

Caracterización de compuestos de matriz metálica reforzada de diseño propio para recubrimientos duros

Characterization of own-designed reinforced metal matrix composites for hard coatings

Presentación: 4 y 5 de Octubre de 2022

Doctoranda:

Carolina García Díaz

Grupo Tecnología de Procesos, Dpto. Metalurgia, Facultad Regional San Nicolás, Universidad Tecnológica Nacional / Centro de Investigación y Transferencia de San Nicolás (Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas) - Argentina
cgarciadiaz@frsn.utn.edu.ar

Director:

José García

Codirector:

Edgardo Benavidez

Resumen

Las herramientas de la agroindustria están sometidas a condiciones severas de desgaste en su uso. Actualmente se utiliza como material base para la producción de las mismas el acero 15B30 en el estado de templado y revenido. Cuando la aplicación lo requiere, se recubren estas herramientas con compuestos duros. Las aleaciones de matriz metálica base Fe son muy utilizadas como recubrimientos debido a su abundancia y a sus buenas propiedades mecánicas. Cuando se le agregan partículas duras, se las denominan compuestos de matriz metálica reforzada. El refuerzo puede ser añadido intencionalmente o formado durante la consolidación de la capa. En el presente estudio se diseñaron 4 compuestos de matriz metálica base Fe reforzada. Se realizaron las distribuciones granulométricas de los polvos de partida. Luego se caracterizaron los 4 recubrimientos depositados sobre sustratos de acero 15B30 mediante microscopía óptica, microdureza y dureza. Los resultados del trabajo permitieron ajustar composiciones químicas.

Palabras clave: compuestos de matriz metálica reforzada, recubrimientos, partículas duras, dureza, microestructura.

Abstract

Agricultural tools are subjected to severe conditions of wear in their use. Currently, 15B30 steel in the quenched and tempered state is used as the base material for their production. When it is required, these tools are coated with hard compounds. Fe-based metal matrix alloys are widely used as coatings due to their abundance and good mechanical properties. When hard particles are added, they are called reinforced metal matrix composites. The reinforcement may be intentionally added or formed during layer consolidation. In the present study, 4 reinforced Fe-based metallic matrix compounds were designed. The particle size

distributions of the starting powders were categorised. The 4 coatings deposited on 15B30 steel substrates were then characterized by optical microscopy, microhardness and hardness. The results of the work allowed to adjust chemical compositions.

Keywords: reinforced metal matrix composite, coatings, hard particles, hardness, microstructure.

Introducción

La región donde se desarrolla el proyecto (San Nicolás, Prov. Bs.As.) es una zona agrícola-ganadera por excelencia. La principal actividad agroindustrial es la fabricación de equipos clasificados de acuerdo a su aplicación en: agropartes, preparación del terreno, cosecha y labranza, siembra, pulverización y fertilización, entre otros (Cámara Argentina de Fabricantes de Maquinarias Agrícolas [CAFMA], 2022). La maquinaria y las herramientas agrícolas deben soportar condiciones de trabajo severas, siendo el desgaste la razón principal para su reemplazo (Parvinkal et al., 2015). Entre los materiales que se utilizan para la producción de herramientas de maquinarias agrícolas, el más destacado es el acero al boro SAE 15B30 de producción nacional. El mismo se utiliza generalmente en estado de templado y revenido, y para el caso de aplicaciones en condiciones de desgaste muy severas, se le aplica un recubrimiento duro (Otsubo et al., 1999). Uno de los materiales más utilizados en los recubrimientos superficiales son las aleaciones de matriz metálica base Fe, debido a la gran disponibilidad y a las excelentes prestaciones que posee. Estas aleaciones contienen diferentes elementos aleantes como B, Si, Cr, Ni, Mn, V y C que le aportan un equilibrio único de propiedades mecánicas. La presencia de partículas duras en las aleaciones de base Fe puede mejorar en gran medida el rendimiento de las herramientas (Umanskyi et al., 2017). Este refuerzo se puede conseguir de dos formas: con la formación de partículas duras in-situ (es decir, durante el proceso de consolidación del material) como por ej. carburos o boruros de cromo o mediante el agregado de partículas duras a la mezcla como carburos metálicos (WC, NbC, TiC, SiC, VC) o cementados (WC-Co, WC-Ni, WC-Co-Ni) (Mendez et al., 2013). Cuando existe presencia de estas partículas duras en las aleaciones de matriz metálica, el material se puede clasificar como “compuesto de matriz metálica reforzada con partículas” (CMMRP). Las técnicas usualmente utilizadas para depositar y consolidar los CMMRP son la proyección térmica o rociado térmico y el recargue o soldadura (Simunovic et al., 2014). Una técnica alternativa de bajo costo es mediante deposición a baja temperatura sobre un sustrato y posterior sinterización rápida para lograr la consolidación de la capa. Para ello, es necesario trabajar con CMMRP de baja temperatura de solidus para afectar térmicamente al sustrato metálico en el menor grado posible. En el presente trabajo, 4 compuestos de matriz metálica fueron diseñados, con diferentes cantidades y tipos de partículas reforzantes. Los CMMRP fueron depositados y consolidados mediante sinterización rápida sobre sustratos de acero 15B30. Luego se analizaron las microestructuras resultantes y se midieron la dureza de las capas depositadas y la microdureza de las distintas fases constituyentes.

Desarrollo

Luego del análisis bibliográfico y la realización de modelizaciones termodinámicas, se diseñaron 4 compuestos de matriz metálica reforzada de base hierro para aplicar como recubrimientos duros en sustratos de acero 15B30. Un criterio importante de selección de estos compuestos fue considerar la temperatura de solidus de la matriz metálica (MM) menor a 1100°C. En la tabla 1, se puede observar las cantidades relativas de matriz metálica y fase reforzante de cada uno de los CMMRP y el tipo de refuerzo utilizado.

Denominación	Cantidad de MM [% en peso]	Cantidad de fase refuerzo [% en peso]	Tipo de matriz metálica (MM)	Tipo de refuerzo
CMMRP 1	90	10	Base Fe	Carburo cementado + formación in situ
CMMRP 2	65	35		Carburo cementado
CMMRP 3	65	35		Carburo cementado
CMMRP 4	65	35		Carburo metálico

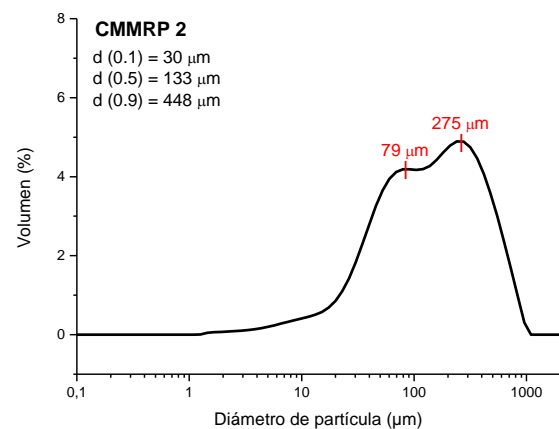
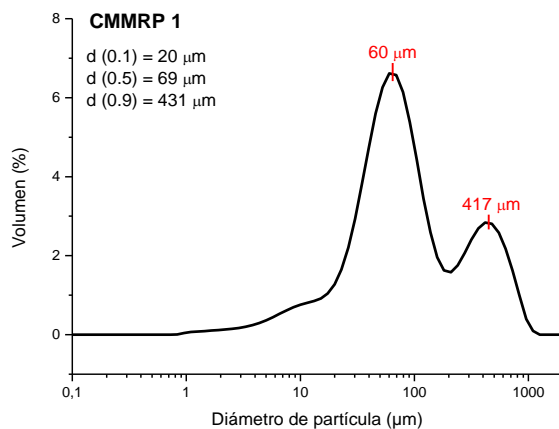
Tabla 1: Cantidades relativas de fases y tipo de matriz metálica y refuerzo utilizado

Se pesaron las materias primas de modo de formar 20 g de cada compuesto y se molieron en un molino de bolas convencional a 60 rpm durante 1 h. La molienda fue húmeda con 10 % en peso de alcohol etílico (96% vol.). Los polvos húmedos así obtenidos se secaron en una estufa a 100°C durante 2 h para extraer el alcohol adicionado. Se caracterizó la distribución granulométrica de los polvos resultantes con un equipo Malvern Mastersizer 2000 que, basado en la tecnología de difracción láser, permite el análisis del tamaño de partículas desde 0,02 μm hasta 2000 μm .

Los 4 CMMRP se depositaron sobre sustratos de acero 15B30, se consolidaron a alta temperatura y se templaron en agua. Los recubrimientos fueron caracterizados por microscopía óptica, dureza y microdureza. Las muestras para el análisis microestructural se prepararon cortando secciones longitudinales correspondientes al acero base y al recubrimiento, seguido de pulido grueso (con papeles de SiC) y fino con pasta de diamante de hasta 1 μm . Para una mejor observación de las estructuras, las muestras se atacaron con Keller (muestras 1, 3 y 4, correspondientes a los CMMRP 1, 3 y 4 respectivamente), Murakami (muestra 3 – CMMRP 3) y Oberhoffer (muestra 2 – CMMRP 2). La determinación de las fases en el acero base y el recubrimiento y el espesor del recubrimiento se obtuvieron mediante observaciones en un microscopio óptico Olympus GX51. Las mediciones de microdureza Vickers (HV0.3) se realizaron en la sección transversal de las muestras pulidas tanto en el acero base como en el recubrimiento con un microdurómetro Leco LM-300AT. Se realizaron un promedio de 35 mediciones en cada muestra: 5 mediciones en el acero base y 30 mediciones en el recubrimiento con una carga de 0,3 kg y un tiempo de permanencia de la carga de 10 s. Las mediciones en el recubrimiento se realizaron en la matriz metálica y sobre los granos de fase reforzante por separado. La dureza Vickers se midió sobre la superficie pulida de las capas depositadas con un durómetro combinado Digimess DHT-07. La carga utilizada fue de 30 kg (HV30), y el tiempo de permanencia de la carga fue de 10 s. Se realizaron 5 mediciones de dureza por muestra.

Resultados

La figura 1 presenta la distribución de tamaño de partícula de los 4 polvos tras el proceso de molienda de 1 hora. Se puede apreciar que los compuestos 1, 2 y 3 presentan curvas bimodales. El tamaño medio de partícula para el CMMRP 1 ($d(0.5) = 69 \mu\text{m}$) es menor a los CMMRP 2 y 3 (133 μm y 117 μm , respectivamente). Por otro lado, el compuesto 4, presenta una distribución de tipo trimodal y el menor valor de $d(0.5)$; esto es debido a que en su formulación contiene un carburo metálico con un tamaño medio de 2,9 μm .



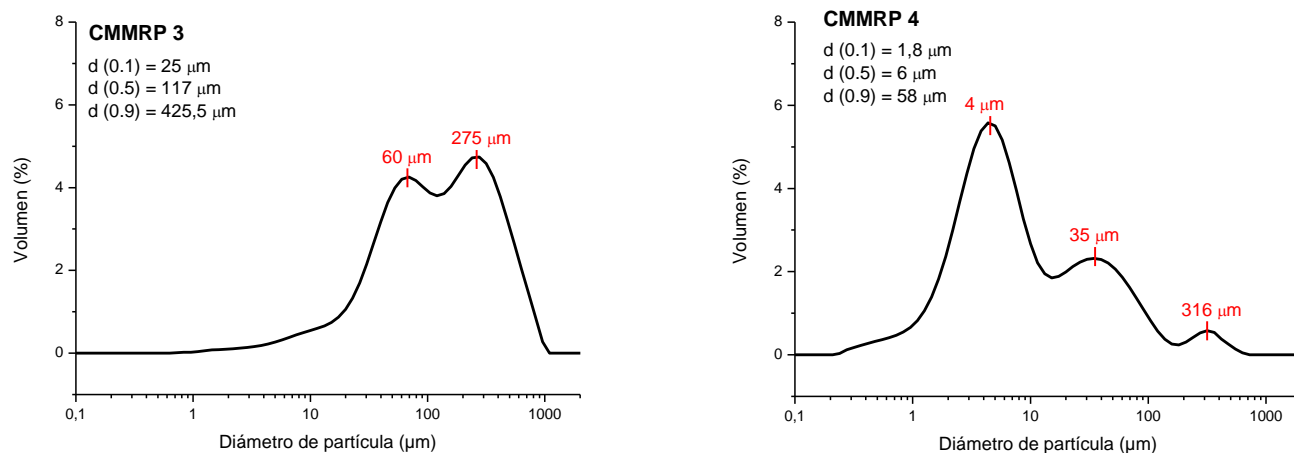
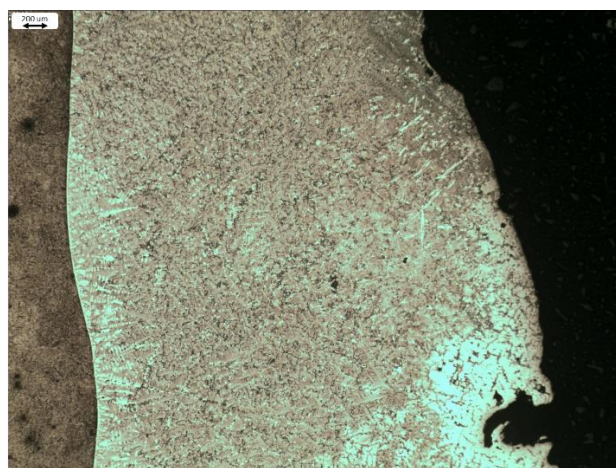
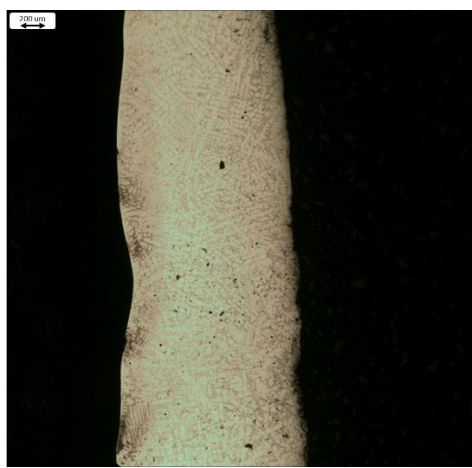


Figura 1: Distribución del tamaño de partículas de los CMMRP

De las observaciones con microscopía óptica se pudo determinar que la microestructura del acero base está constituida en su totalidad por martensita, ya que este tipo de acero se utiliza en piezas para maquinarias y herramientas agrícolas en estado de templado y revenido para aumentar su resistencia al desgaste. En la figura 2a se puede observar que la microestructura del recubrimiento del CMMRP 1 está formada por una gran cantidad de cristales de forma dendrítica. Lo mismo ocurre en el recubrimiento del CMMRP 2 (figura 2b). No se distinguen en los recubrimientos del CMMRP 1 y 2 las fases reforzantes agregadas, lo cual puede indicar que se degradaron durante el proceso de consolidación de la capa. El recubrimiento del CMMRP 3 (figura 2c) está compuesto por granos de carburo cementado (gris oscuro) de morfología nodular embebidos en la matriz metálica de estructura dendrítica (gris claro). El tamaño observado de los granos del carburo cementado se encuentra mayoritariamente entre 70 y 400 μm . En la muestra 3 se pueden observar presencia de poros de gran tamaño de hasta 167 μm aproximadamente. El recubrimiento del CMMRP 4 (figura 2d) presenta una estructura de tipo granular, donde no se distinguen los carburos de la matriz metálica, ya que los carburos tienen un tamaño muy pequeño. En esta muestra también pueden observarse poros de gran tamaño similares a los observados en la muestra CMMRP 3. Los compuestos 3 y 4 poseen la misma formulación química de la matriz metálica, por lo tanto, la presencia de grandes poros puede deberse a algún elemento que se volatilice durante la consolidación del recubrimiento. Es importante mencionar que, en todas las muestras, se observa una buena adhesión del recubrimiento al acero base.



(a)



(b)

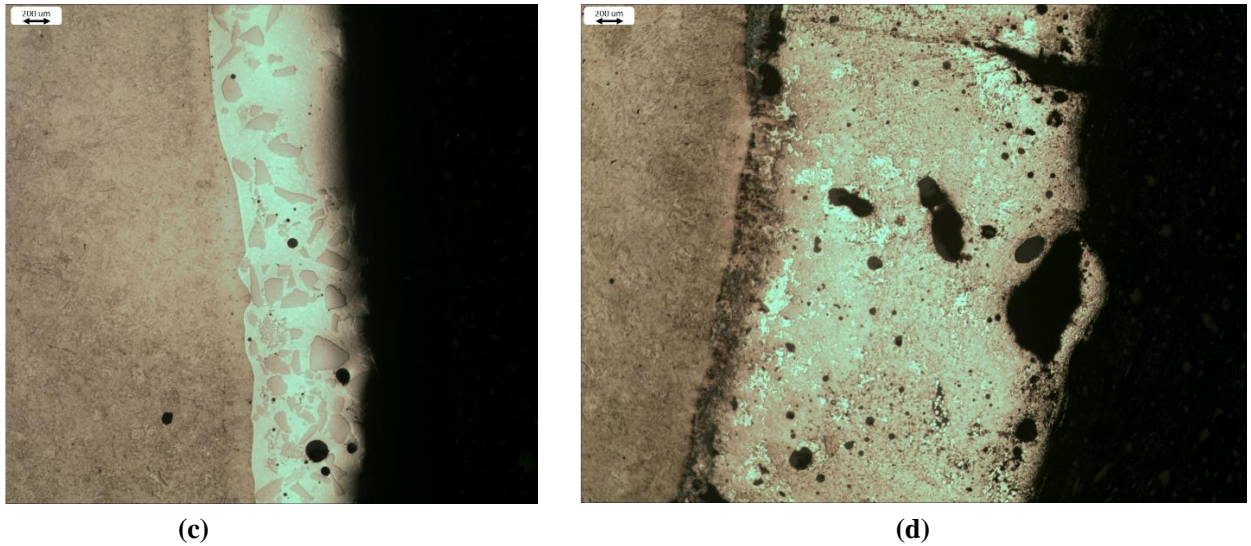


Figura 2: Microscopía óptica del (a) recubrimiento del CMMRP1 a 50x; (b) recubrimiento del CMMRP 2 a 50x; y (c) recubrimiento del CMMRP 3 a 50x. (d) recubrimiento del CMMRP 4 a 50x

En la tabla 2 se presentan los valores promedio, máximos y mínimos de los espesores de los recubrimientos.

Espesor del recubrimiento [μm]	Muestra CMMRP 1	Muestra CMMRP 2	Muestra CMMRP 3	Muestra CMMRP 4
Promedio	3182,08	1285,56	1823,48	2521,07
Máximo	4458,33	1656,27	2148,48	3192,4
Mínimo	1323,01	911,47	1440,14	533,91

Tabla 2: Espesores de los recubrimientos

La microdureza promedio del material base de acero en las 4 muestras es de 542 ± 48 HV0.3. La microdureza promedio del recubrimiento de CMMRP1 es 934 ± 150 HV0.3. En este recubrimiento no se distinguen fases más duras que otras, sino que se mantiene estable dentro del rango mencionado, por lo tanto, se puede inferir que se han formado partículas duras in-situ distribuidas homogéneamente dentro de la matriz. Esta hipótesis debe ser confirmada mediante análisis de EDS y DRX. Por otro lado, en el recubrimiento del CMMRP 2 la microdureza promedio fue de 452 ± 80 HV0.3. Al igual que el CMMRP 1, no se distinguieron fases más duras que otras. Se concluye que el refuerzo de carburo cementado se degradó durante la consolidación de la capa sobre el sustrato. En el caso del recubrimiento del CMMRP 3, se distingue la fase dura de la matriz metálica. La microdureza promedio de la matriz metálica fue de 560 ± 140 , mientras que para la fase dura fue de 1275 HV0.3 con picos de hasta 1800 HV0.3 La variabilidad de los valores de microdureza medidos probablemente se deban a la heterogeneidad de las fases presentes: granos de fase dura y la matriz metálica (Ni, Cr, Fe, Co, etc.) (Simunovic et al., 2014). En la propia matriz metálica se pueden formar fases (por ejemplo, Cr_2C_3) más duras que otras durante la consolidación del recubrimiento (Mendez et al., 2013), mientras que en los granos del carburo cementado la microdureza puede variar dependiendo la zona en las que se tomaron las mediciones, es decir, en el centro del grano o más cerca al límite del grano. Por último, la microdureza promedio del recubrimiento del CMMRP 4 fue de 650 ± 20 HV0.3, con fases duras de 1230 ± 30 HV0.3. Las mediciones de microdureza se correlacionan con el análisis microestructural.

La dureza promedio del acero base es 502 HV30, un poco menor que el valor promedio de la microdureza. El promedio de las mediciones de dureza del CMMRP 1 coincide con el promedio de las mediciones de microdureza ya que es 931 HV30. En recubrimiento del CMMRP 2 la dureza promedio es 568 HV30, siendo un poco mayor al promedio de la microdureza. Por otro lado, el promedio de mediciones de dureza del CMMRP 3 (560 HV30) es similar a la microdureza determinada en la matriz, y por lo tanto, menor a la microdureza promedio. Lo mismo sucede con el valor promedio de dureza del CMMRP 4 (556 HV30)

que resulta menor incluso a la microdureza de la fase matriz de dicho compuesto (650 HV0.3). Estos bajos valores de dureza, menores a los esperados para las capas 3 y 4, puede deberse a la presencia de los numerosos poros que poseen ambas muestras.

Conclusiones

En este trabajo se analizaron las distribuciones granulométricas de los polvos de los CMMRP de partida y las características microestructurales, la microdureza de las distintas fases y la dureza de los recubrimientos depositados. Estos resultados nos permiten ajustar composiciones químicas para evitar la presencia de poros de gran tamaño (CMMRP 3 y 4) y la degradación de las fases reforzantes de carburos (CMMRP 2). Para ello se deberán realizar nuevas modelizaciones termodinámicas, buscando una temperatura de solidus y liquidus baja, que no afecte en gran medida a las propiedades mecánicas de dureza y tenacidad. En cuanto a la formación de fases duras, hay CMMRP diseñados para que haya formación in-situ de carburos de cromo (como el CMMRP 1) y otros con el agregado de un carburo metálico o cementado (CMMRP 2, 3 y 4). En las formulaciones que hay agregado de partículas duras se debe tener precaución de que no haya elementos en la composición química de la matriz que puedan disolver esos carburos y además controlar que las temperaturas de consolidación no sean altas para evitar la degradación de los mismos y la afectación del acero base. Un punto a destacar de los ensayos realizados es que hay una buena unión entre el material base y el recubrimiento.

Referencias

- Cámara Argentina de Fabricantes de Maquinarias Agrícolas (14 de marzo 2022). “Expoagro: Balance de la Agroindustria Argentina”. Disponible en <https://cafma.org.ar/novedades/172/expoagro-balance-de-la-agroindustria-argentina>
- Mendez, P. F., Barnes, N., Bell, K., Borle, S. D., Gajapathi, S. S., Guest, S. D., ... & Wood, G. (2014). “Welding processes for wear resistant overlays”. *Journal of Manufacturing Processes*, 16(1), 4-25.
- Otsubo, F., Era, H., & Kishitake, K. (2000). “Interface reaction between nickel-base self-fluxing alloy coating and steel substrate”. *Journal of thermal spray technology*, 9(2), 259-263.
- Parvinkal, S. M & Navjeet, K. B. (2015). “Tribological aspects of agricultural equipment”. *International Research Journal of Engineering and Technology*, 2, 1704-1708.
- Simunovic, K., Saric, T. & Simunovic, G. (2014). “Different Approaches to the Investigation and Testing of the Ni-Based Self-Fluxing Alloy Coatings-A Review. Part 1: General Facts, Wear and Corrosion Investigations”. *Tribology Transactions*, 57, 955-979.
- Umanskyi, O. P., Pareiko, M. V., Storozhenko, M. S., & Krasovskyy, V. P. (2017). “Wetting and interfacial behavior of Fe-based self-fluxing alloy–refractory compound systems”. *Journal of superhard materials*, 39(2), 99-105.