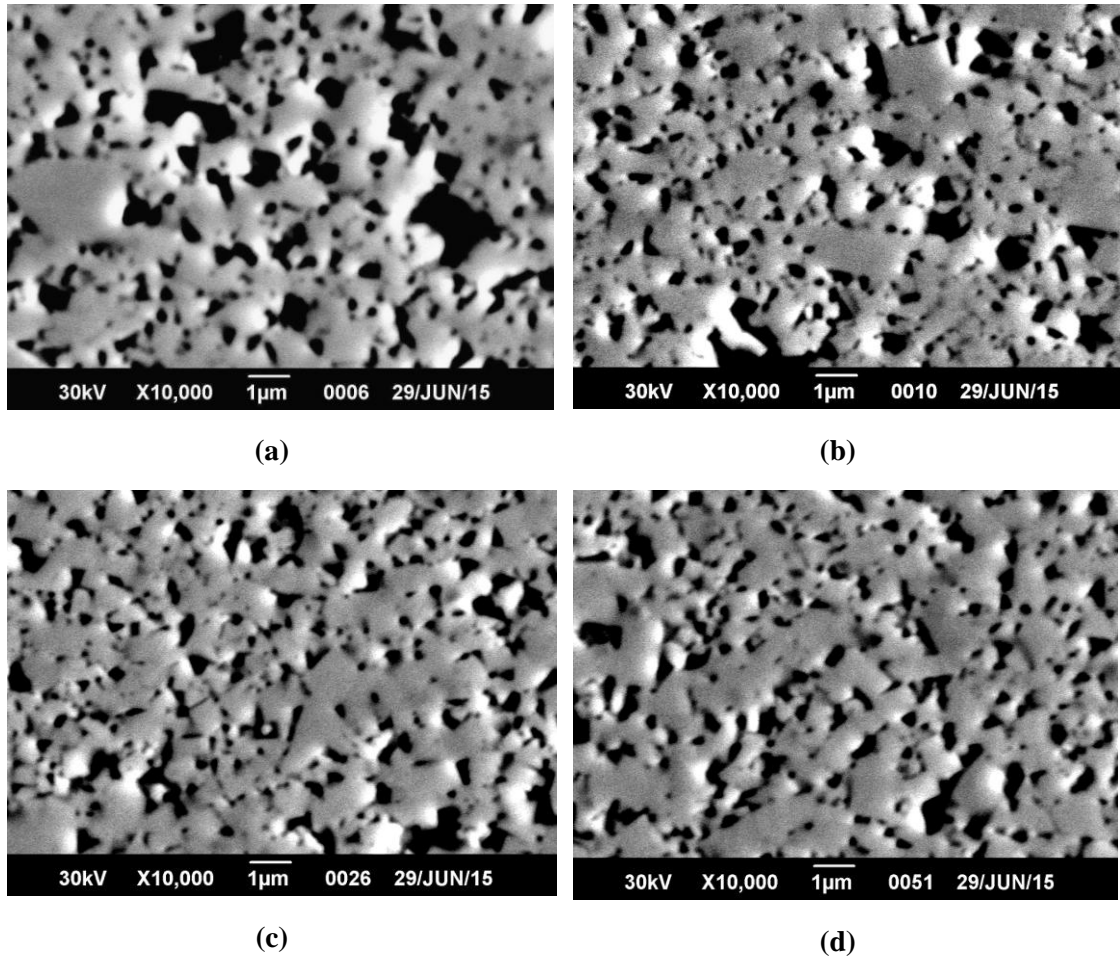


Figura 4.4 Fotomicrografías obtenidas por MEB-BSE a 10000X de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TaC obtenidos a las temperaturas de sinterización de: (a) 1325°C, (b) 1375°C, (c) 1400°C, (d) 1425°C.

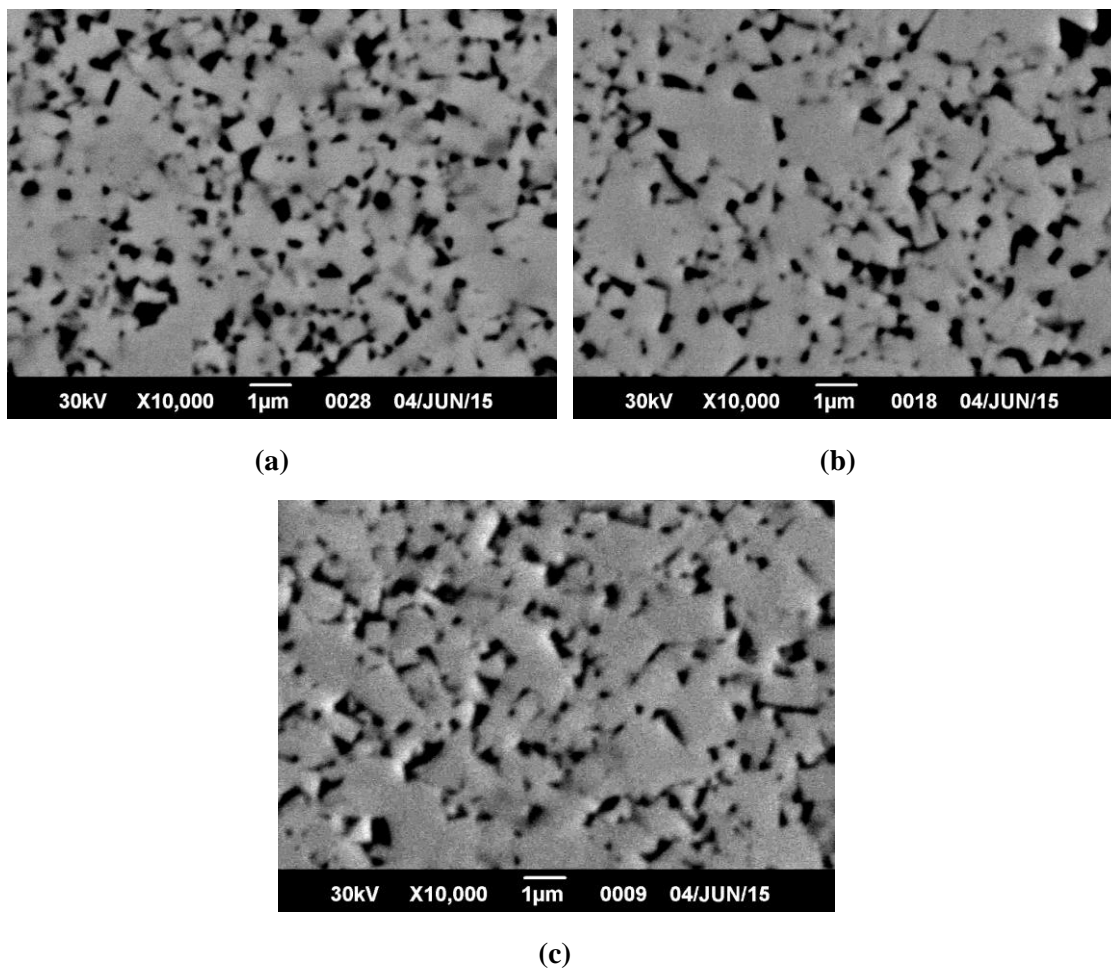
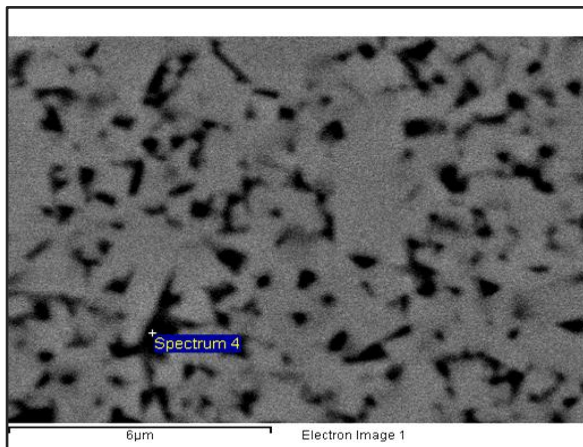


Figura 4.4 Fotomicrografías obtenidas por MEB-BSE a 10000X de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TaC obtenidos a las temperaturas de sinterización de: (a) 1475°C, (b) 1525°C y (c) 1575°C.

4.3.1. Espectroscopía por dispersión en la energía de rayos X (EDX)

Los resultados obtenidos mediante el análisis de la composición de los elementos en los compuestos, se obtuvieron empleando la técnica de análisis químico por dispersión en la energía de rayos X (EDX) y se presentan en las Figuras 4.5 y 4.6 para el WC-6Co-0.5%TiC y el WC-6Co-0.5%TaC, respectivamente. En las mismas, se pueden apreciar los porcentajes en peso, arrojados por el análisis, de los elementos presentes en los compuestos volumétricos. En el caso del compuesto de WC-6Co-0.5%TiC, resultó que la muestra contiene 0,37% en peso de Titanio como se muestra en la Figura.4.5, de igual manera se presenta un 0.20% en peso de Tántalo, lo que

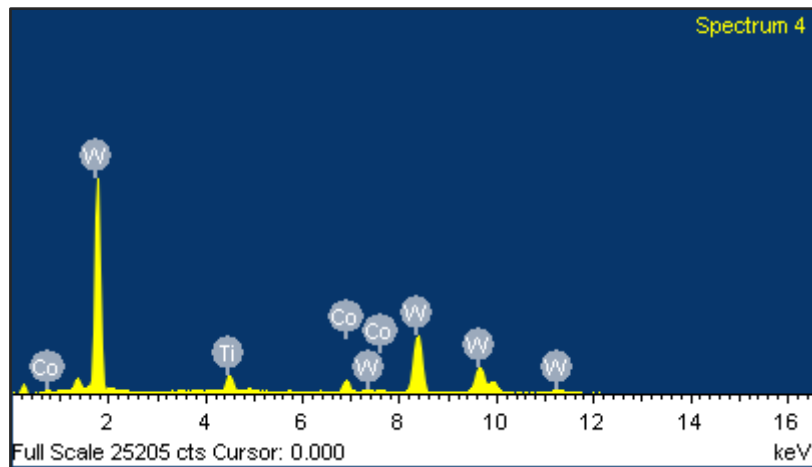
comprueba la existencia de carburos cúbicos debido a la presencia de Ti y Ta. Estas zonas no son abundantes debido al bajo contenido de los carburos cúbicos (<0.5%) en cada caso.



Elemento	Peso (%)	Atómico (%)
Ti	0.37	16.42
Co	5.83	12.02
W	93.80	71.56
Total	100.00	100.00

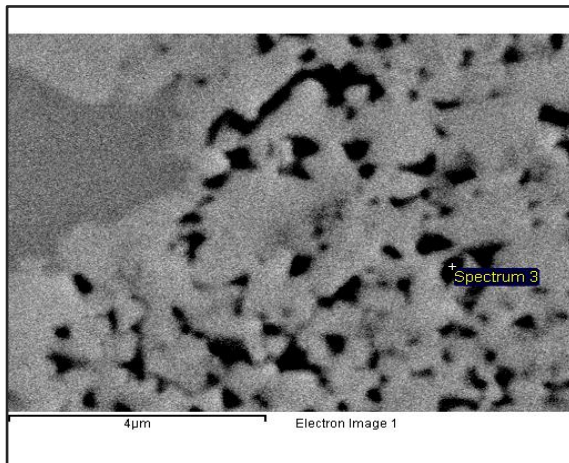
(a)

(b)



(c)

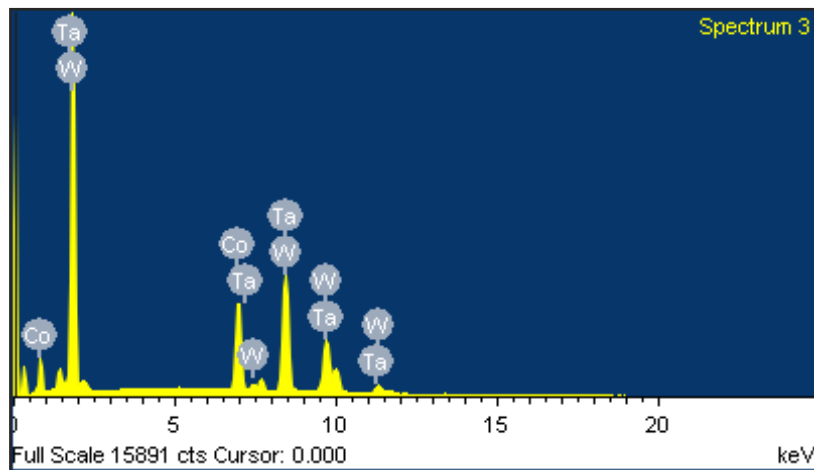
Figura 4.5 Análisis por EDX del compuesto sinterizado con adiciones de TiC: (a) Fotomicrografía obtenida por MEB-BSE, (b) Contenido semicuantitativo en % en peso y atómico de los elementos, (c) Espectro de los elementos presentes.



Elemento	Peso (%)	Atómico (%)
Ta	0.20	0.49
Co	16.92	38.72
W	82.88	60.80
Total	100.00	100.00

(a)

(b)



(c)

Figura 4.6. Análisis por EDX del compuesto sinterizado con adiciones de TaC: (a) Fotomicrografía obtenida por MEB-BSE, (b) Contenido semicuantitativo en % en peso y atómico de los elementos, (c) Espectro de los elementos presentes.

4.3.2. Cuantificación de los parámetros microestructurales

Los resultados de los parámetros microestructurales, tales como, el tamaño de partícula de WC, las fracciones volumétricas del carburo de tungsteno y del cobalto, la contigüidad de WC y el camino libre medio de la fase aglomerante de los compuestos volumétricos, se llevaron a cabo usando imágenes obtenidas mediante

MEB con diferentes aumentos, dependiendo de la temperatura de sinterización de la muestra, 10.000X para aquellas de menor temperatura y 15.000X para el resto. En la Tabla 4.5 y Tabla 4.6 se reportan los valores promedios. Los resultados de la cuantificación del tamaño de grano de carburo se determinaron mediante el uso del programa de análisis de imágenes (ImageJ), de la misma manera, se halló la fracción volumétrica del carburo de tungsteno y para el resto de los parámetros se utilizaron las ecuaciones planteadas en el Capítulo II.

Los resultados coinciden con la observación cualitativa de las fotomicrografías mostradas en las Figuras 4.3 y 4.4, en donde a medida que la temperatura de sinterización aumenta, el tamaño de grano del WC es mayor, encontrándose valores del tamaño de partícula de WC entre 0,38 y 1,26 μm para los compuestos aditivados con TiC de igual manera se pueden observar los valores en la Figura 4.7. El análisis de la fracción volumétrica de carburo de tungsteno y de cobalto muestra una variación entre 21,85 y 25,62% para la fracción de cobalto y entre 74,37 y 81,97% para la fracción de carburo de tungsteno (Fig. 4.8). La contigüidad de los carburos de tungsteno se determina por la cercanía de la interfaz entre WC/WC, los resultados de este parámetro para los compuestos aditivados con TiC son presentados en la Tabla 4.6, donde se observa un valor prácticamente constante de la contigüidad de los WC para las diversas temperaturas de sinterización y es ratificado por la Figura 4.9.

En el mismo orden de ideas, se puede apreciar que a medida que aumenta la temperatura de sinterización el valor del camino libre medio de Co aumenta, encontrándose valores entre 0.21y 0.49 μm (Fig. 4.10).

Tabla 4.5 Resultados de los parámetros microestructurales de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0.5%TiC.

Temperatura (°C)	L* (μm)	Cwc	λCo (μm)	VCo (%)	VWC (%)
1325	0,38±0,07	0,27±0,013	0,08±0,013	18,02±0,99	81,97±0,99
1375	0,48±0,09	0,25±0,009	0,12±0,02	20,02±0,94	79,97±0,94
1400	0,60±0,05	0,22±0,002	0,20±0,02	25,20±0,79	74,80±0,79
1425	0,86±0,16	0,22±0,005	0,29±0,07	25,62±2,55	74,37±2,55
1475	0,93±0,21	0,24±0,02	0,26±0,06	21,85±2,94	78,14±2,94
1525	1,04±0,18	0,22±0,003	0,34±0,05	24,67±1,13	75,32±1,13
1575	1,26±0,45	0,23±0,01	0,38±0,15	23,17±2,43	76,82±2,43

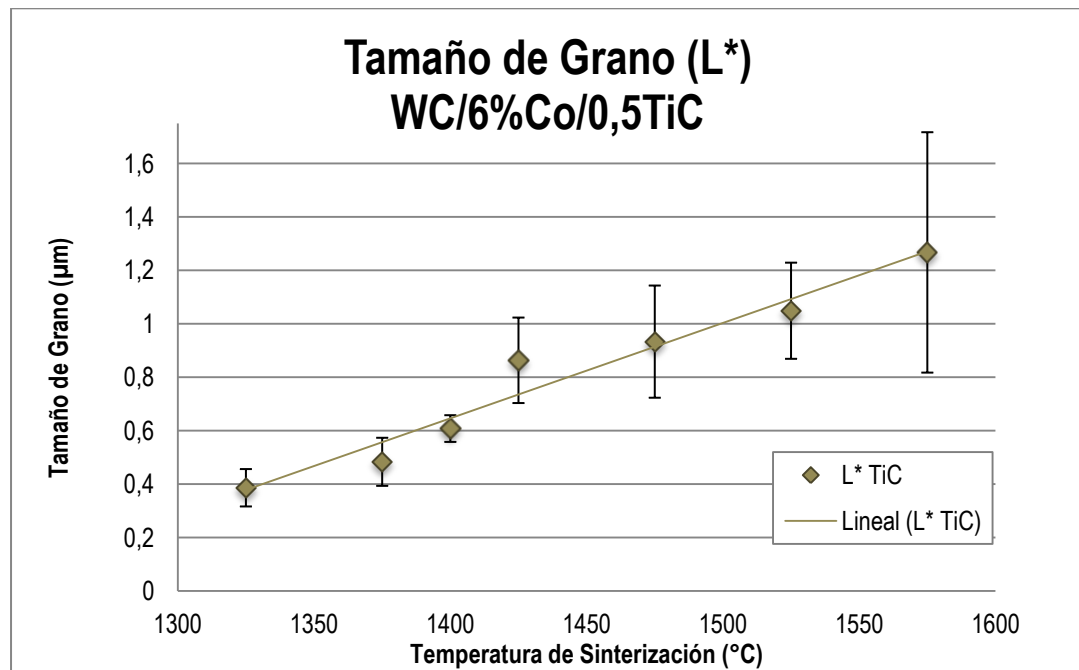


Figura 4.7 Tamaño de grano del WC en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TiC.

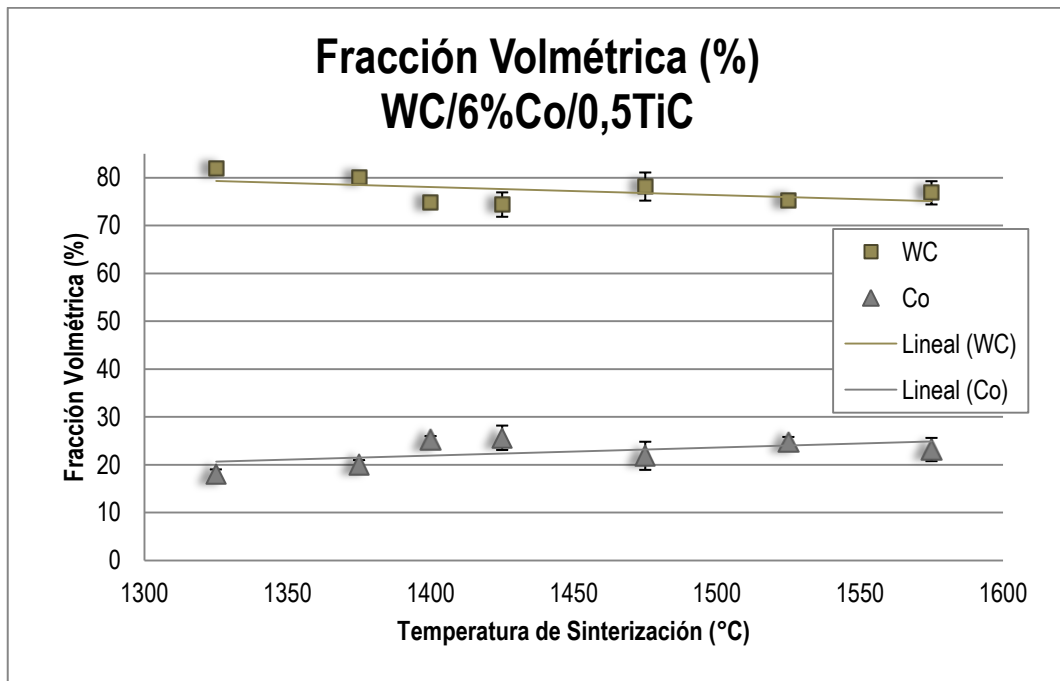


Figura 4.8 Fracción volmétrica del WC y Co en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TiC.

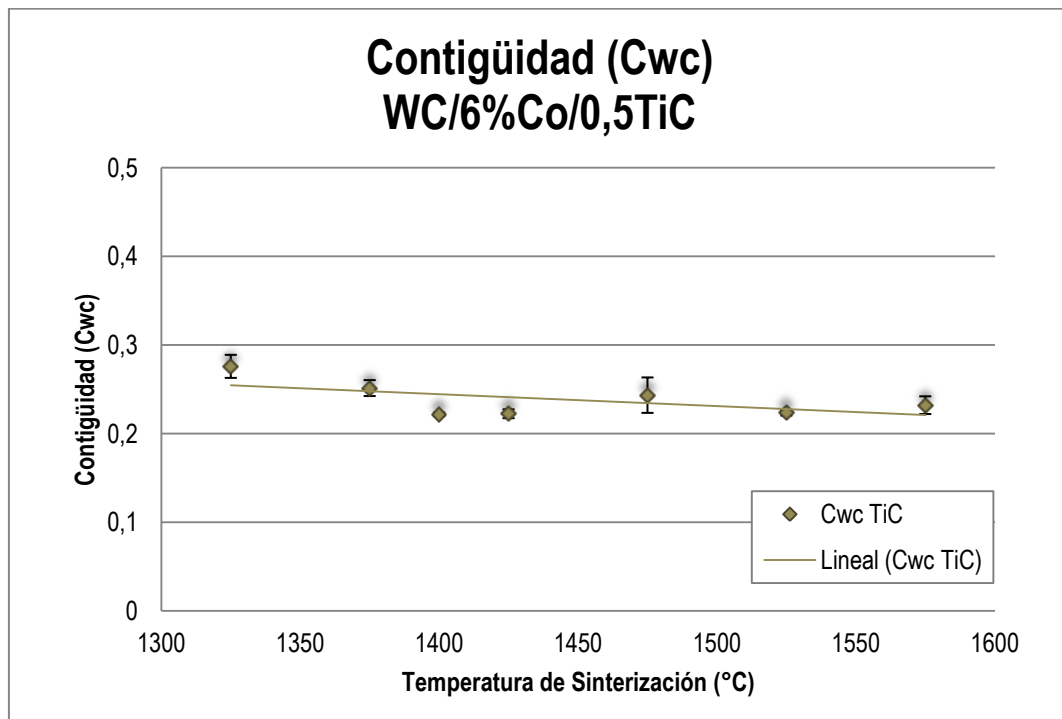


Figura 4.9.Contigüidad del WC en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TiC.

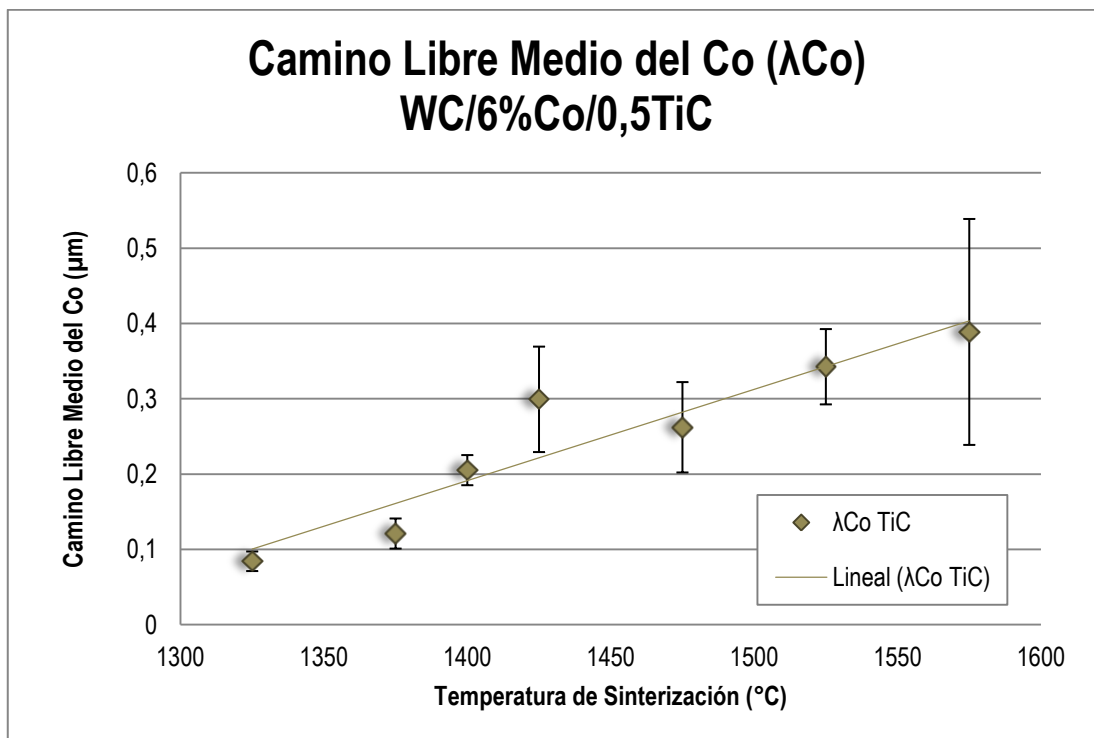


Figura 4.10 Camino libre medio del Co en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TiC.

Para el caso de los compuestos volumétricos aditivados con TaC (Tabla 4.6), se observa que los valores de tamaño de partícula de WC oscilan entre 0,33 y 1,79 μm presentando una tendencia a aumentar a medida que la temperatura de sinterización incrementa. Este comportamiento es mostrado de manera gráfica en la Figura 4.11. Para la fracción volumétrica de carburo de tungsteno y de cobalto en los compuestos aditivados con TaC, los resultados varían entre 66,81 y 81,51% para el carburo de tungsteno y entre 18,48 y 33,18% para el caso del cobalto (Figura 4.12). De igual manera la Tabla 4.6 refleja los valores de contigüidad y camino libre medio, donde se observa que a mayor temperatura el camino libre medio del aglomerante, es decir la medida del espesor de la fase de cobalto, tiende a aumentar (Fig. 4.13), de manera contraria ocurre con la contigüidad (Fig. 4.14) la cual presenta una tendencia a disminuir con el aumento de la temperatura de sinterización, esto significa que el contacto entre partículas es mayor ya que la contigüidad es la medida cuantitativa de la formación de esqueleto entre el límite de grano y el total de la superficie.

Tal y como se muestra en el figura 4.7 y 4.11 el uso de TiC y TaC actuaron de manera efectiva como inhibidores de crecimiento de las partículas de WC. En la investigación de Arcuri ⁽¹⁾ quien evaluó el compuesto WC-6Co sin inhibidores, el tamaño de grano que obtuvo para las mismas temperaturas de sinterización que abarcan el presente estudio, varían entre 0,340 y 6,869 μm , lo que corrobora la eficacia de estos compuestos como inhibidores.

Tabla 4.6 Resultados de los parámetros microestructurales de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0.5%TaC.

Temperatura (°C)	L* (μm)	Cwc	λCo (μm)	VCo (%)	VWC (%)
1325	0,33±0,05	0,21±0,0007	0,17±0,04	33,18±3,49	66,81±3,49
1375	0,45±0,16	0,21±0,0014	0,16±0,05	26,62±1,32	73,37±1,32
1400	0,70±0,16	0,22±0,003	0,24±0,05	25,27±1,61	74,72±1,61
1425	1,07±0,25	0,24±0,02	0,28±0,04	21,11±2,63	78,88±2,63
1475	1,17±0,32	0,27±0,04	0,26±0,1	18,48±2,98	81,51±2,98
1525	1,37±0,27	0,22±0,004	0,46±0,08	25,30±1,70	74,70±1,70
1575	1,79±0,19	0,26±0,03	0,41±0,07	18,92±2,38	81,07±2,38

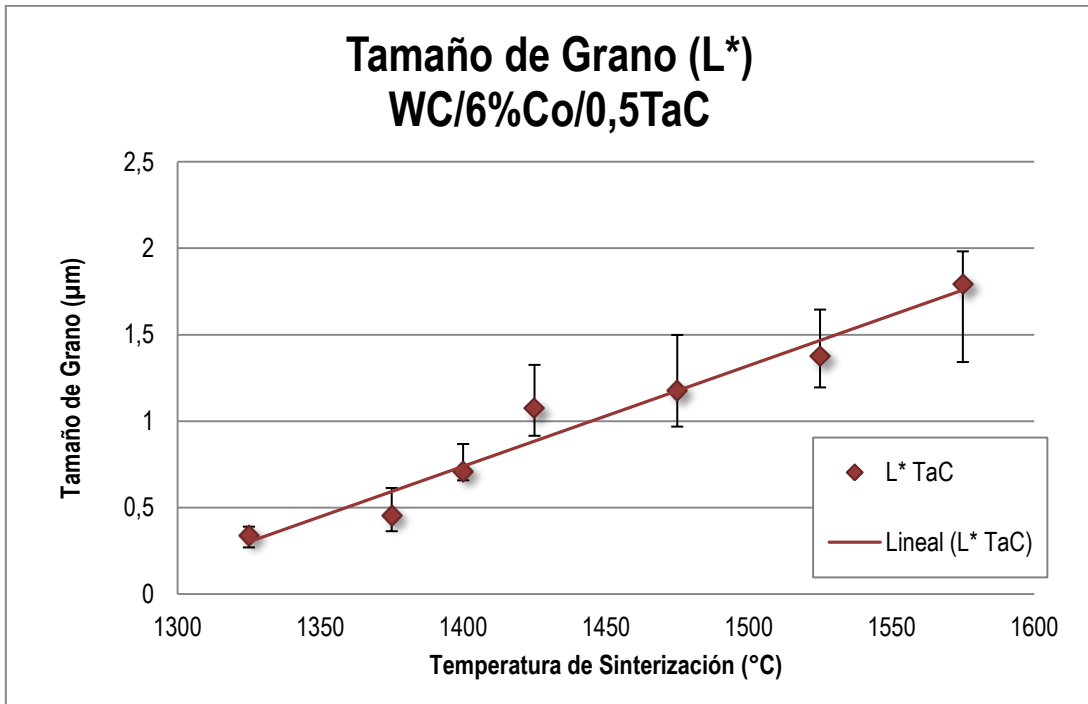


Figura 4.11 Tamaño de grano del WC en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TaC.

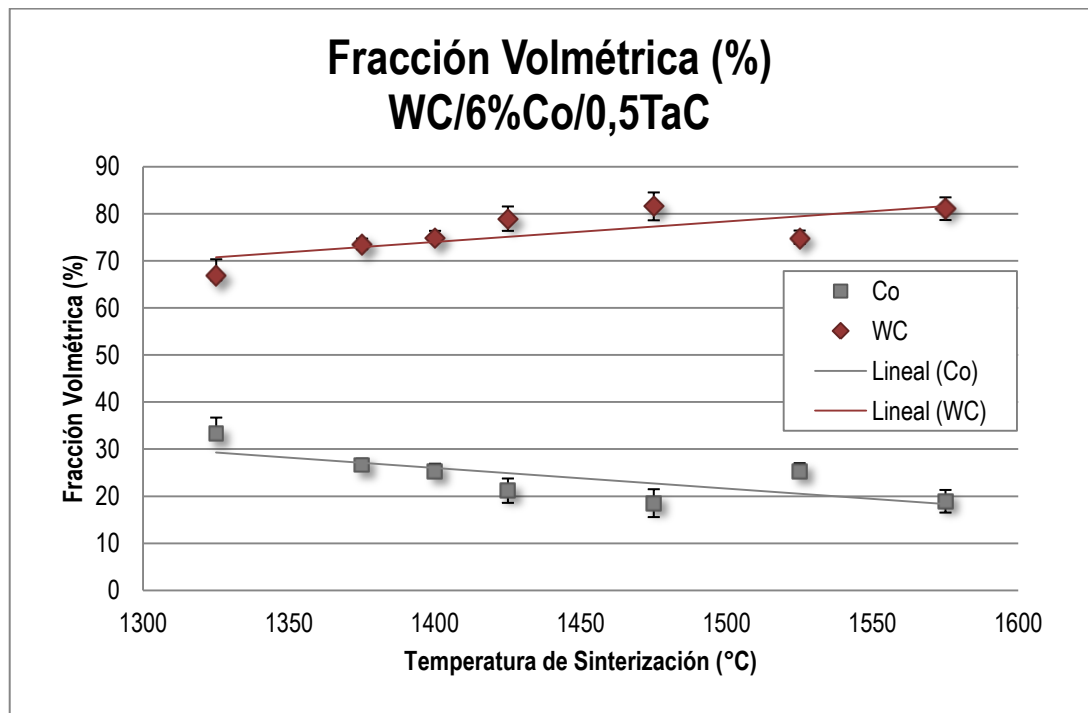


Figura 4.12 Fracción volmétrica del WC y Co en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TaC.

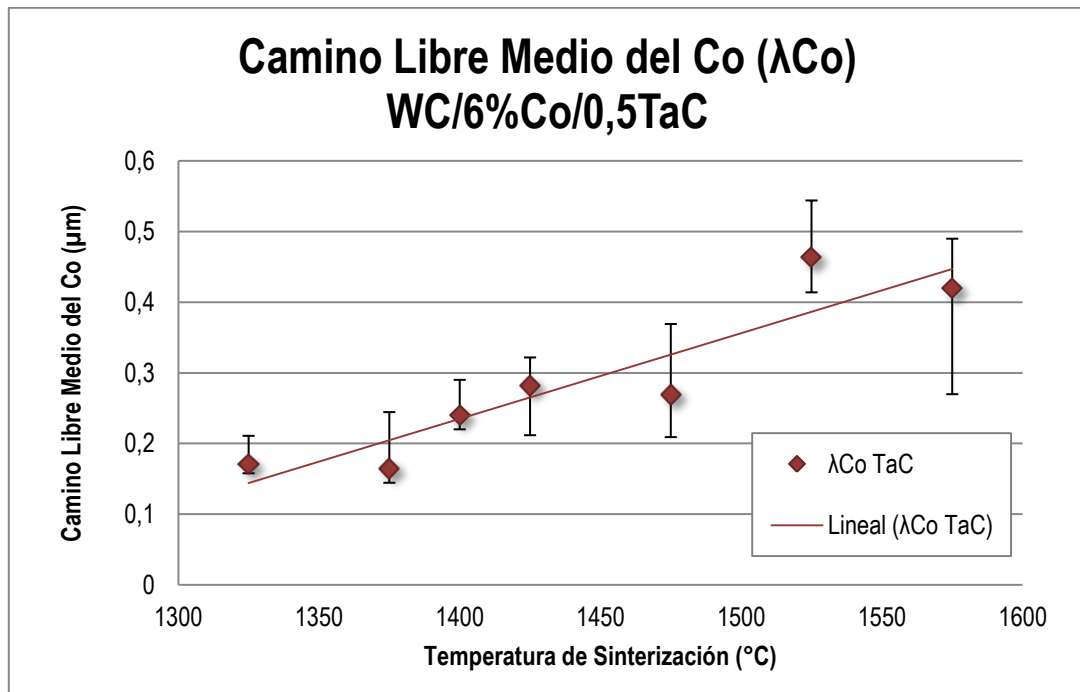


Figura 4.13 Camino libre medio del Co en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TaC.

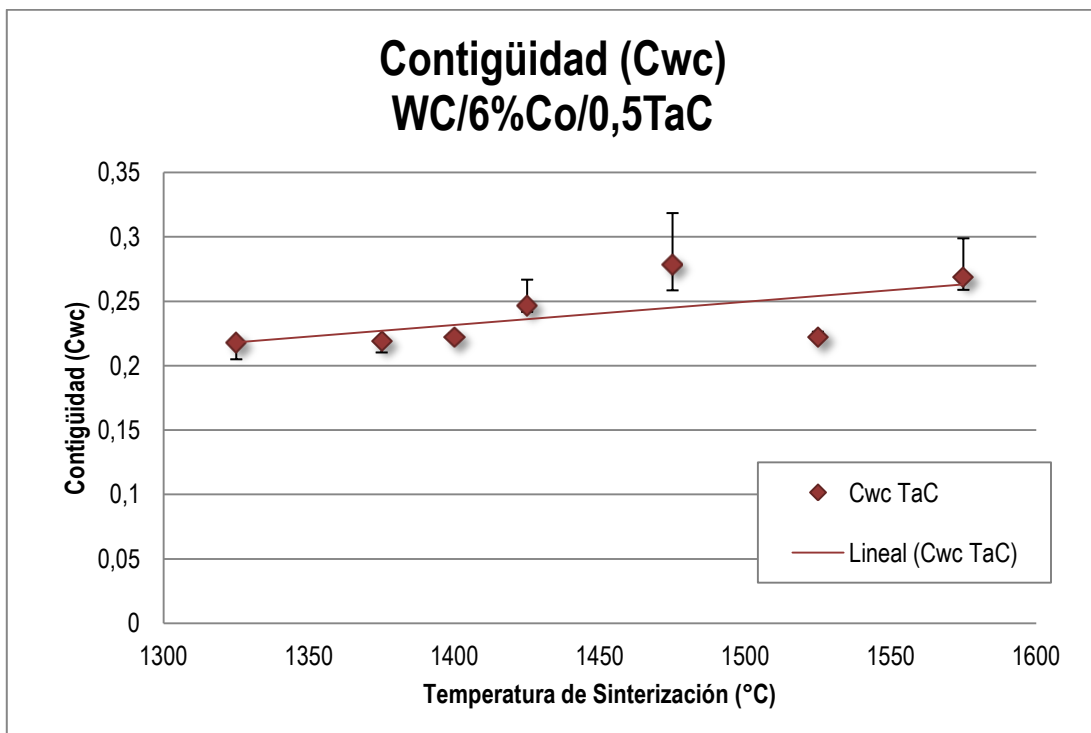


Figura 4.14 Contigüidad del WC en función de la temperatura de sinterización para el compuesto WC-6Co/0.5TaC.

4.4. PROPIEDADES MECÁNICAS

4.4.1. Dureza

En las Figuras 4.15 y 4.16 se presentan las imágenes de microscopía óptica de las huellas residuales de indentación Vickers de los compuestos volumétricos WC-6%Co-0,5%TiC y WC-6%Co-0,5%TaC a cada una de las temperaturas de sinterización.

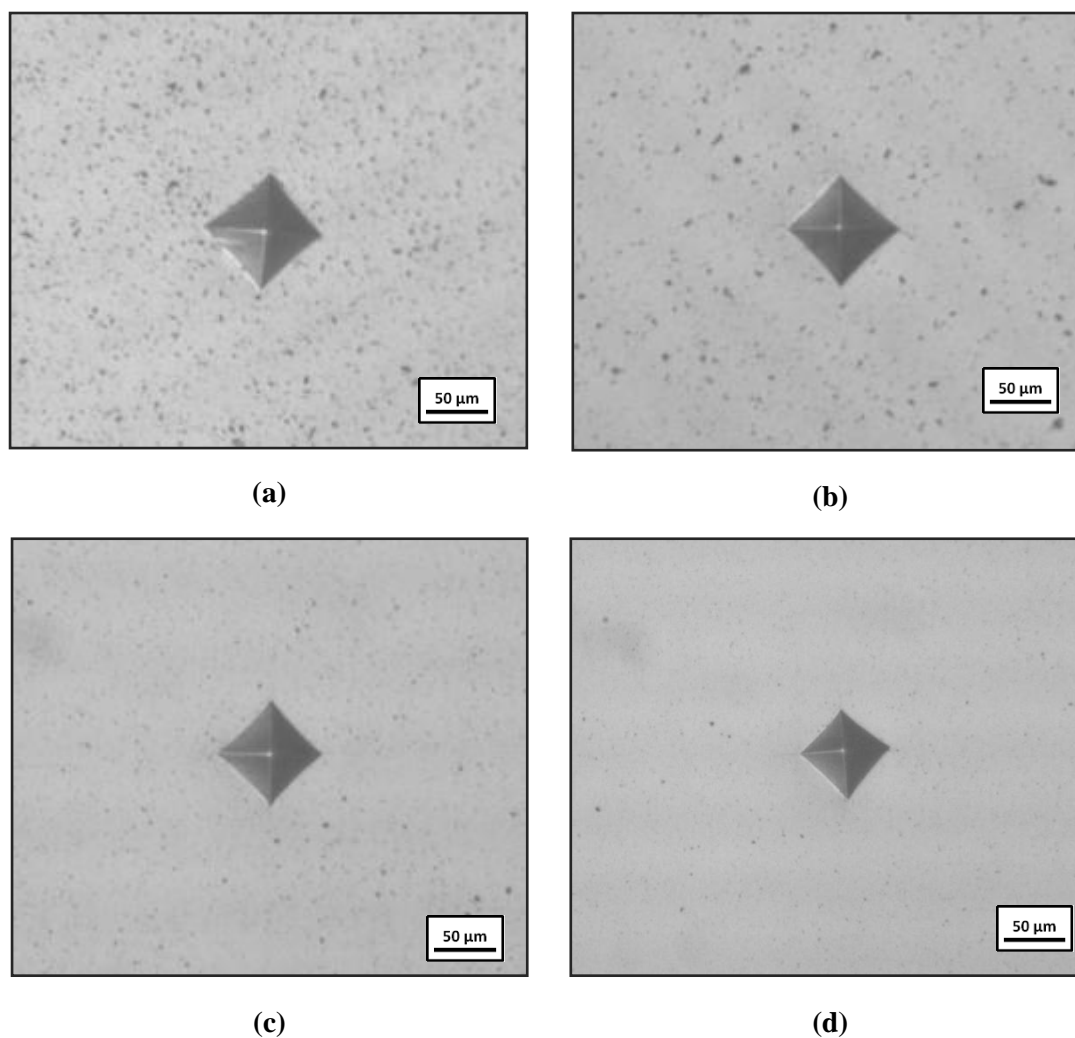


Figura 4.15 Fotomicrografías de las huellas producidas por el indentador Vickers obtenidas por microscopía óptica a 200X, para los compuestos de WC-6Co aditivados con 0,5%TiC: (a) 1325 °C, (b) 1375 °C, (c) 1400 °C, (d) 1425 °C.

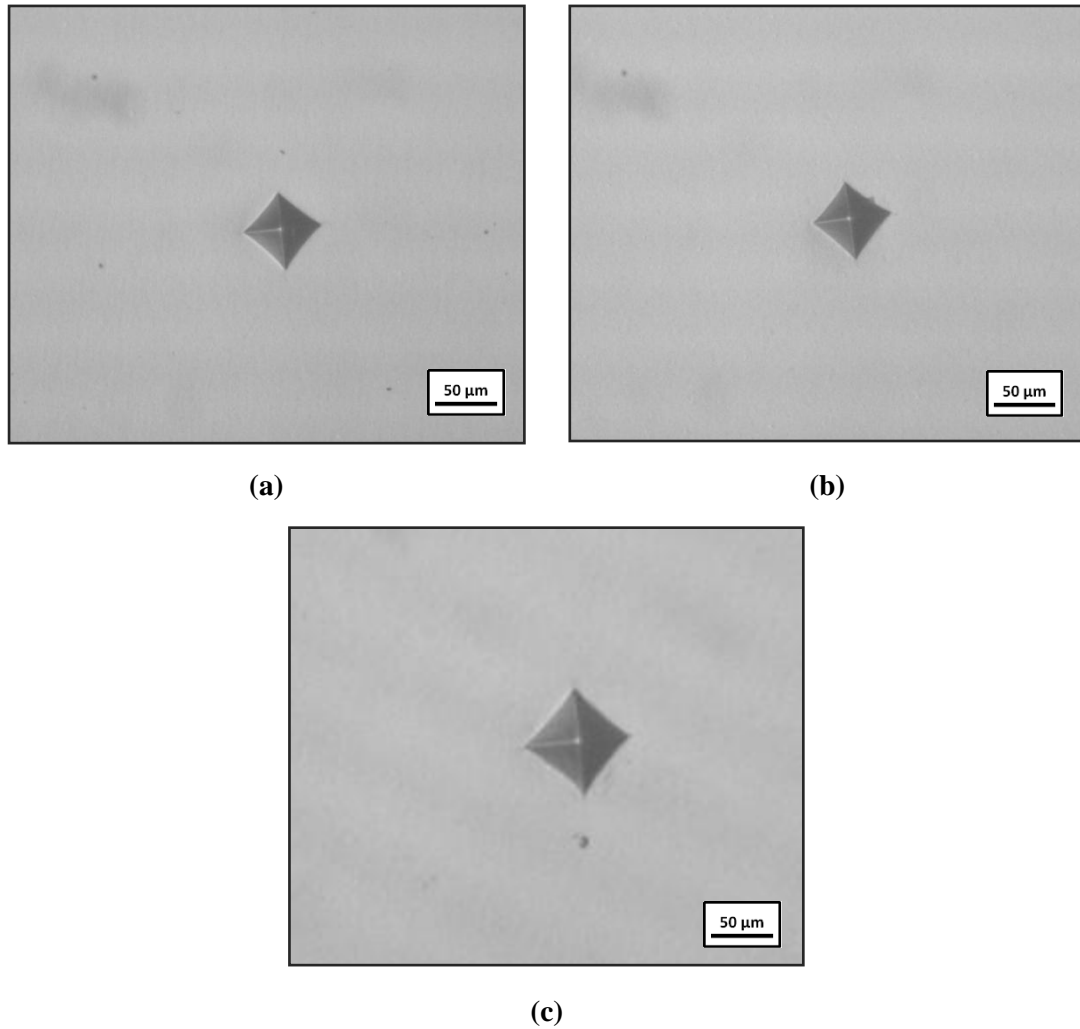


Figura 4.15 Fotomicrografías de las huellas producidas por el indentador Vickers obtenidas por microscopía óptica a 200X, para los compuestos de WC-6Co aditivados con 0,5%TiC: (a) 1475 °C, (b) 1525 °C, (c) 1575 °C.

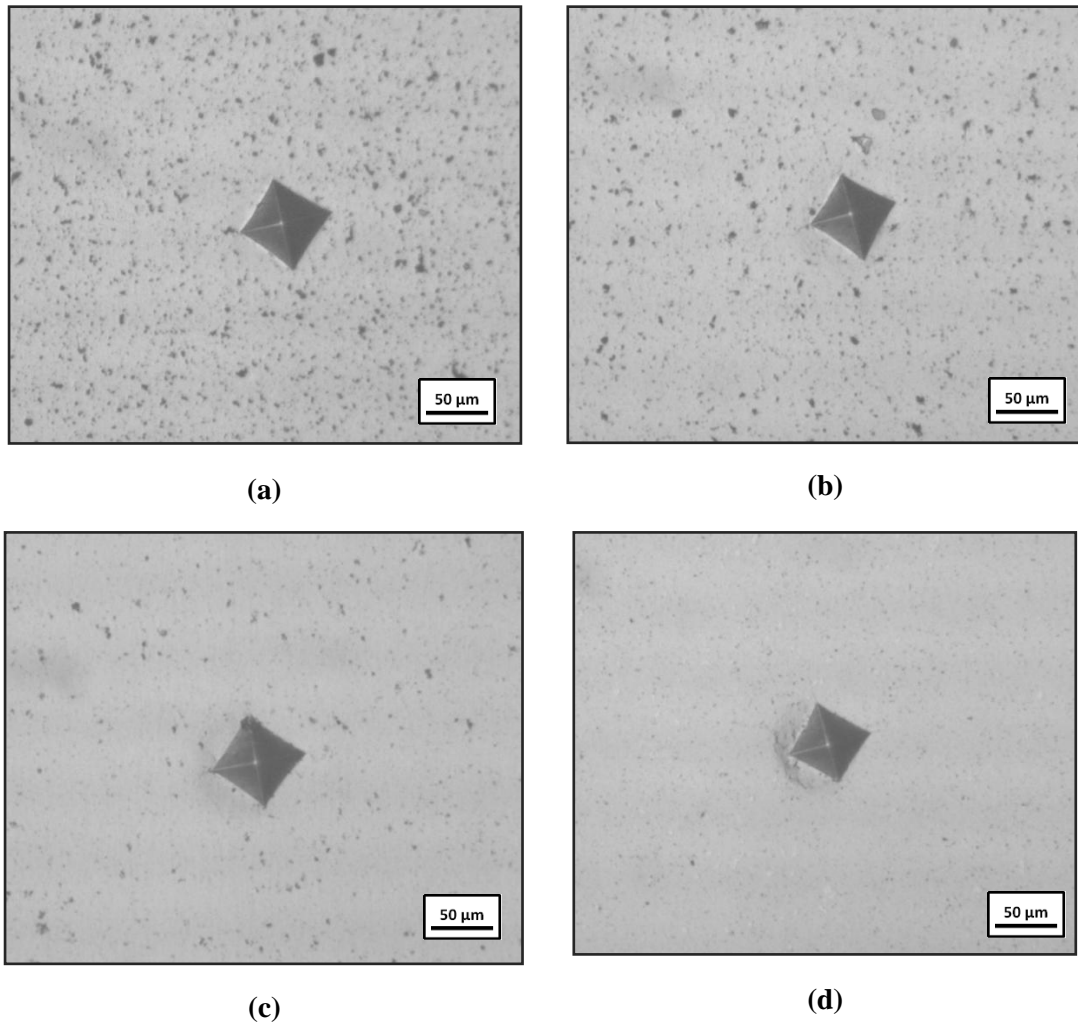


Figura 4.16 Fotomicrografías de las huellas producidas por el indentador Vickers obtenidas por microscopía óptica a 200X, para los compuestos de WC-6Co aditivados con 0,5%TaC: (a) 1325 °C, (b) 1375 °C, (c) 1400 °C, (d) 1425 °C.

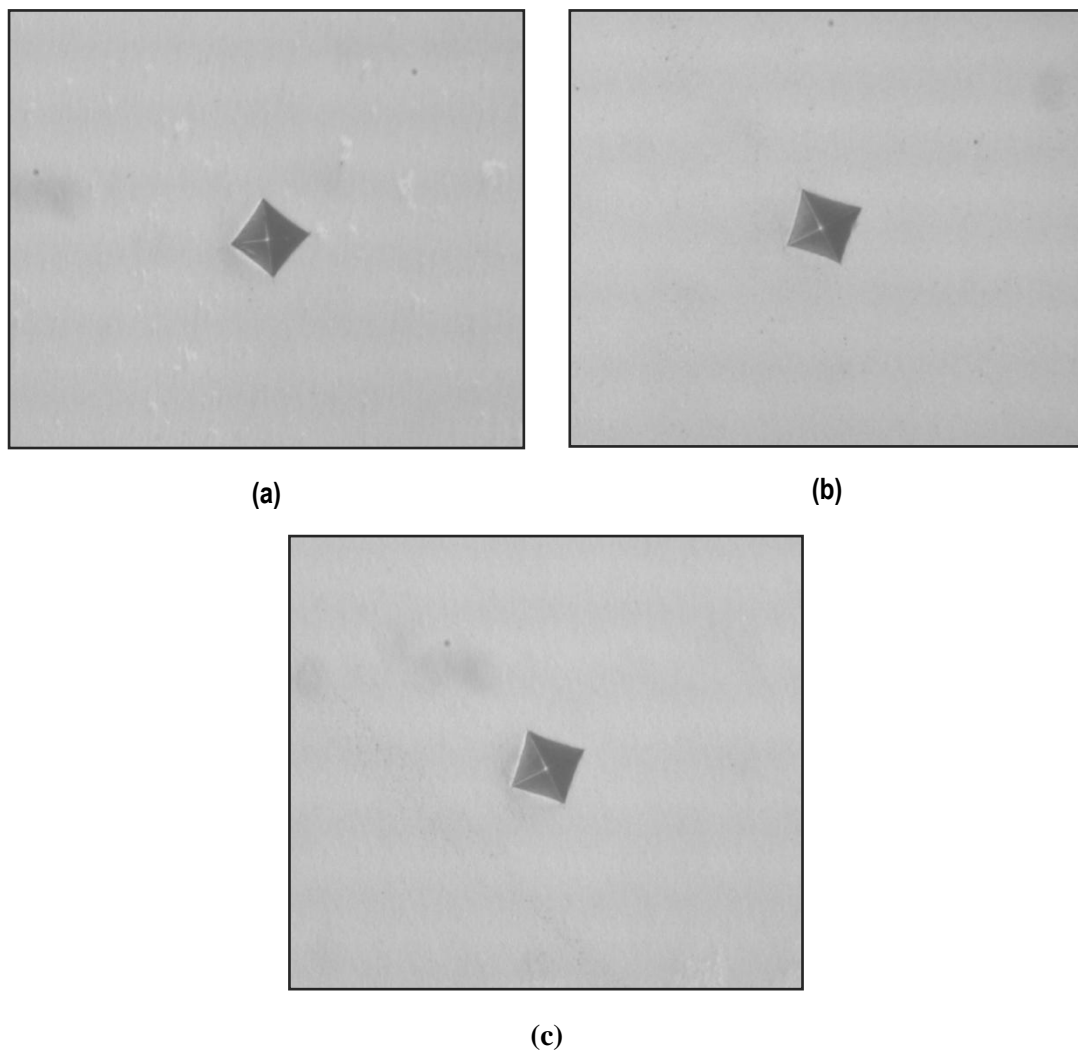


Figura 4.16 Fotomicrografías de las huellas producidas por el indentador Vickers obtenidas por microscopía óptica a 200X, para los compuestos de WC-6Co aditivados con 0,5%TaC: (a) 1475 °C, (b) 1525 °C, (c) 1575 °C.

Los valores de dureza Vickers se presentan en la Tabla 4.7 y 4.8, donde se aprecia que los compuestos volumétricos sinterizados a menor temperatura, presentan los valores más altos de dureza, existiendo así, una relación inversamente proporcional entre la dureza y la temperatura de sinterización.

En la Tabla 4.7 se puede observar que los valores de dureza para los compuestos de WC-6Co-0,5TiC se encuentran entre 16,24 GPa para la muestra sinterizada a 1375 °C y 12,69 GPa para la temperatura de sinterización de 1575 °C, esta disminución de dureza a medida que aumenta la temperatura de sinterización al vacío, está asociado a las características microestructurales que poseen estos materiales. Para la temperatura de 1325 °C se registró el menor valor de dureza, este fenómeno está asociado a la porosidad encontrada en esta condición en comparación al resto de las muestras, de acuerdo a las revisiones bibliográficas la porosidad afecta negativamente las propiedades mecánicas donde la relación dureza y porosidad son inversamente proporcionales.

En el caso contrario, en la Tabla 4.8, también se cumple que a medida que incrementa la temperatura de sinterización de los compuestos de WC-6Co-0,5TaC, la dureza de los mismos decrece, donde se encontraron valores entre 15,31 GPa para la condición de 1375 °C y 12,71 GPa para la mayor temperatura de 1575 °C, de manera similar para la temperatura de 1325 °C se presenta la menor dureza, relacionado con el porcentaje de porosidad del compuesto volumétrico. Al comparar y analizar ambas condiciones se puede inferir que para los inhibidores en estudio (TaC y TiC) no es recomendable la sinterización de los compuestos a temperaturas por debajo de 1375 °C, ya que compromete significativamente la dureza del material.

Tabla 4.7 Resultados de los ensayos de dureza para los compuestos WC-6Co-0,5TiC.

Temperatura (°C)	Dprom(μm)	HV	HV (Gpa)
1325	39,44±1,63	1394,14±105,42	13,67±1,03
1375	33,46±0,32	1742,72±28,89	17,07±0,28
1400	33,50±0,35	1721,27±39,58	16,88±0,39
1425	34,55±0,53	1672,65±73,02	16,4±0,72
1475	36,83±1,00	1644,92±23,22	16,13±0,23
1525	37,71±0,35	1620,77±44,89	15,89±0,44
1575	37,87±0,75	1573,15±50,34	15,43±0,49

Tabla 4.8 Resultados de los ensayos de dureza para los compuestos WC-6Co-0,5TaC.

Temperatura (°C)	Dprom(μm)	HV	HV (Gpa)
1325	39,88±0,36	1370,21±77,35	13,43±0,76
1375	34,50±1,18	1730,08±23,40	16,97±0,23
1400	34,82±0,78	1660,03±33,60	16,27±0,33
1425	35,25±1,46	1658,11±64,36	16,26±0,63
1475	37,11±0,17	1637,30±27,82	16,06±0,27
1525	37,35±1,54	1635,34±38,91	16,04±0,38
1575	37,84±0,77	1580,78±61,68	15,50±0,60

En la figura 4.17 se ilustra lo expuesto anteriormente, a medida que aumenta la temperatura de sinterización de los compuestos la dureza tiene una tendencia a disminuir, este comportamiento en la dureza Vickers se debe, al aumento del tamaño de grano de WC en la microestructura obtenida. Al encontrarnos con valores de tamaño de grano más finos, estos generarán secciones con menor espaciamiento de la fase aglomerante que limita los carburos de tungsteno.

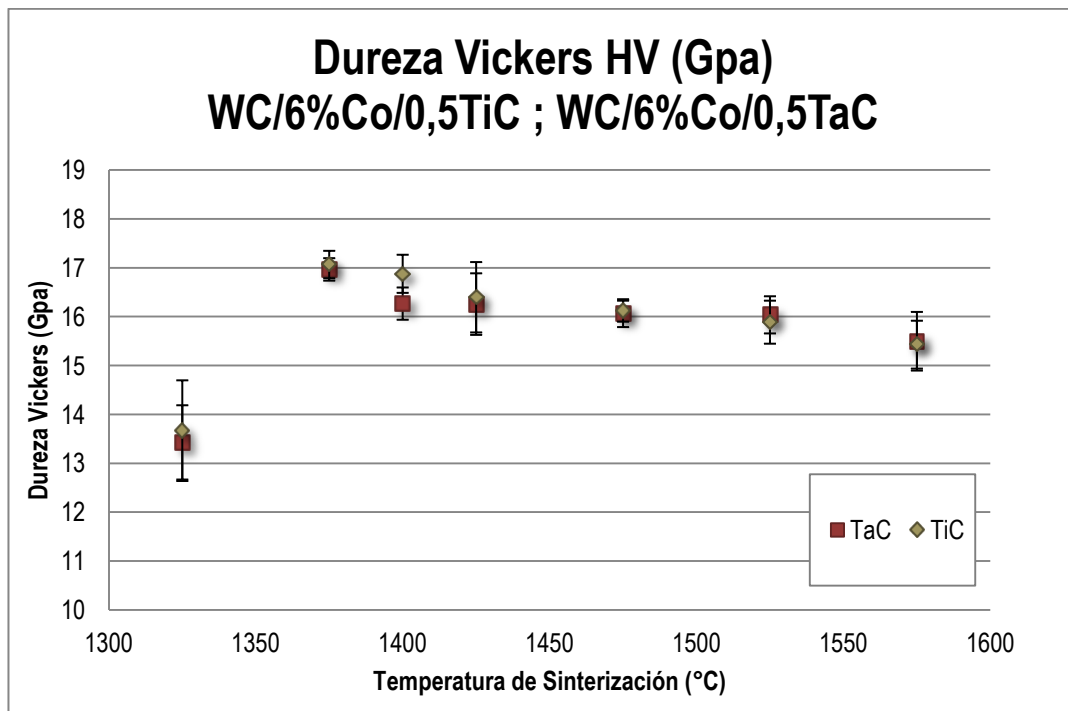


Figura 4.17 Variación de la dureza en función de la temperatura de sinterización para los compuestos volumétricos de WC-6%Co-0,5%TiC y WC-6%Co-0,5%TaC.

4.4.2. Módulo de Elasticidad

El módulo de elasticidad de cada compuesto fue calculado mediante la ecuación de *Marshall et al.* ⁽²⁸⁾, con las longitudes de las diagonales mayor y menor, a' y b' respectivamente, producidas por el indentador Knoop (Fig. 4.18). Se estableció como parámetros una carga de 1Kgf durante un tiempo de quince (15) segundos. Las dimensiones de las huellas residuales fueron obtenidas mediante fotomicrografías tomadas a un aumento de 200X, para las cuales se hizo uso del software ImageJ con la finalidad de medir las longitudes producidas luego de la indentación.

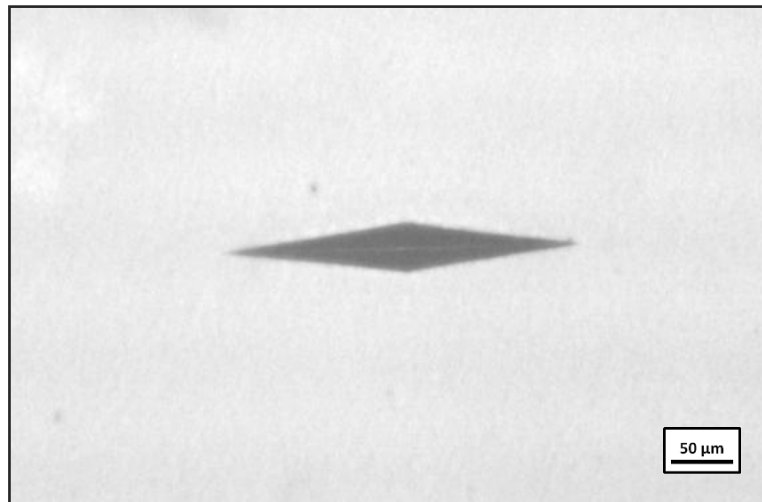


Figura 4.18 Ejemplo de las fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Knoop obtenida por microscopía óptica a 200X, para el compuesto de WC-6Co-0,5TaC sinterizados al vacío a 1575 °C.

En las tablas 4.9 y 4.10 se muestran los valores obtenidos de módulo de elasticidad para los compuestos de WC-6%Co-0,5%TiC y WC-6%Co-0,5%TaC, donde se puede observar un valor promedio de 471,38 GPa para los compuestos aditivados con TiC y 479,02 GPa para el caso del TaC como inhibidor, ambos valores se asemejan con el indicado en la literatura de 500GPa.

Tabla 4.9 Resultados de las pruebas de indentacion Knoop para los compuestos WC-6Co-0,5TiC.

Temperatura (°C)	a'(μm)	b'(μm)	Young (Gpa)
1325	107,14±1,39	13,29±0,23	382,80±82,00
1375	97,34±5,20	12,27±0,71	526,74±35,35
1400	98,79±0,79	12,45±0,07	521,61±16,32
1425	99,57±1,83	12,75±0,13	595,08±69,65
1475	89,18±1,12	11,41±0,18	578,59±71,82
1525	92,30±5,53	11,85±0,75	584,20±23,56
1575	93,55±0,57	12,01±0,15	570,11±67,46
		Promedio	537,01±52.30

Tabla 4.10 Resultados de las pruebas de indentación Knoop para los compuestos WC-6Co-0,5TaC.

Temperatura (°C)	a' (µm)	b' (µm)	Young (Gpa)
1325	103,11±0,72	13,36±0,11	552,46±59,52
1375	100,26±1,38	12,66±0,23	532,13±38,31
1400	100,36±0,35	12,89±0,03	600,92±13,58
1425	101,06±1,34	12,84±0,19	538,42±13,01
1475	92,49±2,18	11,79±0,23	550,68±41,18
1525	90,75±1,05	11,61±0,15	570,49±27,59
1575	92,25±0,61	11,78±0,12	540,29±43,26
		Promedio	555,05±33,77

4.4.3. Tenacidad de Fractura

Para la determinación de la tenacidad de fractura se realizaron indentaciones convencionales con un indentador Vickers. Las figuras 4.19 y 4.20 corresponden a las fotomicrografías de las huellas residuales y las grietas obtenidas para la carga aplicada (30 KgF = 294,19 N) en cada temperatura de sinterización, para los compuestos de WC-6%Co-0,5%TiC y WC-6%Co-0,5%TaC.

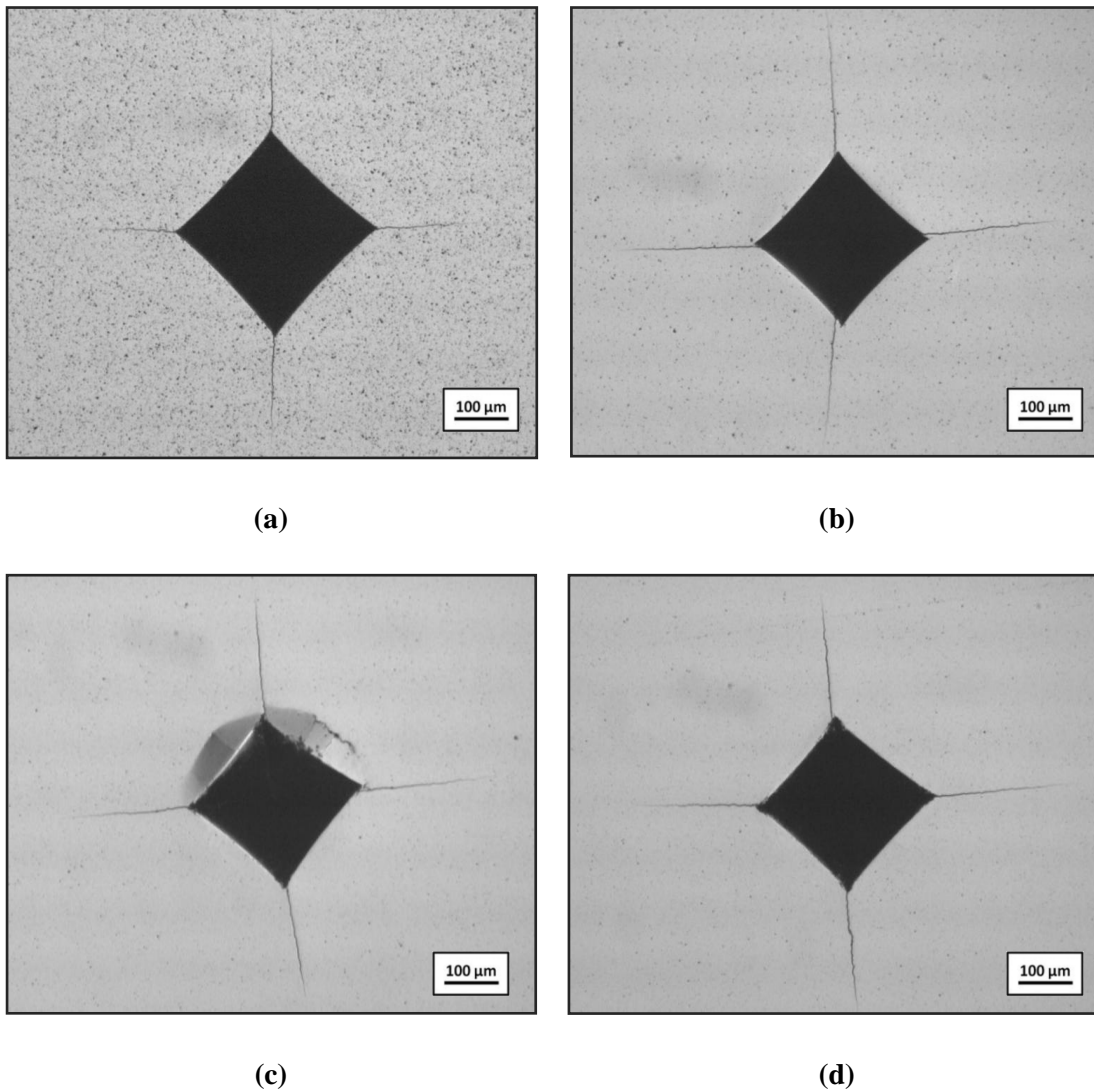
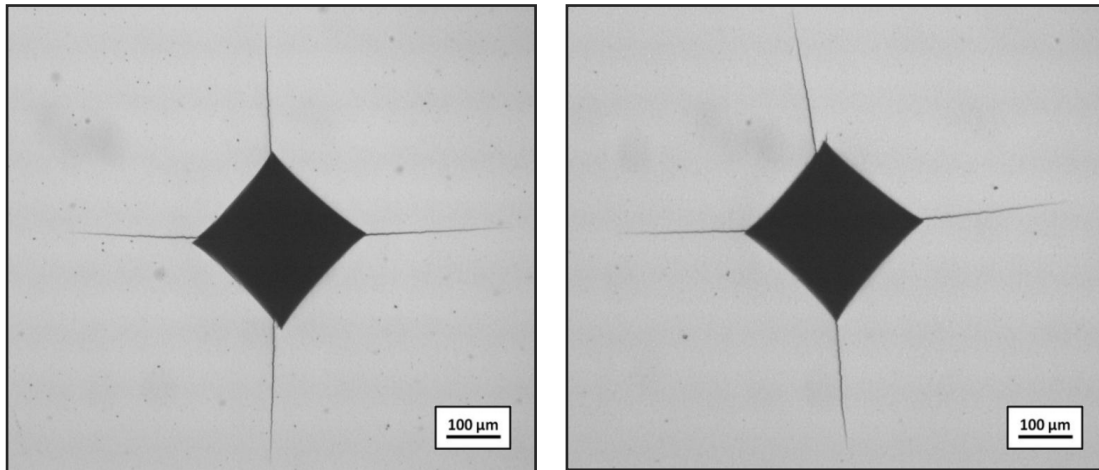
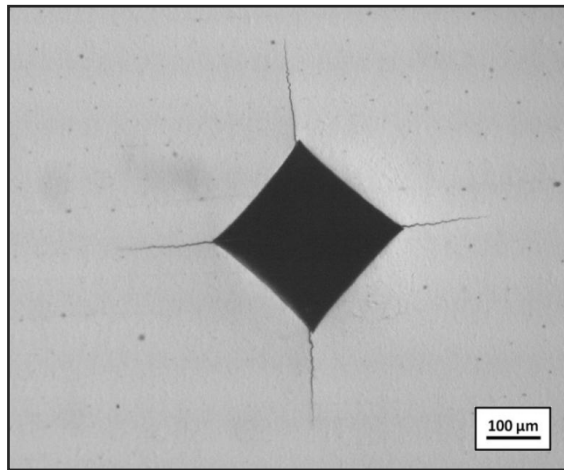


Figura 4.19 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers de las pruebas de tenacidad a la fractura obtenidas por microscopía óptica a 100X, para los compuestos de WC-6Co-0,5TiC sinterizados al vacío: (a) 1325 °C, (b) 1375 °C, (c) 1400 °C, (d) 1425 °C.



(a)

(b)



(c)

Figura 4.19 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers de las pruebas de tenacidad a la fractura obtenidas por microscopía óptica a 100X, para los compuestos de WC-6Co-0,5TiC sinterizados al vacío: (a) 1475 °C, (b) 1525 °C, (c) 1575 °C.

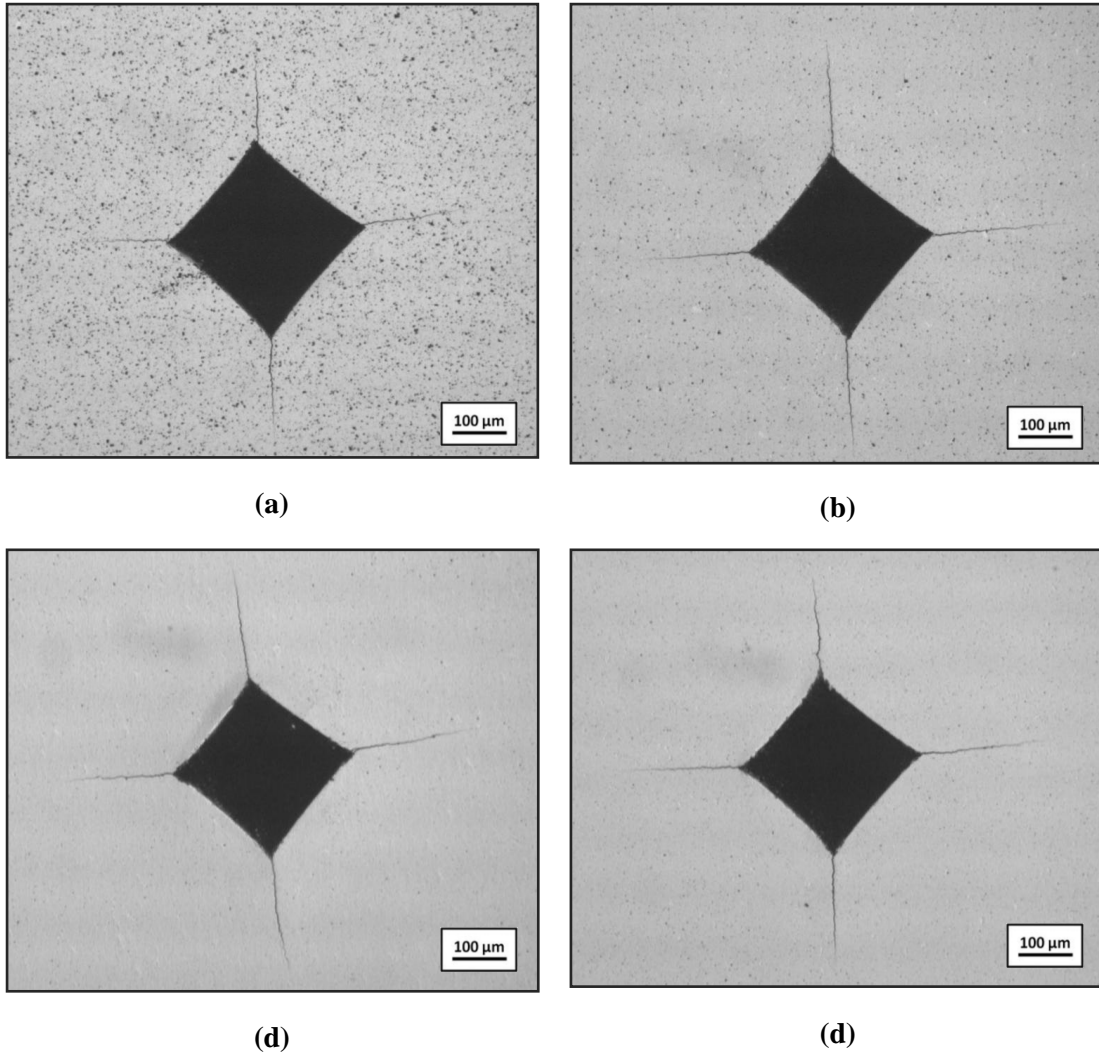


Figura 4.20 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers de las pruebas de tenacidad a la fractura obtenidas por microscopía óptica a 100X, para los compuestos de WC-6Co-0,5TaC sinterizados al vacío: (a) 1325 °C, (b) 1375 °C, (c) 1400 °C, (d) 1425 °C.

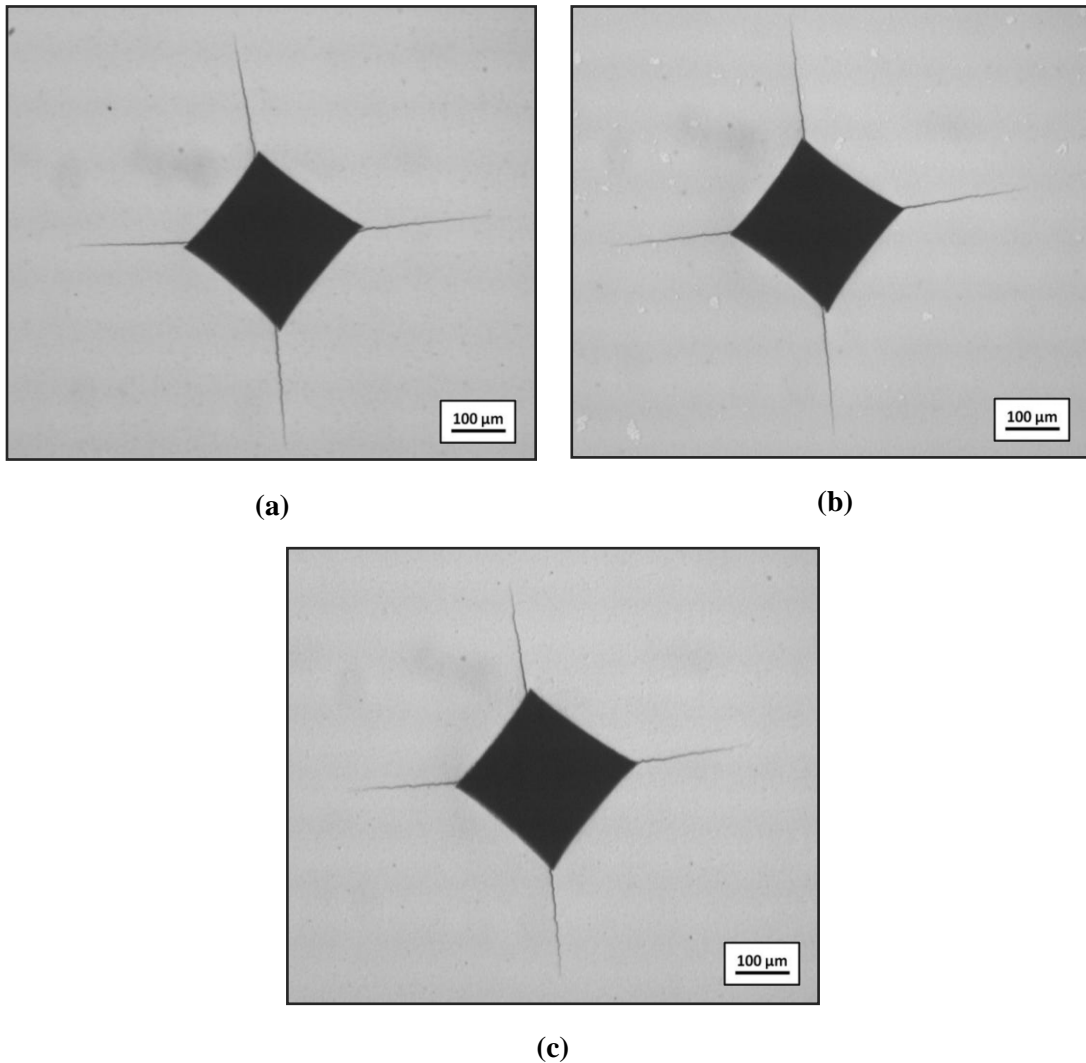


Figura 4.20 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers de las pruebas de tenacidad a la fractura obtenidas por microscopía óptica a 100X, para los compuestos de WC-6Co-0,5TaC sinterizados al vacío: (a) 1475 °C, (b) 1525 °C, (c) 1575 °C.

Mediante ensayos de indentación Vickers ⁽³²⁾ se determinó la morfología de agrietamiento. Una vez realizadas se llevó a cabo la medición de la mitad de la diagonal de la huella y la longitud de cada grieta producida en los vértices, esto con el fin, de lograr una estimación de la morfología de las grietas originadas por los ensayos de tenacidad por indentación; se determinó la relación entre los parámetros l y a (l/a), para la condición de agrietamiento tipo Palmqvist. Para corroborar los resultados obtenidos numéricamente se realizó la remoción de capas sucesivas, con el

fin de observar físicamente qué tipo de agrietamiento se presentaba en los compuestos, sabiendo con anterioridad que si las grietas al remover las capas se unen, se tienen grietas mediana-radiales o Half-penny, y por consiguiente si la grietas en los extremos tienden a separarse, se presentan grietas tipo Palmqvist. Los resultados mostraron que se está en presencia de una morfología de grieta tipo Palmqvist de acuerdo con las relaciones de longitud de grieta y diagonal de la huella junto con la tendencia a la separación.

En el proceso de remoción de capas sucesivas, se hizo uso de dos discos MD-Dac de la empresa Struers ⁽²⁴⁾ con suspensión de diamante de 3 y 1 μm , de la empresa Leco durante un tiempo de 3 minutos por cada disco. Este procedimiento se llevó a cabo para las menores y mayores temperaturas de sinterización de los compuestos en estudio (1325 $^{\circ}\text{C}$ y 1375 $^{\circ}\text{C}$) pudiéndose asumir que a lo largo de todas las temperaturas se estará en presencia del mismo tipo de agrietamiento (Fig 4.21 y 4.22), dando como resultado un tipo de agrietamiento tipo Palmqvist.

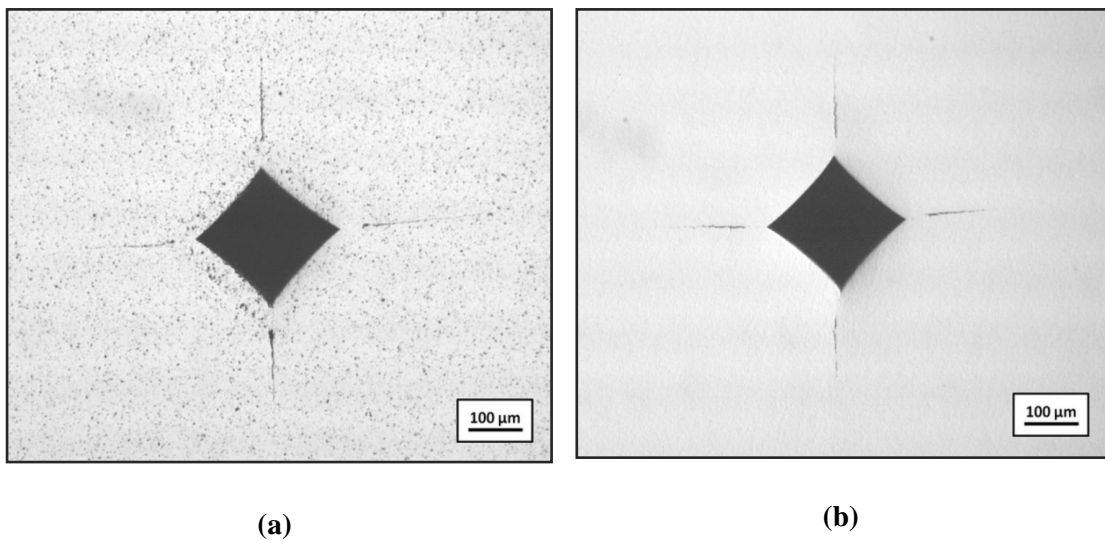


Figura 4.21 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers obtenidas por microscopía óptica a 100X luego de la remoción de capas, morfología de agrietamiento tipo Palmqvist de los compuestos de WC-%6Co-0,5TiC sinterizados al vacío: (a) 1325 $^{\circ}\text{C}$, (b) 1575 $^{\circ}\text{C}$.

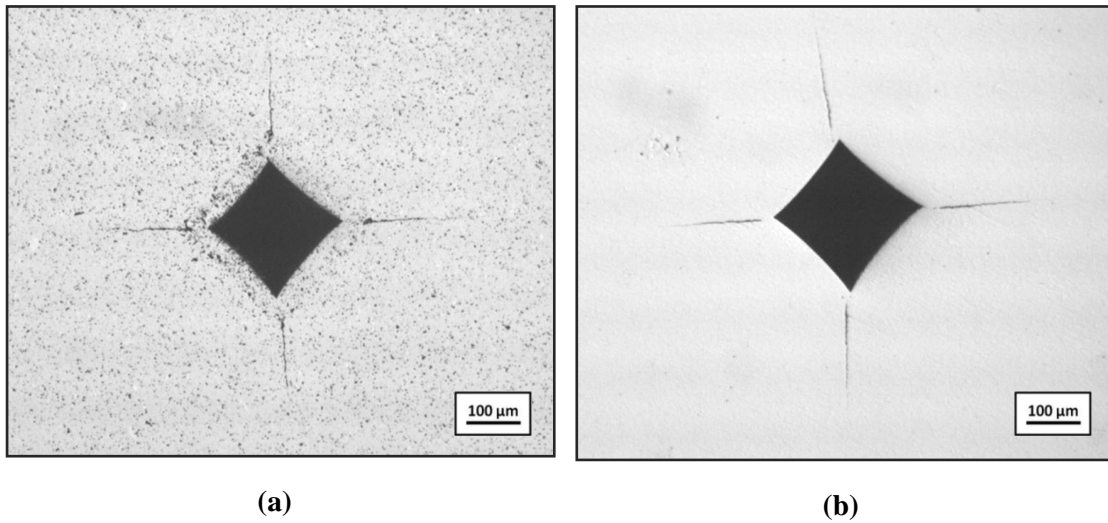


Figura 4.22 Fotomicrografías de las huellas residuales de indentación Vickers obtenidas por microscopía óptica a 100X luego de la remoción de capas, morfología de agrietamiento tipo Palmqvist de los compuestos de WC-%6Co-0,5TaC sinterizados al vacío: (a) 1325 °C, (b) 1575 °C.

Para la determinación de la tenacidad de fractura de las diversas temperaturas de sinterización de los compuestos WC-%6Co-0,5TiC y WC-%6Co-0,5TaC se hizo uso de los modelos utilizados para una morfología de grietas tipo Palmqvist, *Niihara et al, 1982* ⁽²²⁾ y *Shetty et al, 1985* ⁽³³⁾. En estos modelos se deben conocer: la diagonal de la huella de indentación (a), la longitud de la grieta generada (l), la carga aplicada (P), el módulo de elasticidad (E) y la dureza Vickers (Tabla 4.11 y 4.12).

Tabla 4.11 Parámetros para la determinación de la tenacidad de fractura del compuesto WC-%6Co-0,5TiC para las distintas temperaturas de sinterización.

Temperatura (°C)	a (m)	L (m)	P (N)	Dureza (Mpa)	E (Mpa)
1325	1,00E-04 ±1,76E-06	8,30E-05 ±5,48E-06	294,19	11730	328480
1375	8,57E-05 ±6,48E-07	1,33E-04 ±1,41E-05	294,19	16240	501130
1400	8,75E-05 ±8,36E-07	1,22E-04 ±1,88E-06	294,19	16200	500590
1425	8,74E-05 ±9,14E-07	1,19E-04 ±5,54E-06	294,19	15240	552990
1475	8,69E-05 ±5,50E-07	1,32E-04 ±9,11E-07	294,19	13420	481380
1525	8,79E-05 ±7,21E-07	1,30E-04 ±2,00E-06	294,19	12790	470230
1575	9,16E-05 ±4,48E-07	8,74E-05 ±3,96E-06	294,19	12690	468870

Tabla 4.12. Parámetros para la determinación de la tenacidad de fractura del compuesto WC-%6Co-0,5TaC para las distintas temperaturas de sinterización.

Temperatura (°C)	a (m)	L (m)	P (N)	Dureza (Mpa)	E (Mpa)
1325	9,78E-05 ±9,00E-07	9,53E-05 ±3,79E-06	294,19	11460	471420
1375	9,23E-05 ± 8,26E-07	1,11E-04 ±3,82E-06	294,19	15310	480080
1400	9,12E-05 ± 4,75E-07	1,10E-04 ±3,44E-06	294,19	15010	554380
1425	9,16E-05 ±1,00E-06	1,07E-04 ±3,44E-06	294,19	14690	486430
1475	8,97E-05 ±6,86E-07	1,20E-04 ±5,15E-06	294,19	13200	452610
1525	8,91E-05 ±7,47E-07	1,25E-04 ±3,61E-06	294,19	13080	465210
1575	9,03E-05 ±3,51E-07	1,07E-04 ±1,51E-06	294,19	12710	443040

Los resultados obtenidos de tenacidad de fractura (K_{IC}) mediante el empleo de los dos modelos para una morfología de grieta tipo Palmqvist se presentan en la Tabla 4.13 y 4.14.

Para los compuestos de WC-6%Co-0,5TiC (Tabla 4.13), se observa que para ambos modelos, la tenacidad de fractura presenta fluctuaciones entre las temperaturas de 1375 °C y 1525 °C, en el caso de la temperatura más alta (1575°C) se aprecia el mayor valor con 10,96 MPa*m^{1/2} para el modelo de *Shetty et al*⁽³³⁾ y 12,96 MPa*m^{1/2} para el modelo propuesto por *Niihara et al*⁽²²⁾, con lo que se puede asumir que los valores presentan una tendencia a incrementar. Para la temperatura de 1325 °C se reportan valores relativamente altos con respecto al promedio (10,29 y 10,89 MPa*m^{1/2}, *Shetty et al*⁽³³⁾ y *Niihara et al*⁽²²⁾ respectivamente), esto se debe a la condición de porosidad encontrada, afectando directamente la dureza y la tenacidad de fractura, logrando que las grietas presenten dificultad de propagación.

De igual manera en la Tabla 4.14, se reportan los valores obtenidos para el compuesto de WC-6%Co-0,5TaC. La tenacidad de fractura presenta una leve tendencia a incrementar, encontrándose entre 9,66 y 10,70 MPa*m^{1/2}, *Shetty et al*⁽³³⁾ y *Niihara et al*⁽²²⁾ respectivamente, para la condición de 1375 °C. De la misma manera se reportó 10,04 y 11,59 MPa*m^{1/2} (*Shetty et al*⁽³³⁾ y *Niihara et al*⁽²²⁾) para la temperatura de 1575°C, el comportamiento que estos materiales presentan depende de las características microestructurales que poseen. El hecho de que la temperatura de 1325°C presente el valor más alto de tenacidad de fractura se atribuye de igual manera que en el caso anterior, a la porosidad encontrada en esta condición.

Tabla 4.13 Resultados de las pruebas de tenacidad de fractura por indentación de los compuestos volumétricos WC-6%Co-0,5TiC.

Temperatura (°C)	Shetty (MPa*m^{1/2})	Niihara (MPa*m^{1/2})
1325	10,29±0,28	10,89±0,29
1375	9,51±0,51	10,46±0,57
1400	9,69±0,08	10,67±0,08
1425	9,85±0,2	11,56±0,24
1475	9,41±0,09	10,99±0,1
1525	9,35±0,11	11,03±0,13
1575	10,96±0,27	12,96±0,32

Tabla 4.14 Resultados de las pruebas de tenacidad de fractura por indentación de los compuestos volumétricos WC-6%Co-0,5TaC.

Temperatura (°C)	Shetty (MPa*m^{1/2})	Niihara (MPa*m^{1/2})
1325	9,83±0,13	12,13±0,16
1375	9,66±0,12	10,70±0,13
1400	9,81±0,12	11,59±0,14
1425	9,91±0,17	11,21±0,19
1475	9,55±0,18	10,95±0,21
1525	9,40±0,09	10,94±0,11
1575	10,04±0,10	11,59±0,11

De acuerdo con la Figura 4.23 donde se compara la tenacidad de fractura obtenida para ambos compuestos de WC-6%Co-0,5%TiC y WC-6%Co-0,5%TaC bajo las condiciones expuestas anteriormente, se observa que a medida que aumenta la temperatura de sinterización la tenacidad incrementa, de acuerdo a la pendiente positiva de las tendencias presentes en ambas condiciones, de igual manera se observa que entre las temperaturas de 1325°C y 1400°C el TaC como inhibidor se encuentran por encima del TiC, mostrando una mejor tenacidad de fractura, de manera contraria ocurre para el resto de las temperaturas, donde el TiC presenta una mejora favorable de la tenacidad en comparación con el TaC. También se puede resaltar que la pendiente para los compuestos de WC-6%Co-0,5%TiC es 76,8% más pronunciada que para los compuestos de WC-6%Co-0,5%TaC, lo que demuestra que la tenacidad de fractura incrementa a mayor magnitud a medida que la temperatura aumenta.

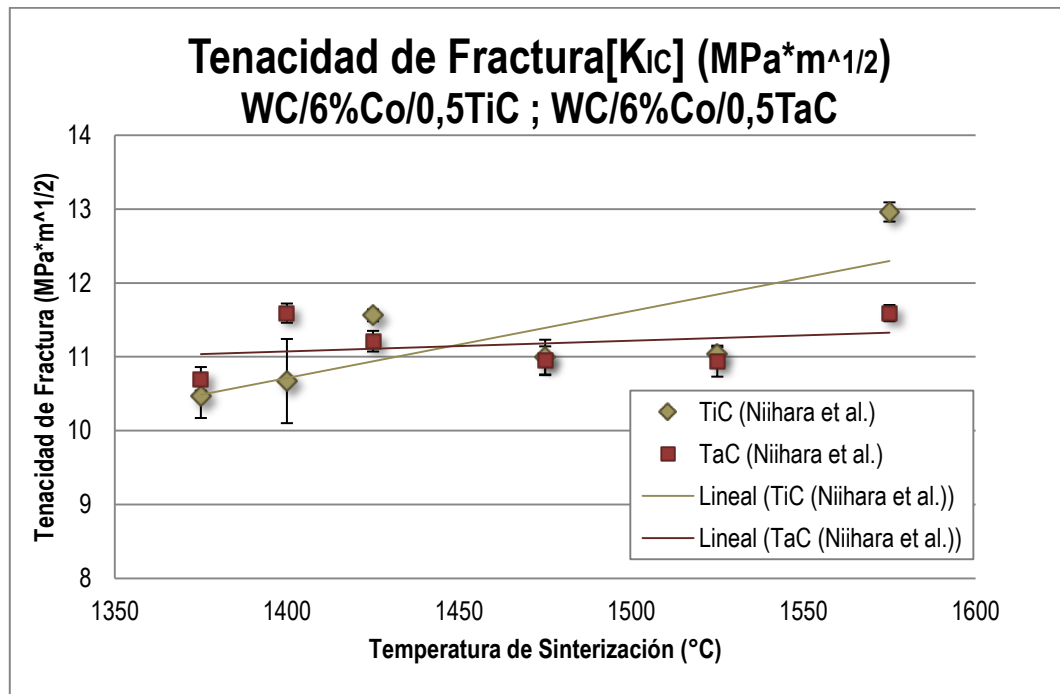
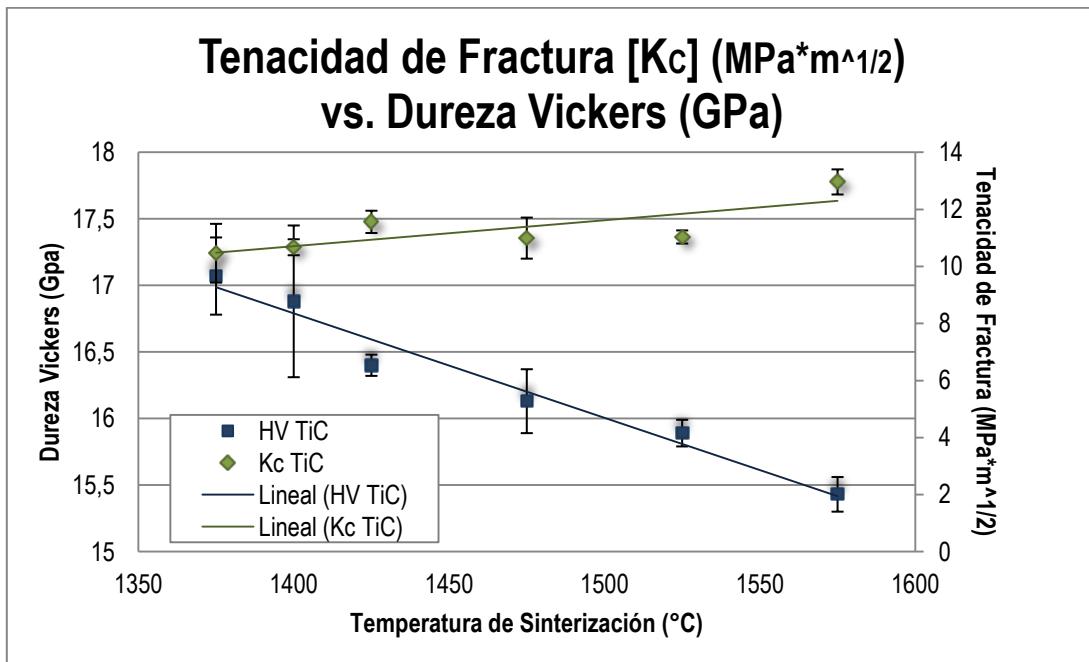


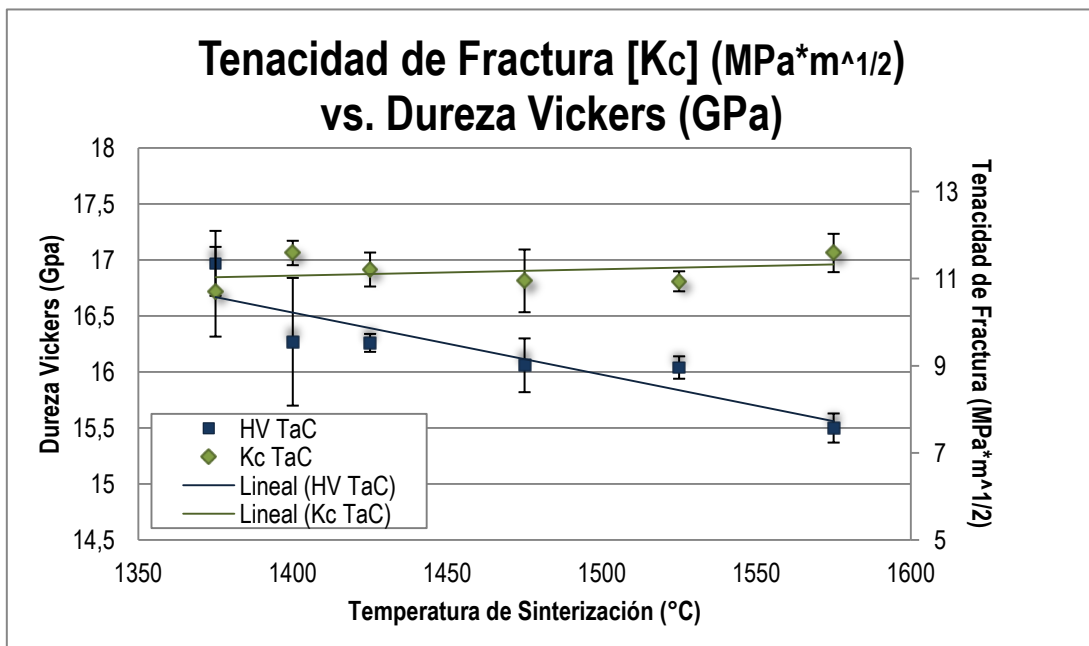
Figura 4.23 Variación de la tenacidad a la fractura por indentación en función de la temperatura de sinterización para los compuestos volumétricos de WC-6%Co-0,5%TiC y WC-6%Co-0,5%TaC y WC-6%Co [Arcuri, 2014].

Ahora bien, al realizar la comparación de la tenacidad de fractura con la dureza en función de la temperatura de sinterización de las muestras (Fig. 4.24), se puede observar el comportamiento mecánico de los compuestos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC.

De acuerdo a lo que se observa en la figura 4.24 (a) y (b), se puede decir que a medida que aumenta la temperatura de sinterización disminuye la dureza y aumenta la tenacidad, existiendo una relación inversamente proporcional entre estas propiedades, causado por el incremento del tamaño de grano de WC a medida que aumenta la temperatura de sinterización junto con el incremento del contenido de cobalto. Ambas propiedades serán de vital importancia para determinar la temperatura de sinterización para el empleo del material como herramienta de corte, ya que este tipo de herramientas está sometido a cargas estáticas o dinámicas, produciendo así, tensiones mecánicas en el material.



(a)



(b)

Figura 4.24 Relación de la Tenacidad a la Fractura y la Dureza para los compuestos: a) WC-Co-0,5TiC, b) WC-Co-0,5TaC.

4.5. RELACIÓN DE PARÁMETROS MICROESTRUCTURALES Y PROPIEDADES MECÁNICAS

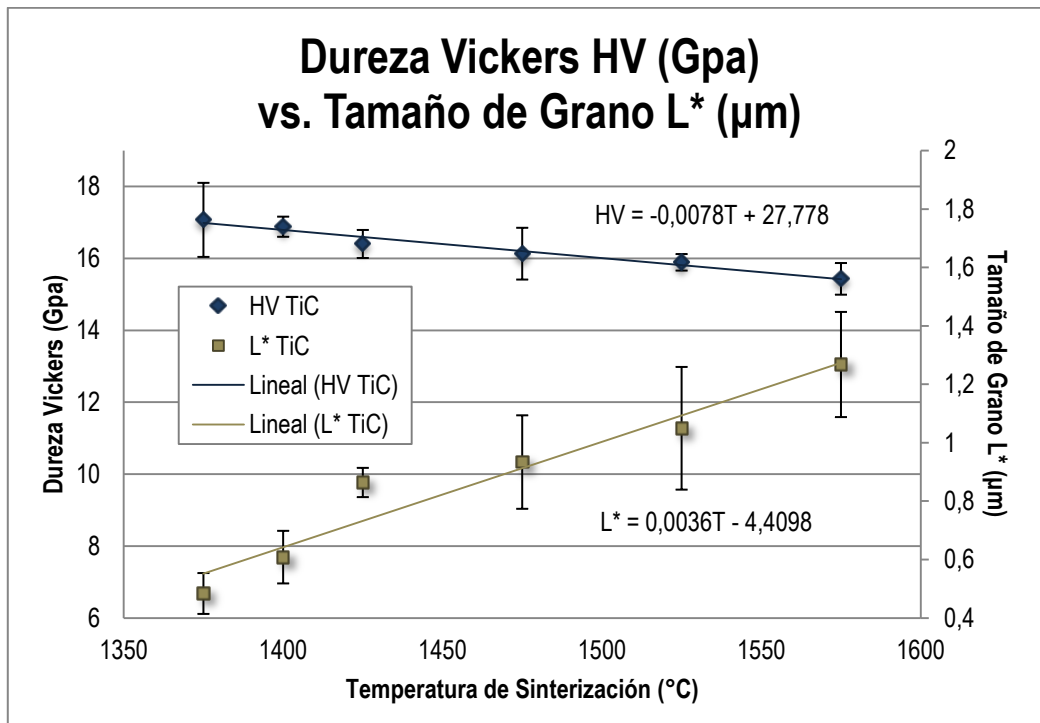
Tanto la dureza como la tenacidad de fractura, dependen de la microestructura obtenida ⁽³⁴⁾, debido a esto, se hace imperativo estudiar la influencia que los parámetros microestructurales ejercen sobre las propiedades mecánicas de los compuestos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC. A continuación se comparan los parámetros de tamaño de grano de WC (Fig. 4.25), contigüidad (Fig. 4.26) y camino libre medio de la fase aglomerante (Fig.4.27) con respecto a los valores obtenidos de dureza y tenacidad de fractura.

De acuerdo a los resultados de los parámetros microestructurales y de las propiedades mecánicas si se desea tener una dureza más elevada se debe emplear TiC como inhibidor de crecimiento para las temperaturas entre 1325°C y 1475°C, ya que para el resto de las temperaturas ambos inhibidores se comportan de manera semejante, a su vez si se desea un compuesto más tenaz se debe utilizar TaC como refinador de partículas entre las temperaturas de sinterización de 1325°C y 1400°C a partir de 1425°C se recomienda el uso de TiC como inhibidor.

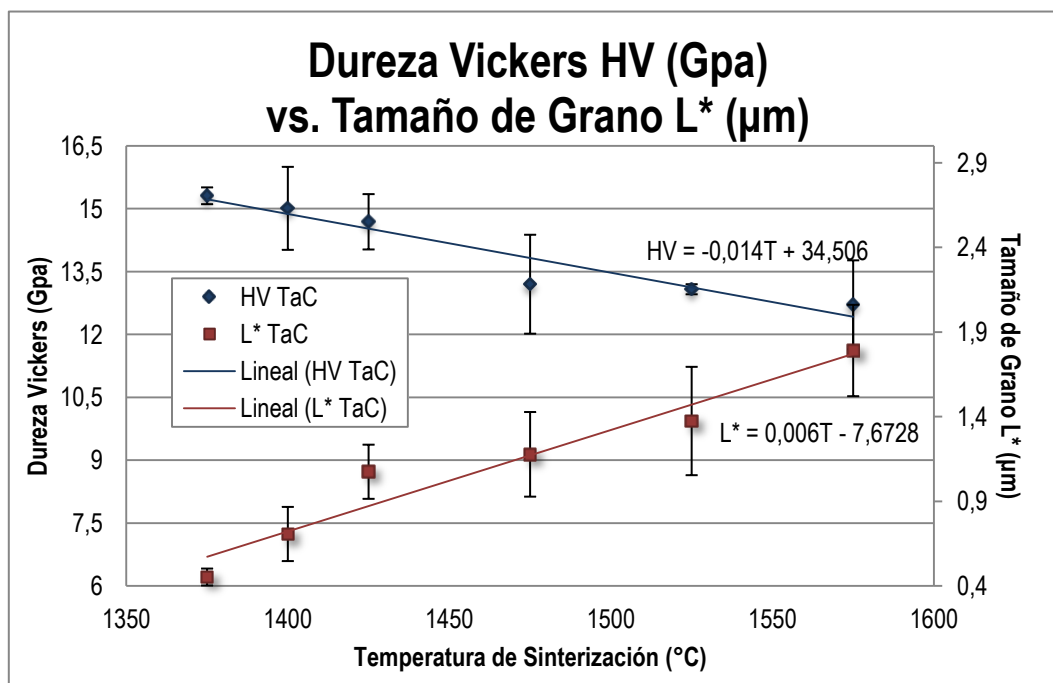
4.5.1. Correlación entre la dureza y el tamaño de grano de WC

Mediante la Figura 4.26 (a) y (b) se aprecia la analogía entre el tamaño de grano y la dureza de los compuestos volumétricos de WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC, ambos compuestos aditivados con inhibidores de crecimiento (TiC y TaC) demuestran el mismo comportamiento, al aumentar la temperatura de sinterización el tamaño de grano aumenta en la misma proporción y simultáneamente la dureza disminuye. El incremento de la temperatura de sinterización concede movilidad a las partículas de WC en el Co, formando así, granos de mayor tamaño y a su vez modificaciones en los parámetros microestructurales. Mayores tamaños de grano significan un valor de dureza menor ya que a bajas temperaturas de sinterización las partículas de carburo poseen menores dimensiones, pero a su vez se encuentran más unidas entre sí, lo cual repercute en mayor dureza. Esto se explica ya que el cobalto como aglutinante no ha alcanzado su temperatura eutéctica a valores de temperatura menores a 1400°C.

En la figura 4.26 (a) se puede presenciar que la inclinación de la pendiente de la línea de tendencia para la dureza de los compuestos que presentan TiC como inhibidor, está dada por la ecuación $HV = -0,0078T + 27,778$ y a su vez el tamaño de grano por la ecuación $L^* = 0,0036T - 4,4098$ de pendiente positiva, por lo que se evidencia la relación inversa entre ambos. Para el caso del TaC las líneas de tendencia presentan el mismo comportamiento y son descritas por las siguientes ecuaciones $HV = -0,014T + 34,506$ y $L^* = 0,006T - 7,6728$, sin embargo se puede observar que sus razones de cambio varían debido a que el TaC, como inhibidor, es menos efectivo, sobre todo a mayores temperaturas.



(a)

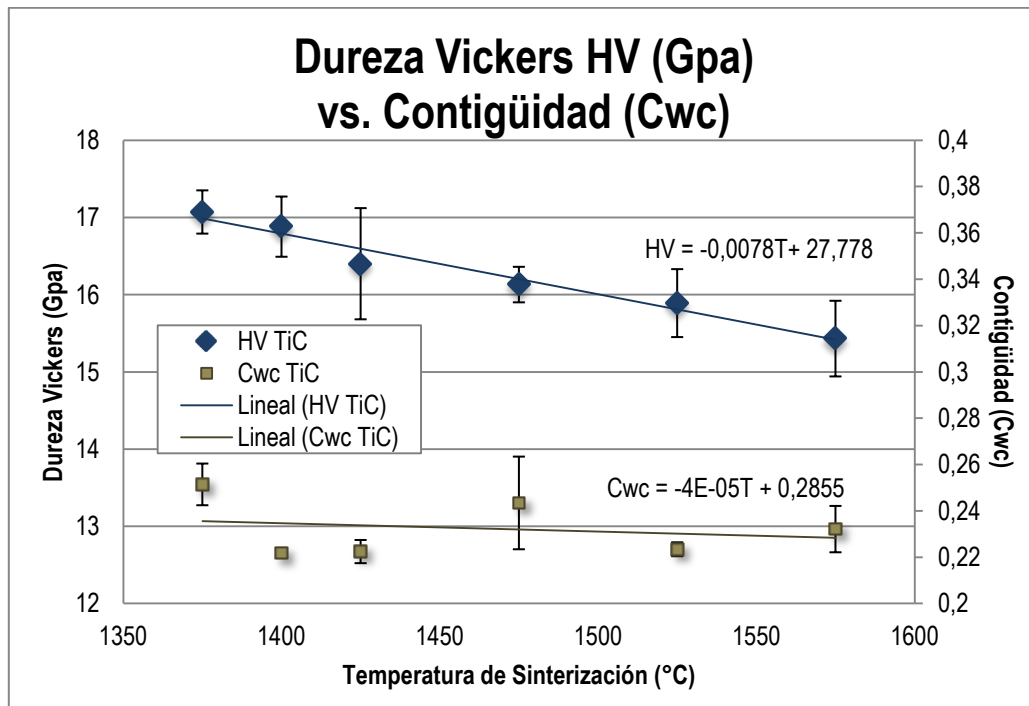


(b)

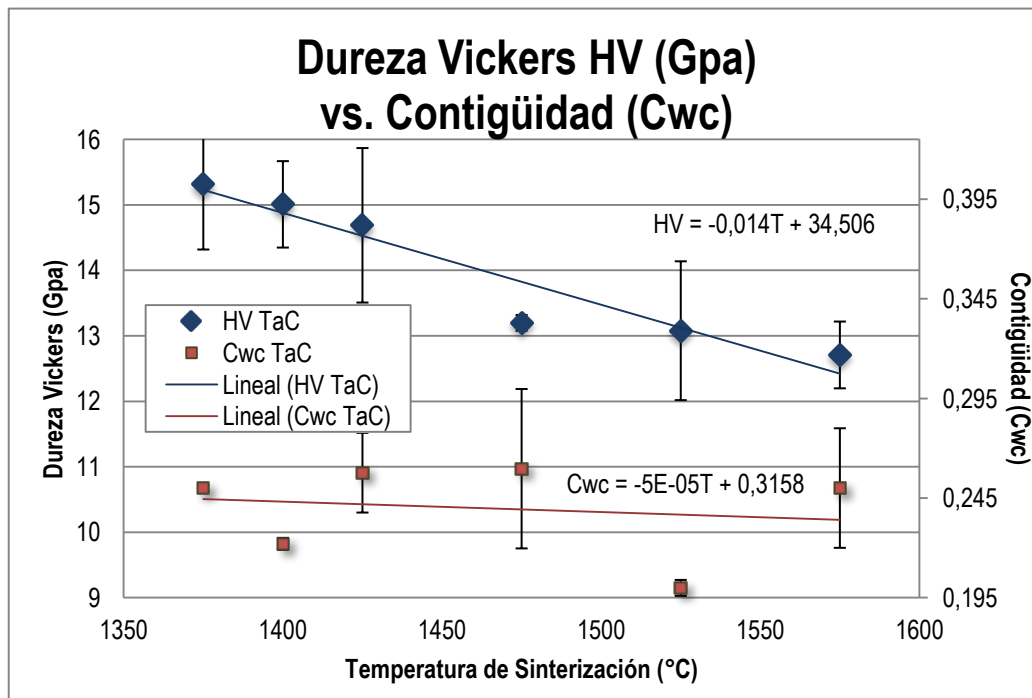
Figura 4.25 Relación de la dureza con el tamaño de partículas de WC a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.

4.5.2. Correlación entre la dureza y la contigüidad

En la figura 4.26 (a) y (b) se presenta la relación entre la dureza Vickers y la contigüidad de los compuestos en estudio, se observa que ambos tienen el mismo comportamiento, presentan una disminución tanto en la dureza como en la contigüidad a medida que la magnitud de la temperatura de sinterización aumenta. El incremento de la temperatura de sinterización genera un crecimiento en el tamaño de las partículas de WC mejorando la distribución de la fase aglutinante de cobalto, pero a su vez trae como secuela un espaciamiento de las partículas de WC presentes en la misma fase, por lo cual el grado de conectividad entre ellas disminuye, es decir disminuyen los valores de contigüidad. Lo anterior se evidencia a través de las líneas de tendencia las cuales presentan ecuaciones $HV = -0,0078T + 27,778$ para la dureza de los compuestos TiC y $Cwc = -(4E - 05)T + 0,2855$ para la contigüidad del mismo. Por su parte el compuesto aditivado con TaC presenta líneas de tendencia con la misma característica, ambas pendientes negativas, y sus ecuaciones están dadas por $HV = -0,014T + 34,506$ para la dureza Vickers y $Cwc = -(5E - 05)T + 0,3158$ para la contigüidad. Es importante acotar que debido a la despreciable variación, se puede deducir que la contigüidad no es un parámetro relacionado directamente con la dureza de los compuestos volumétricos de WC-6Co. Además, las primeras cuatro (4) muestras fueron atacadas químicamente para revelar la microestructura del compuesto, alterando los resultados del análisis de las fracciones volumétricas de las fases de WC y Co, por consiguiente se modifica la contigüidad, factor dependiente de la fracción volumétrica de Co.



(a)

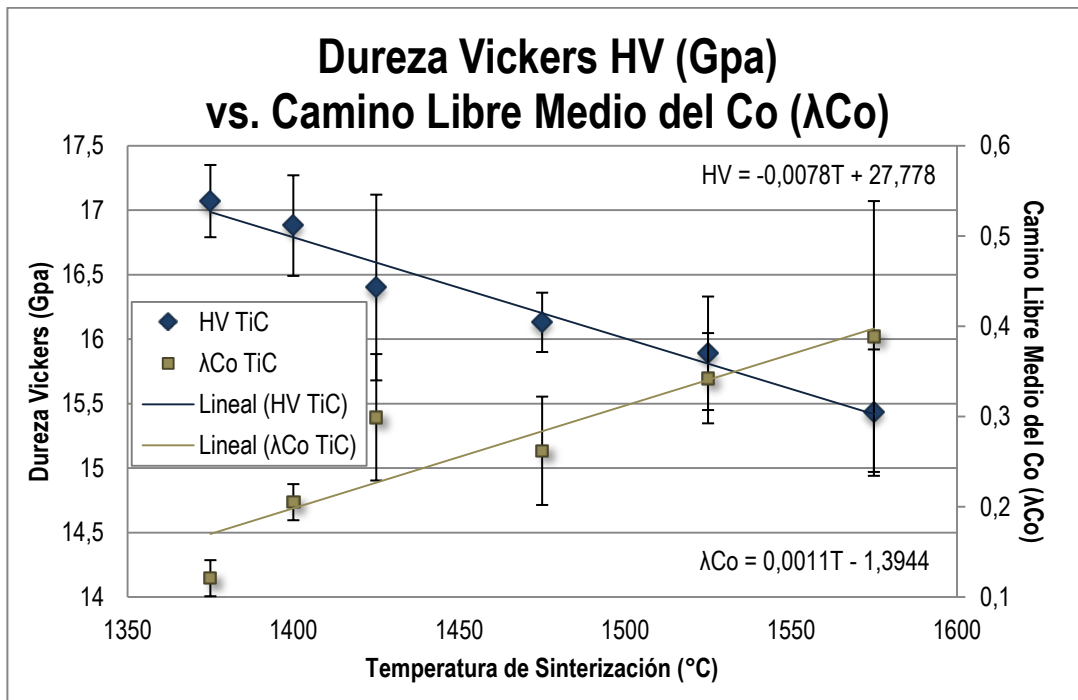


(b)

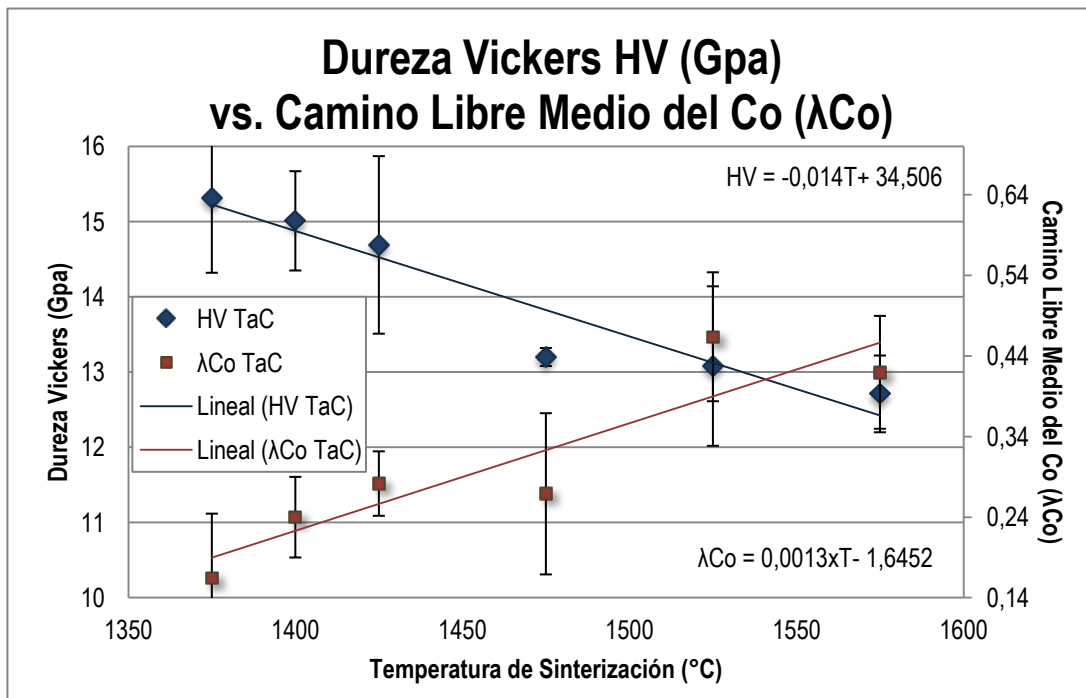
Figura 4.26. Relación de la dureza con la contigüidad a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.

4.5.3. Correlación entre la dureza y el camino libre medio del aglomerante.

La figura 4.27 (a) y (b) muestra la relación entre la dureza Vickers y el camino libre medio del aglomerante para los compuestos en estudio, en la cual se demuestra que el incremento de la temperatura de sinterización, y por ende el tamaño de las partículas de WC, tiende a generar separación entre cristales, aumentando el contenido de ligante Co entre los granos de WC y permitiendo la formación de fases semi continuas de cobalto. Este comportamiento repercute en la disminución de la dureza, y en caso contrario, ocurre con el camino libre medio del cobalto, el cual incrementa debido al mayor espaciamiento entre los carburos de tungsteno. Este fenómeno se presenta de manera similar para los compuestos volumétricos aditivados tanto con TiC como aquellos que contienen TaC, sin embargo la tasa de variación de la relación dureza-camino libre medio del cobalto para los compuestos con TiC es mayor en comparación al caso del TaC, debido al comportamiento de sus líneas de tendencia que presentaron ecuaciones $\lambda Co = 0,0011T - 1,3944$ y $\lambda Co = 0,0013T - 1,6452$ para el λCo del TiC y TaC respectivamente. Esto se debe a que el TiC en este sentido, presenta mejor desempeño como refinador de partícula. El aglomerante Co se encuentra limitado por los granos de WC, lo que incrementa su resistencia elástica trayendo como consecuencia que la dureza de los carburos cementados esté relacionada en gran medida con este parámetro microestructural.



(a)

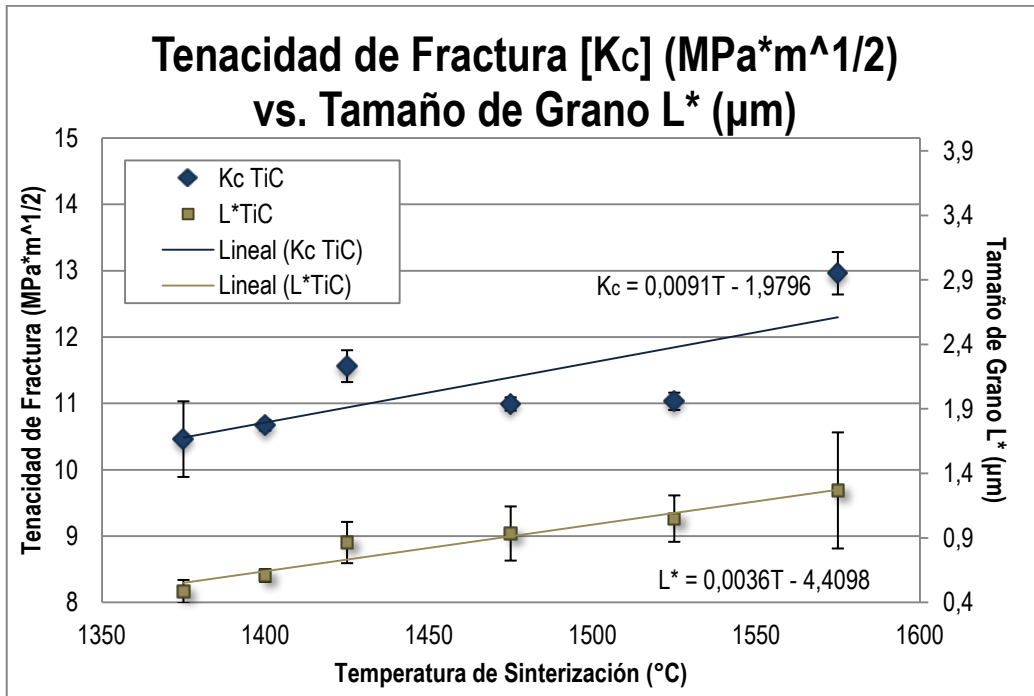


(b)

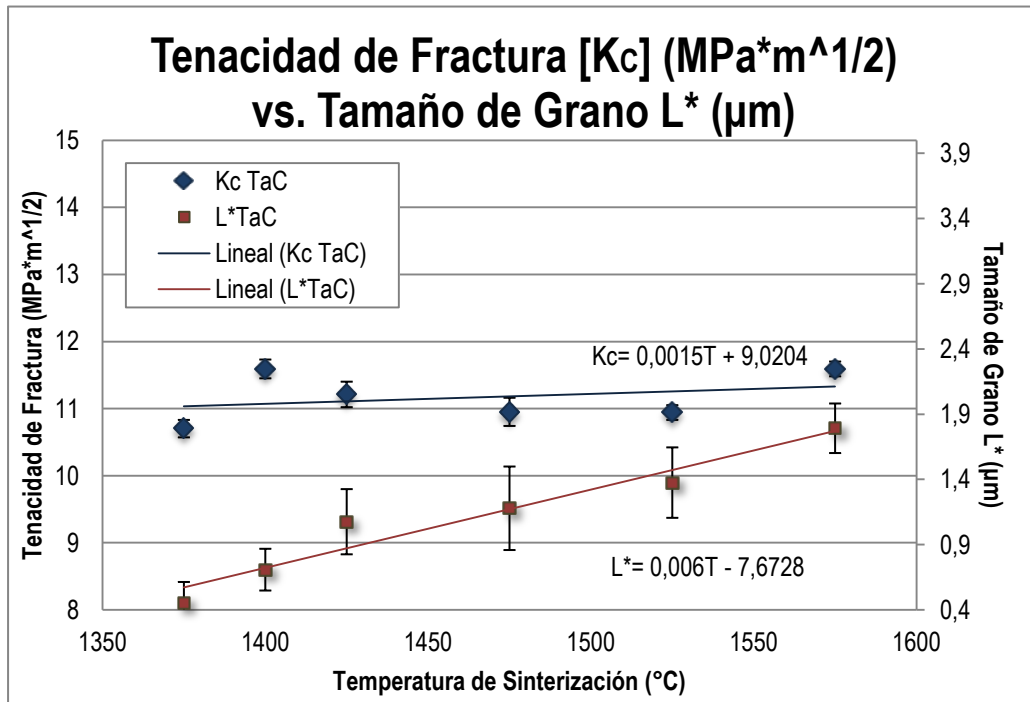
Figura 4.27 Relación de la dureza con el camino libre medio de Co a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.

4.5.4. Correlación entre la tenacidad de fractura y el tamaño de grano de WC

En la Figura 4.28 (a) y (b) se observa la relación entre la tenacidad de fractura y el tamaño de grano respecto a la temperatura de sinterización a la cual fueron sometidos los diferentes compuestos a base de WC-Co aditivados con TiC y TaC. Ambos compuestos mantienen una relación similar, a medida que la temperatura de sinterización y el tamaño de grano aumentan, de manera simultánea, la tenacidad de fractura presenta el mismo comportamiento. Este fenómeno se atribuye al hecho de que las partículas cerámicas de los carburos cementados son aquellas que aportan la rigidez y dureza al compuesto, mientras que la matriz metálica aporta la tenacidad, como se explicó en apartados anteriores, la disminución de la dureza está relacionada con el aumento del tamaño de grano de WC y por lo tanto la tenacidad de fractura tiende a aumentar. Sin embargo este fenómeno se presenta en mayor medida para los compuestos aditivados con TiC ya que la línea de tendencia de la tenacidad de fractura para este compuesto tiene una ecuación dada por $K_{IC} = 0,0091T - 1,9796$ la cual posee una razón de cambio mayor que para el caso del TaC definido por la ecuación $K_{IC} = 0,0015T + 9,0204$. Como era de esperarse ocurre de manera contraria para el tamaño de grano, en el cual la tasa de variación de los compuestos de TaC es mayor que para el TiC. Tal comportamiento se puede atribuir al hecho de que en las temperaturas de sinterización más bajas, las partículas de WC son de menor tamaño y se encuentran más unidas entre sí. El incremento de la temperatura de sinterización permite solubilidad adicional o movilidad de las partículas de WC en el Co para formar granos más grandes, ocasionando modificaciones microestructurales que generan mayores zonas de aglomerante Co, por lo que el espécimen se comporta de manera más dúctil. En el mismo orden de ideas, se encontró que el parámetro que relaciona directamente la tenacidad de fractura con el tamaño de grano es la temperatura de sinterización, por ende, el TiC al ser mejor inhibidor de crecimiento de grano permite que los compuestos volumétricos de WC-6Co/0.5TiC presenten una tenacidad de fractura más elevada con respecto al compuesto de WC-6Co/0.5TaC.



(a)

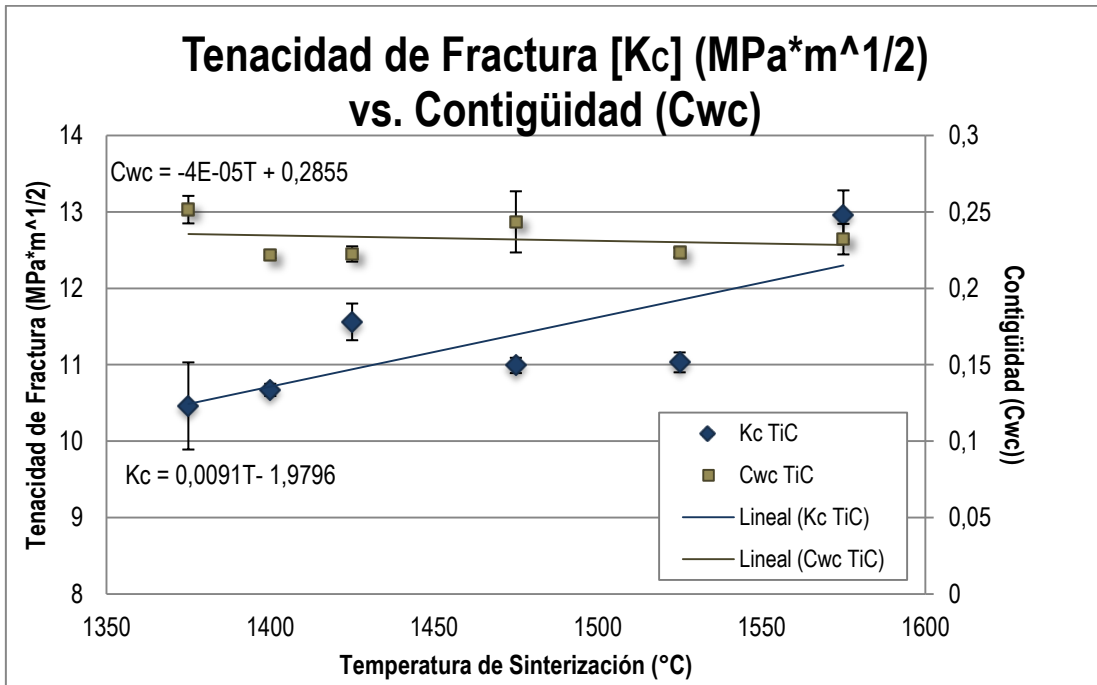


(b)

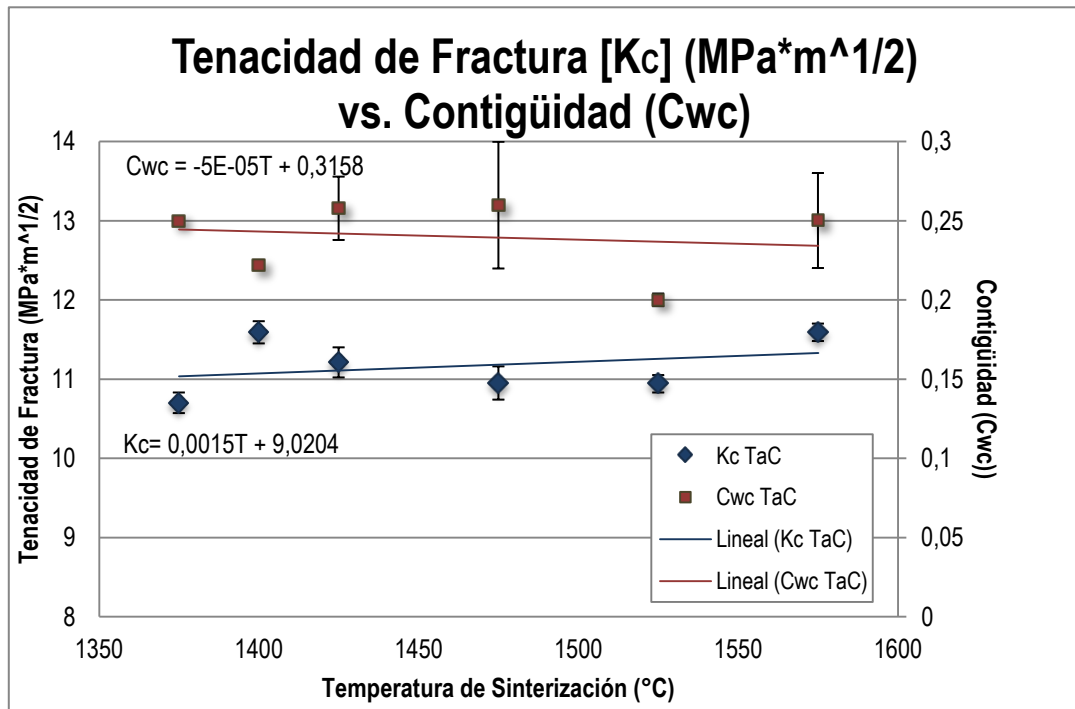
Figura 4.28 Relación de la tenacidad de fractura con el tamaño de grano a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.

4.5.5. *Correlación entre la tenacidad de fractura y la contigüidad.*

La figura 4.29 (a) y (b) ilustra el comportamiento de la tenacidad de fractura y la contigüidad de los compuestos volumétricos en estudio con respecto a la temperatura a la cual fueron sinterizados, la misma presenta el aumento de la tenacidad con respecto al incremento de la temperatura de sinterización como se explicó anteriormente, sin embargo la conducta del parámetro microestructural conocido como contigüidad tiene una tendencia muy ligera a disminuir con el aumento la temperatura de sinterización, lo cual hace a una razón de 0,0059 según la ecuación de la línea de tendencia para los compuestos de TiC ($C_{wc} = -0,0059T + 0,2623$) y de 0,0005 para los compuestos de TaC ($C_{wc} = -(5E - 05)T + 0,2378$). Esto se debe a que el aumento de la temperatura en el proceso de sinterizado facilita la movilidad de las partículas de WC permitiendo que el aglutinante (Co) fluya entre ellas disminuyendo la conectividad entre WC/WC produciendo un aumento de la tenacidad y una disminución en la contigüidad. Sin embargo, debido a la despreciable variación, se puede inferir que la contigüidad no es un parámetro relacionado directamente con la tenacidad de fractura de los compuestos volumétricos. Es importante resaltar que las primeras cuatro (4) muestras fueron atacadas químicamente para revelar la microestructura del compuesto, y el mismo altera los resultados del análisis de las fracciones volumétricas de las fases de WC y Co, por consiguiente se altera la contigüidad, factor dependiente de la fracción volumétrica de Co.



(a)



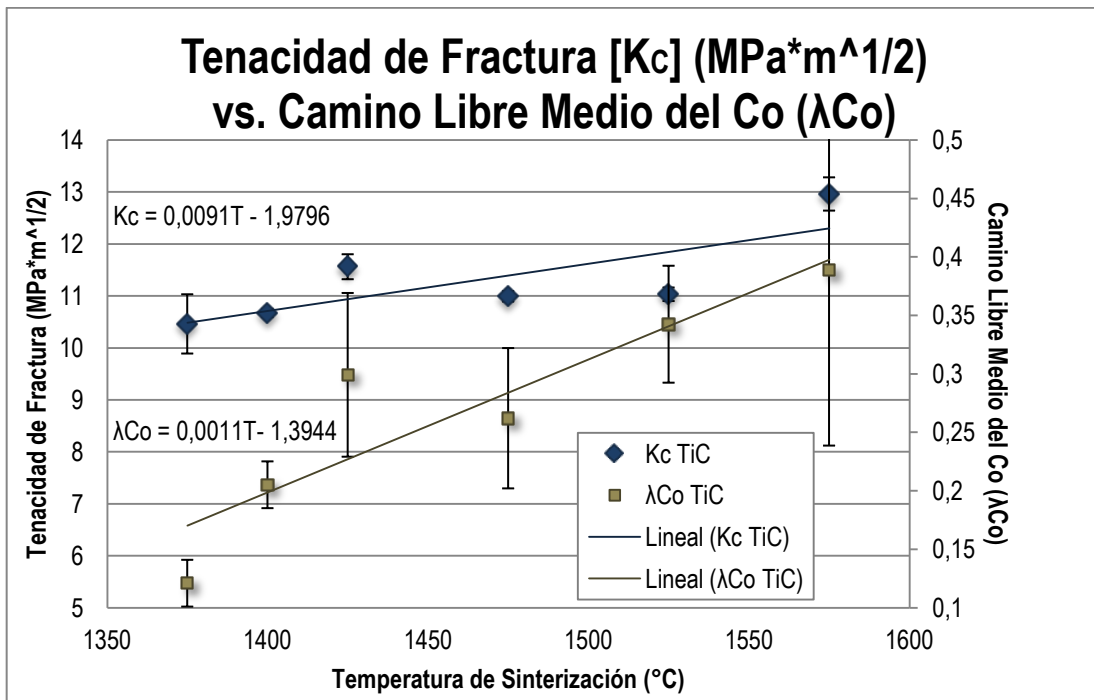
(b)

Figura 4.29 Relación de la tenacidad de fractura con la contigüidad a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.

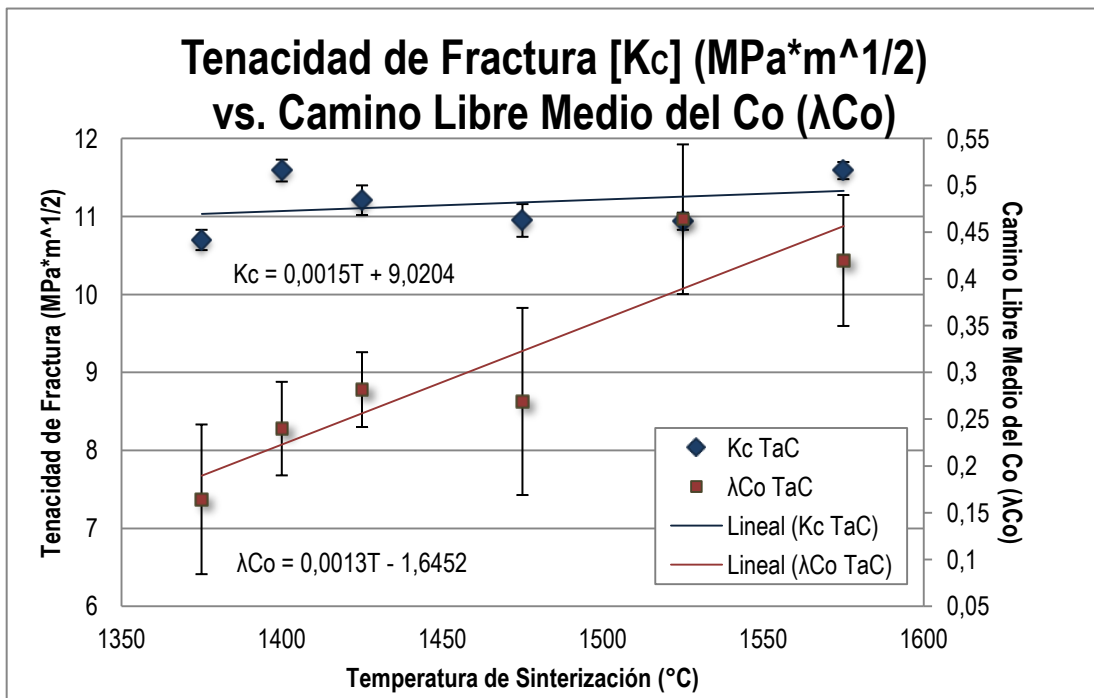
4.5.6. Correlación entre la tenacidad de fractura y el camino libre medio del aglomerante.

La figura 4.30 (a) y (b) modela la relación existente entre la tenacidad de fractura y el camino libre medio del aglomerante de cobalto. Los compuestos volumétricos estudiados, presentan un incremento tanto en el parámetro microestructural como en la propiedad mecánica al elevar la temperatura de sinterización. Para el caso del compuesto WC-6Co/0.5TiC la rata de variación es positiva en ambos casos, obteniéndose como ecuaciones de línea de tendencia $K_{IC} = 0,0091T - 1,9796$ para el caso de tenacidad de fractura y para el camino libre medio del cobalto $\lambda Co = 0,0011T - 1,3944$. Al comparar las ecuaciones antes mencionadas con las líneas de tendencia de los compuestos WC-6Co/0.5TaC las mismas presentan un comportamiento similar, con líneas de tendencia para la tenacidad de fractura de $K_{IC} = 0,0015T + 9,0204$ y de $\lambda Co = 0,0013T - 1,6452$ para el comportamiento del camino libre medio del cobalto.

Al elevar la temperatura de sinterización se incrementa la solubilidad de la fase metálica y a su vez esto permite la disgregación de las partículas de WC a través del Co, trayendo como consecuencia una mayor formación de zonas de aglomerante, intensificando la probabilidad de que las grietas se propaguen por esta vía, en el cual la energía de rotura es menor, lo que resulta en una mayor tenacidad de fractura. De esta manera se establece una relación directa entre el camino libre medio y la tenacidad del compuesto, ya que existe un crecimiento en el límite de deformación plástica a medida que aumenta el camino libre medio de Co, por lo que el material es propenso a fluir con mayor facilidad cuando se le aplica una carga. No obstante, dicho parámetro debe ser considerado a la hora de seleccionar la condición de sinterización más eficiente para la fabricación de carburos cementados empleados como herramienta de corte.



(a)



(b)

Figura 4.30 Relación de la tenacidad de fractura con el camino libre medio de Co a medida que aumenta la temperatura de sinterización: a) WC-6Co-0,5TiC, b) WC-6Co-0,5TaC.

4.5.7. *Desempeño de los inhibidores de crecimiento de grano en compuestos volumétricos de WC-6Co.*

La tendencia a disminuir el tamaño de herramientas a emplear en aplicaciones de corte de metales, junto a la creciente demanda de materiales con una mayor dureza acompañada de un buen comportamiento mecánico, ha conllevado al desarrollo de características de metal duro de tamaños de grano cada vez más finos. Innovadoras técnicas pulvimetalúrgicas se han desarrollado con la finalidad de obtener calidades sub-micrométricas, ultra finas y nanométricas ⁽³⁵⁾, en las cuales es imprescindible el uso de inhibidores de crecimiento de grano, así como una mejor clasificación y purificación de las materias primas con el propósito de disminuir los defectos intrínsecos tanto en cantidad como en tamaño.

Estudios previos sobre la correlación entre los parámetros microestructurales con las propiedades mecánicas de los carburos cementados han determinado la influencia de la microestructura en el comportamiento mecánico de estos compuestos a distintas proporciones de fase cerámico-metálica, corroborando la relación inversa que existe entre dureza y tenacidad de fractura. En numerosos trabajos reportan que son varios los parámetros microestructurales que influyen en las propiedades mecánicas del material, sin embargo la mayoría de los autores concuerdan que los parámetros normalizadores que permiten explicar dicha influencia son la contigüidad de los carburos (C_{wc}) y el camino libre medio de cobalto (λ_{Co}) ⁽¹²⁾. Por su parte, el tamaño de grano está directamente relacionado con dichos parámetros, en especial con el incremento de la temperatura de sinterización, que al promover la solubilidad del cobalto, disminuir el espaciamiento entre partículas de WC, aumentar el camino libre medio del aglomerante permite que las mismas sean embebidas de manera uniforme por la matriz metálica, con esto se logra un aumento de la tenacidad de fractura del material y una mejora de su resistencia mecánica.

Sin embargo, este fenómeno trae como consecuencia, sobre todo en temperaturas mayores a 1500°C, el crecimiento anómalo del tamaño de grano, y por ende la disminución de la dureza. Esto se pudo evidenciar en el trabajo desarrollado

por Arcuri en el cual la variación del tamaño de grano en función de la temperatura de sinterización de compuestos de WC-6Co presenta una tasa de crecimiento de 0,1891 para las primeras cuatro temperaturas (1375°C-1425°C) para luego aumentar dicha tasa a 2,9155 para las últimas tres temperaturas (1425°C-1575°C). Para esta investigación se estudiaron compuestos con el mismo porcentaje en peso de cobalto, pero aditivados con inhibidores de crecimiento de grano como el TiC y TaC en un 0,5% en peso.

Los resultados indicaron que efectivamente los refinadores de partícula controlaron el crecimiento de los granos de carburo, presentando una tasa de variación de 0,2382 para el compuesto WC-6Co-0,5TaC y una variación del crecimiento de 0,1464 para el compuesto WC-6Co-0,5TiC conforme al aumento de la temperatura a la cual fueron sinterizados, según sus líneas de tendencia. Para el camino libre medio de cobalto (λ_{Co}), los compuestos que presentan inhibidores, mostraron una relación proporcional con el incremento de la temperatura de sinterización con valores de 0,0841 a 0,3886 μm para el TiC y 0,1708 y 0,4197 μm para el TaC. Compuestos volumétricos evaluados por Arcuri, presentaron igualmente un incremento del λ_{Co} con valores entre 0,0253 a 0,5240 μm para la menor y mayor temperatura de sinterización respectivamente (1325°C y 1575°C).

De igual forma se presentó el mismo comportamiento para la contigüidad en ambos estudios, manteniendo una tendencia prácticamente constante con una diferencia de 0,38 en promedio conforme aumenta la temperatura de sinterización. En cuanto a la variación de las propiedades mecánicas en función del efecto de la temperatura de sinterización, se presentan comportamientos similares a los consultados en estudios previos, los cuales destacan que elevar la temperatura del proceso de sinterizado de los compuestos de WC-Co, implica disminución en la dureza y a su vez un aumento de la tenacidad de fractura. Valores de tenacidad obtenidos por Arcuri ⁽¹⁾, a través del modelo de Niihara *et al* ⁽²²⁾, se encuentran entre 10,2 y 24 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, y el rango de valores para los compuestos aditivados con TiC y TaC se encuentra entre 11,12 y 13,35 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ y 11,27 y 12,65 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

Esta diferencia se debe a dos principales razones: Al módulo de elasticidad de los compuestos volumétricos, el cual fue asumido por Arcuri como 614 GPa y calculado en este estudio a través del método de indentación Knoop, arrojando un valor promedio de ~546 GPa. Y por otra parte, al fenómeno relacionado a la adición de carburos cúbicos, que actuaron como inhibidores de crecimiento de grano, promoviendo que los compuestos no presentaran caídas pronunciadas con respecto a sus valores de dureza, y por ende la tenacidad de fractura se mantuviera estable con respecto al aumento de la temperatura del proceso de sinterizado al vacío.

Al comparar los resultados obtenidos se pone de manifiesto las mejoras en el comportamiento de los carburos cementados, pudiéndose observar que al contrastar las dos condiciones evaluadas, el carburo de titanio presentó mejor desempeño como inhibidor de crecimiento de grano en comparación con el carburo de tántalo. A la hora de elegir las características del compuesto a utilizar, dependerá de la aplicación al cual será sujeto el elemento mecánico, obteniendo una mayor tenacidad y menor dureza para las muestras con TaC y las condiciones inversas para compuestos con TiC como inhibidor.

Tener en cuenta ambas propiedades es indispensable para determinar la temperatura ideal de sinterización para el empleo de este material como herramienta de corte, debido a que durante su vida útil es sometido a cargas externas, estáticas y dinámicas, produciendo tensiones mecánicas y esfuerzos de rotura que deben ser tomados en cuenta a la hora del diseño. Al ser entonces, la tenacidad de fractura la propiedad que permite la capacidad de resistir los esfuerzos de rotura, debe estudiarse con gran detalle para su empleo adecuado en la industria de las herramientas de corte.

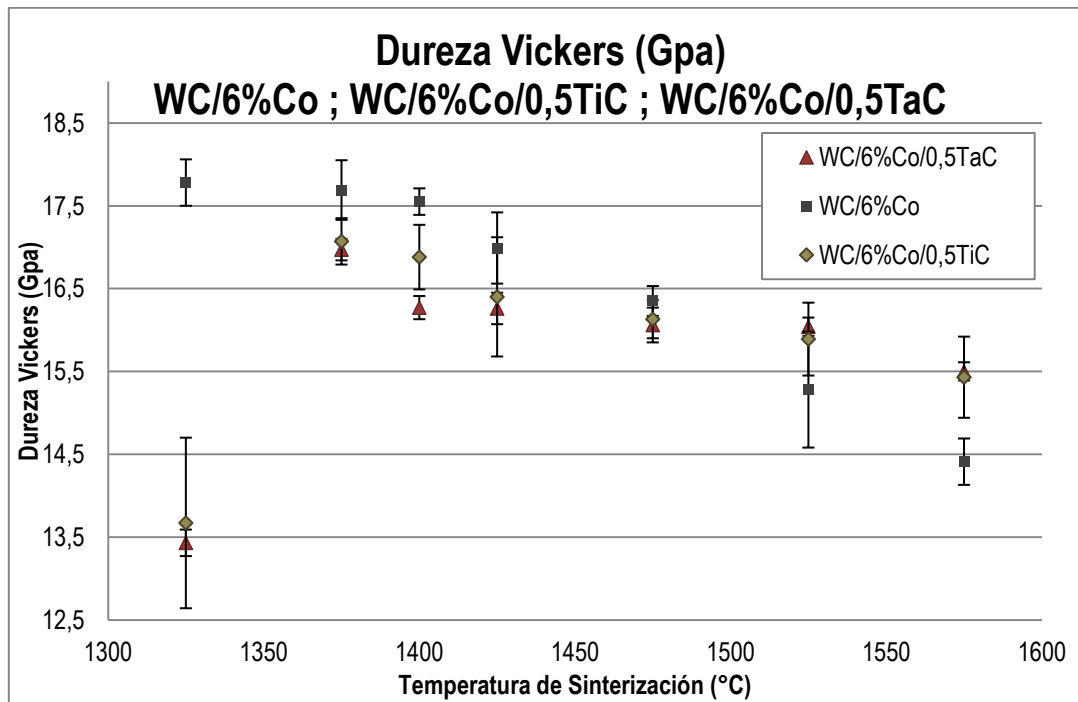
4.5.8. Comparación de las propiedades mecánicas entre compuestos volumétricos de WC-6Co, WC-6Co-0,5TiC y WC-6Co-0,5TaC.

El análisis precedente lleva a la necesidad de comparar las propiedades mecánicas de los compuestos volumétricos en estudio, junto con investigaciones previas, para definir el alcance del trabajo presentado. Las Figuras 4.31(a) y (b) ilustran el comportamiento de los compuestos a base de WC-6Co estudiados por Arcuri ⁽¹⁾ en 2014 (WC/6%Co) y aquellos estudiados en la presente investigación (WC/6%Co/0,5TiC; WC/6%Co/0,5TaC), en cuanto a las propiedades más importantes que definen la caracterización mecánica del material, como lo son la dureza y la tenacidad de fractura y su relación con la temperatura de sinterización. La Figura 4.31(a) relaciona la dureza de los compuestos con y sin inhibidores de crecimiento de grano, y puede notarse, como se determinó previamente, que para ambas condiciones la dureza disminuye al aumentar la temperatura de sinterización, debido al crecimiento del tamaño de las partículas de WC.

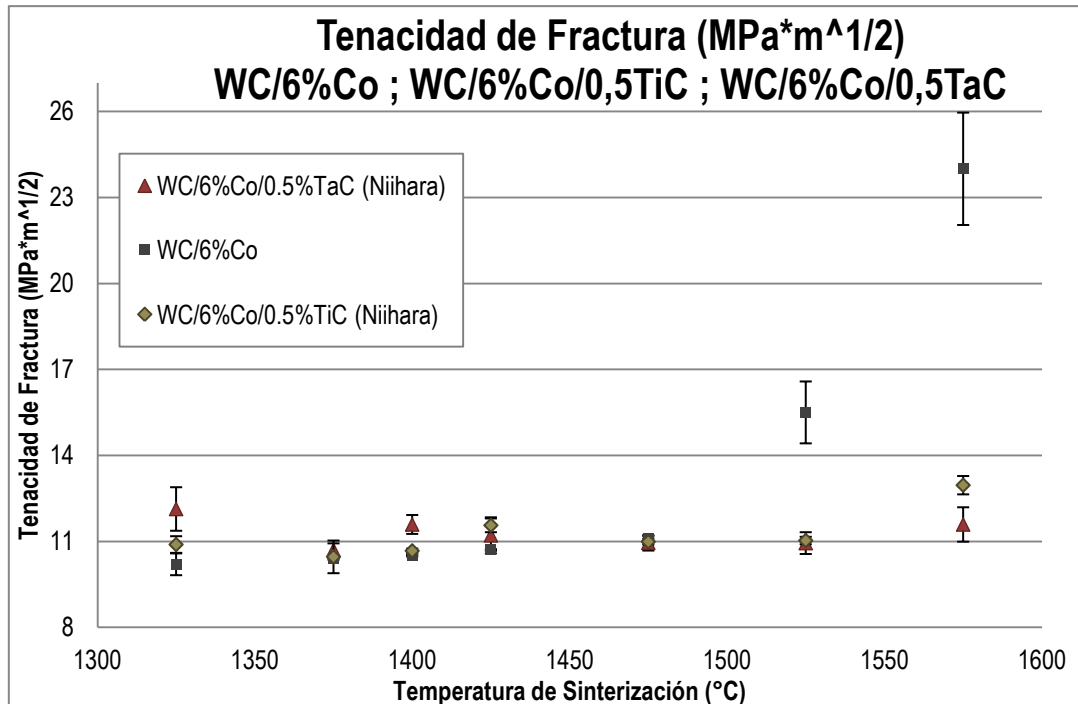
Antes de entrar en consideración es importante acotar que el bajo valor de dureza en el compuesto sinterizado a 1325°C, es consecuencia del porcentaje de porosidad presentado. Habida cuenta de esto, se tiene que para temperaturas de sinterización menores a 1475°C el compuesto sin inhibidores presenta en promedio 3,7% más dureza, sin embargo para temperaturas mayores (1525-1575°C) los compuestos con refinador de partícula presentan valores de dureza un 5,9% mayor, evidenciando que el crecimiento controlado de las partículas cerámicas, se traduce en una caída menos drástica de la dureza del compuesto. Se encontró que para compuestos de WC-6Co sin inhibidores, la tasa de disminución de la dureza se encuentra 67,5% por encima del valor obtenido para compuestos con inhibidores, a temperaturas mayores de 1475°C.

En ese mismo contexto, se presenta la Figura 4.31(b), la cual relaciona la tenacidad de fractura de los compuestos WC-6Co con y sin inhibidores de crecimiento de grano (TiC y TaC), en ella se observa que el aumento de la temperatura en el proceso de sinterizado, significa un incremento en la capacidad del compuesto de absorber energía durante la deformación plástica, este comportamiento se ve acentuado en mayor magnitud, en los compuestos de WC-6Co sin inhibidores, para temperaturas mayores a los 1475°C, en las cuales se presentan valores 62% mayores de tenacidad de fractura, que en los compuestos con TiC y TaC. Este fenómeno puede estar relacionado con el hecho de que el decrecimiento de la dureza se manifiesta en menor proporción para compuestos con aditivos de TiC y TaC; por lo tanto el aumento de la tenacidad se ve disminuido, confirmando así la relación inversa entre estas propiedades mecánicas.

Estos resultados concuerdan con estudios realizados por Lee *et al* ⁽²³⁾ en los cuales se evidenció la tendencia de la tenacidad de fractura a presentar incrementos leves con respecto a la temperatura de sinterización, debido a la presencia de refinadores de partícula, incluso Lee *et al* ⁽³⁶⁾ determinaron que para adiciones de TiC mayores a 10% en peso la capacidad de absorber energía durante la deformación plástica del compuesto se ve disminuida, como se ilustra en la Figura 2.19 presentada en capítulos anteriores.



(a)



(b)

Figura 4.31 Comparación de las propiedades mecánicas de compuestos volumétricos a base de WC-Co con y sin inhibidores de crecimiento de grano (TiC, TaC): a) Dureza, b) Tenacidad de Fractura.

CAPÍTULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. CONCLUSIONES

El presente trabajo de investigación se llevó a cabo con la finalidad de determinar el efecto de la temperatura de sinterización sobre la tenacidad de fractura por indentación de compuestos a base de WC-6Co aditivados con carburos cúbicos de TiC y TaC, los cuales fueron obtenidos por sinterización al vacío. Luego de analizar los resultados obtenidos, la investigación arrojó las siguientes conclusiones:

- El cálculo de la densidad a través del procedimiento de la Norma ISO-3369 es aplicable a los compuestos de WC-Co, arrojando valores promedios de $15,2217 \text{ g/cm}^3$ para las muestras aditivadas con TiC y de $14,3139 \text{ g/cm}^3$ para las muestras con TaC, dichos resultados son análogos con el valor propuesto en la literatura para carburos cementados.
- Se determinó el porcentaje de porosidad de las muestras a través de la norma ASTM B276, obteniendo porosidad Tipo A para las muestras sinterizadas a 1325°C aditivadas con TiC y para los compuestos con TaC en las temperaturas de 1325 y 1375°C , esta condición afecta directamente el comportamiento mecánico de los compuestos, que a pesar de presentar el menor tamaño de partícula reportaron los menores valores de dureza, por lo tanto no se recomienda su uso como material para herramienta de corte.
- Se evaluaron las características microestructurales de los compuestos volumétricos de WC-6Co/0,5TiC y WC-6Co/0,5TaC, sugiriendo una influencia directa del aumento de la temperatura de sinterización sobre dichos parámetros, dando como resultado una disminución de la dureza y un incremento de la tenacidad de fractura, por lo que se concluye que las propiedades mecánicas de los compuestos se comportan de manera inversa.

- Fue estudiado el comportamiento del TiC y TaC como refinadores de grano, concluyendo que el TiC es más efectivo, obteniéndose tamaños de partícula alrededor de 23,34% menores que los encontrados en el caso de TaC para las temperaturas de sinterización más altas (1425-1575°C). Para el resto de las temperaturas, ambos aditivos desempeñan un buen papel como inhibidores de crecimiento de partículas, al evidenciarse que el tamaño de grano se mantiene prácticamente constante.
- Se comprobó que la dureza como propiedad mecánica se ve afectada por el aumento de la temperatura de sinterización, se encontró que la contigüidad y el tamaño de grano, son los parámetros microestructurales más relacionados con esta propiedad. La dureza para los compuestos WC-6Co/0,5TiC presentó valores entre 15,43 y 17,07 GPa y en el caso de los compuestos WC-6Co/0,5TaC entre 15,50 y 16,97 GPa.
- Se determinó la correlación entre la tenacidad de fractura como propiedad mecánica y los parámetros microestructurales, donde se concluye que mantiene una relación más estrecha con el camino libre medio del aglomerante. Por lo tanto, al existir un aumento en el límite de deformación plástica debido al incremento del camino libre medio, se produce mejoras en la resistencia mecánica.
- Se determinó la tenacidad de fractura de los compuestos volumétricos de WC-6Co aditivados con TiC y TaC y se relacionó con la temperatura de sinterización, obteniendo valores entre 10,46 y 12,96 MPa.m^{1/2} para el compuesto WC-6Co/0,5TiC y entre 10,70 y 11,59 MPa.m^{1/2} para WC-6Co/0,5TaC.
- Al correlacionar la propiedades mecánicas con las características microestructurales se determinó que la temperatura de sinterización óptima para el uso de estos compuestos en herramientas corte, dependerá sin duda, de las exigencias requeridas en su aplicación.

5.2. RECOMENDACIONES

Una vez concluidos los resultados obtenidos en esta investigación, se definirá en esta sección algunas recomendaciones que deben tomarse en consideración para futuras investigaciones:

- Realizar un estudio mediante microscopía electrónica de barrido, a mayor aumento, de las grietas generadas durante la indentación con la finalidad de establecer el modo de propagación de las grietas.
- Incluir un estudio de Difracción de Rayos X (DRX) para determinar la presencia o ausencia de fases fragilizantes en estos materiales y la influencia de éstos en los valores de dureza y tenacidad de fractura.
- Aumentar la cantidad de estudios por MEB y EDX para establecer la distribución de los inhibidores de crecimiento en el volumen de los compuestos.
- Realizar un estudio de las propiedades tribológicas, fricción y desgaste de los materiales propuestos que puedan servir de complemento para ampliar la caracterización mecánica de los compuestos de WC con inhibidores de crecimiento de partículas con miras a su aplicación como herramientas de corte.
- Determinar las fracciones volumétricas de Co y WC antes de realizar los ataques químicos, ya que el mismo disuelve el cobalto resaltando los granos de WC y esto afecta las fracciones de ambas fases.
- Evaluar la resistencia mecánica en términos de la resistencia a la rotura transversal, haciendo uso de la dureza y la tenacidad de fractura calculadas, para así completar la caracterización mecánica del compuesto volumétrico.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Arcuri, G. *Estudio de la tenacidad de fractura por indentación de un compuesto de WC-6Co obtenido por sinterización al vacío a diferentes temperaturas*. Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Caracas, 2014.
- [2] Pastor, J. I. *Fractura de materiales cerámicos estructurales avanzados*. Trabajo Doctoral. Universidad Complutense de Madrid. Madrid, 1993.
- [3] Kingery, W. D. *Ceramic materials science in society*. Annu. Rey. Mater. Sci. pp. 1-20, 1989.
- [4] Hilling, W. B. *Strength and toughness of ceramic matrix composites*. Annu. Rey. Mater. Sci. pp. 341-383, 1987.
- [5] Zavodinsky, V. *Ab initio study of inhibitors influence crystallinities on growth of WC crystallinities in WC/Co hard alloys*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. Rusia. 2011.
- [6] Dilek D., Hasan G., Huseyin C. *Synthesis, microstructure, and mechanical properties of WC-TiC-Co ceramic composites*. Journal of the European Ceramic Society. Elsevier Turquía, 2011.
- [7] Sheikh S., M'Saoubi R., Flasar P., Schwind M., Persson T., Yang J., Llanes L. *Fracture toughness of cemented carbides: Testing method and microstructural effects*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. Barcelona, España 2014.
- [8] Soleimanpour A. M., Abachi P., Simchi A. *Microstructure and mechanical properties of WC-10Co cemented carbide containing VC or (Ta, Nb)C and fracture evaluation using different models*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. Iran, 2011.

- [9] Reshetnyak H., Kubarsepp J. *Mechanical properties of hard metals and their erosive wear resistance, wear 177*. 1997 pp 186-193.
- [10] Exner 1997 M., Exner, H. E., and Moder, W. Rettenmayer, *Materials science and technology*. vol. 4. 1988.
- [11] Prakash J. et al. *The influence of the binder composition on the properties of WC- Fe/Co/Ni cemented carbides*. MOD. DEV. Poudre Metal. Vol 14. 1995.
- [12] Roebuck B., Almond E. A. *Deformation and fracture processes and the physical metallurgy of WC-Co hardmetals*. International Materials Review. Vol 33 Nro. 21. 1988.
- [13] Matos A., Cabezas M., Arenas F. J., Di Rauso C., Grigorescu C. *Densification, Mechanical Properties and Wear Behavior of WC-VC-Co-Al*. 1999.
- [14] Rodriguez E. *Evolución del comportamiento tribológico de carburos cementados con intermetálicos de Co*. Trabajo Especial de Grado. IUT, 2000.
- [15] Quercia G., Grigorescu I., Contreras H., Di Rauso C., Gutierrez C.D. *Friction and wear behavior of several hard materials*. International Journal Refractory Metal and Hard Materials. Vol 19. 1999. pp 359-369.
- [16] Sandvick Hard Materials. Sandvik Hard Materials. www.sandvick.com.
- [17] ASTM B276. American Society of Testing Materials. *Standard test method for apparent porosity in cemented carbides*. Reapproved 2000.
- [18] Bianda M., Duszová A., Csanádi T., Hivzdos P., Lofaj F., Dusza J. *Indentation hardness and fatigue of the constituents of WC-Co composites*. International Journal Refractory Metal and Hard Materials. Eslovaquia, 2014.

- [19] ASTM C11611. American Society of Testing Materials. *Standar Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*. 2002.
- [20] Palmqvist 1957 M.T. Laugier, *Palmqvist toughness in WC-Co composites viewed as a ductile/brittle transition*. Journal of Materials Science Letters, pp. 768-770, 1987.
- [21] Lawn B., Evans A., Marshall D. *Elastic/Plastic indentation damage in ceramics: The median/radial crack system*. The American Ceramic Society. Vol 63. 1980.pp 9-10.
- [22] Niihara, Morena y Hasselman. *Fracture mechanics of ceramics*. vol 5. pp 145. Nueva York. 1983.
- [23] Lee K. Cha C., Kim B., Hong S. *Effect of WC/TiC grain size ratio on microstructure and mechanical properties of WC-TiC-Co cemented carbides*. International Journal Refractory Metal and Hard Materials. Korea, 2005.
- [24] Struers. [Online]. www.struers.com (2008).
- [25] Sug Woo, Joosun Kim, and Suk-Joong L. Kang Sug-Woo Jung, *Etching for Microstructural Observation of Cemented Submicrometer-Sized Carbides*, International Journal Refractory Metal and Hard Materials, pp. 899-901, 2001.
- [26] Luyckx S. y Love A. *The dependence of the contiguity of WC on Co content and its independence from WC grain size in WC-Co alloys*. International Journal Of Refractory Metals and Hard Materials. Pp 75-79. Vol 22. 2006.
- [27] Underwood E. E. *Quantitative metallographyc, metallography and micro structures*. ASM Handbook. Vol 9. Novena edición. 1992.
- [28] Marshall M., Meacham B. E., Branagan D.J., *Palmqvist fracture toughness of a new wear-resistant weald alloy*. Metallurgical and Materials Transactions. Vol 37. 2006 pp 3617-3627.

- [29] Santana Y. *Estudio de las Propiedades Mecánicas y Tribológicas de Materiales a Base de Carburo de Tungsteno*. Trabajo de Tesis Doctoral. Universidad Central de Venezuela. Caracas, 2008.
- [30] Ávila E. *Efecto de la Temperatura de Sinterización sobre la Microestructura y la Tenacidad de Fractura por Indentación en Materiales Duros de WC-10Co*. Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela. Caracas, 2014.
- [31] Lardner E., and Bettel, D. J Lardner, *Metals and Materials*. 1973. vol. 7.
- [32] Lube T. *Investigation on the stable crack growth of indentation cracks*. 2001 pp 121-126.
- [33] Shetty D.K., Wright I. G, Mincer P. N., Clauer A.H. *Indentation Fracture of WC-Co Cermets*. Journal of Material Science. Vol 20.1985 pp 1873-1882.
- [34] Meza J., Chaves C. *Estimación de la tenacidad a la fractura mediante el método de indentación*. DYNA. pp 53-58. 2002.
- [35] Leitner G., Gestrich T., Schmidt J., van der Berg K., Dreyer K., Szensny B., Gille G. *Submicron and ultrafine grained hardmetals for microdrills and metal cutting inserts*, International Journal Refractory Metal and Hard Materials. 2002 Vol 20 pp 3-22.