



IKER
GAZTE
NAZIOARTEKO
IKERKETA EUSKARAZ

II. IKERGAZTE

NAZIOARTEKO IKERKETA EUSKARAZ

2017ko maiatzaren 10, 11 eta 12
Iruñea, Euskal Herria

ANTOLATZAILEA:
Udako Euskal Unibertsitatea (UEU)

INGENIARITZA ETA ARKITEKTURA

**Tresna diamantatuen
fabrikaziorako matrize metalikoen
garapenean sinterizazio-
atmosfera eragina hauts
metalurgiaren bidez**

*Nerea González Polvorosa,
Carmen Luno-Bilbao eta Iñigo Iturriza*

126-132 or.

<https://dx.doi.org/10.26876/ikergazte.ii.03.18>

ANTOLATZAILEA:



ELKARLANEAN:



LAGUNTZAILEAK:



UDALBILTZA



Universidad
de Navarra

Tresna diamantatuaren fabrikaziorako matrize metalikoen garapenean sinterizazio-atmosferaren eragina hauts-metalurgiaren bidez

Gonzalez, Nerea; Luno-Bilbao, Carmen; Iturriza, Iñigo.

CEIT eta TECNUN (Nafarroako Unibertsitatea). Materialak eta Fabrikazioaren Dibisioa.
Manuel Lardizabal pasalekua 15, 20018 Donostia
ngpolvorosa@ceit.es

Laburpena

Next 400 hauts prealeatuaren segmentuen sinterizazio aztertu da. Hidrogeno/nitrogeno erlazio ezberdineko atmosferak erabili dira sinterizazio askeko zikloetan. Hauts konposateak diamantearekin eta diamante gabe sinterizatuak izan dira. Diamanteak estaldurarik gabe eta Ti estaldurarekin erabili dira. Matrize/diamante/atmosferaren arteko interakzioa karakterizatu da dentsitatea, mikroegitura eta diamanteen degradazioa matrizea disolbatu ostean aztertuz. Atmosfera ez erreduktoreetatik ateratako diamanteek degradazio handiagoa erakusten dute. Sinterizazio-atmosfera eta lehengaien oxigeno-kantitatea parametro kritikoak dira diamanteen gainazala babesteko.

Hitz gakoak: tresna diamantatuak, sinterizazio askea, sinterizazio-atmosfera, hauts prealeatuak

Abstract

The sintering behaviour of Next 400 prealloyed powder was studied by free sintering. Atmospheres with different hydrogen/nitrogen ratios were used in the sintering cycles. Powder compacts with and without diamond additions were sintered. Uncoated and Ti coated diamonds were used. The interaction between bond/atmosphere/diamond was characterized in terms of density, microstructure and degradation of the diamonds after dissolving the matrix. Diamonds processed under atmospheres with low hydrogen content showed evidence of strong degradation. Both sintering atmosphere and oxygen content of the raw materials are critical parameters in order to protect the surface of the diamonds.

Keywords: diamond tool, free sintering, sintering atmosphere, prealloyed powder

1. Sarrera eta motibazioa

Arroka naturalak mozteko eta ingeniari zibilerako tresna diamantatuak erabiltzen dira askotan. Tresna hauek mota ezberdinetakoak izan daitezke: diskoak, hari diamantatuak, zumitzak eta zulaketarako barautzak (Konstanty, 1991). Tresna diamantatuak euskarri metaliko bat daukate eta bertan soldadura bitartez segmentuak edo eraztunak (perlinak) gehitzen dira. Bai segmentuak baita perlinak ere matrize funtzioa duten fase metaliko batez, eta honetan murgilduta dauden diamante-partikulaz osatuta daude. Diamante partikulen helburua moztea da eta matrizearena diamantea eustea eta erremintaren higadura kontrolatzea da (Konstanty, 2005). Pieza diamantatu hauek hauts-metalurgiaren teknologiaren bitartez kantitate handietan produzitzen dira urtero.

2. Arloko egoera eta ikerketaren helburuak

Azken urteetan harri naturalaren erabilera zabaltzea posiblea izan da kostuen jaitsierari esker. Jaitsiera hau arrazoi ezberdinengatik eman da; makina berrien sorkuntza, diamanteen prezioen jaitsiera eta hauts eta prozesuen berrikuntza. Hauts-metalurgiari dagokionez, ikerketa kobalto matrize metaliko alternatiboz, partzialki edo guztiz, ordezkatzean oinarritu da. Historikoki, kobaltoa matrize bezala erabili izan da, baina konposatu kimiko honen prezio fluktuazioa zela eta hau aldatzeko joera egon da. Fe-Co-Cu-z osatutako hauts prealeatuak gogortasun egokia eta diamanteak eusteko gaitasun aproposa erakusten dute (Wang eta Rolf, 2003; Vielma et al., 2010). Hau dela eta, lan honen helburua Fe-Co-Cu-z osatutako hauts-prealeatu baten (Next 400) sinterabilitatea aztertzea izan da, atmosfera erreduktore (75 % H₂ + 25 % H₂) eta ez erreduktore (5 % H₂ + 95 % H₂) batean sinterizatuz. Baita, estaldura gabeko diamanteak eta estalduratuak erabiltzea izan dezakeen efektua analizatu da. Horrenbestez, bai matrize baita diamante eta atmosfera motaren erabileraren eragina ere aztertu egin da.

3. Ikerketaren muina

3.1 Materialak eta prozedura esperimentalak

Next 400 hauts prealeatua (1. taula) eta bi diamante mota erabili dira. Azken hauek Iljin Diamond enpresako ISD 1600 seriekoak dira, 40/50 mesh granulometriakoak. Batzuk titanio estaldura dute (ISD 1600Ti) eta besteak estaldurarik gabekoak dira (ISD 1600).

1. taula. Next 400 hauts prealeatuaren ezaugarri fisiko eta kimikoak.

	% pisuan				dteor (g/cm ³)	FSSS (μm)
	Fe	Cu	Co	O		
N400	50	35	15	0.72	8.35	2

Hautsaren morfologia eremu-igorpen kanoi-eskanerrezko mikroskopia elektroniko (FEG-SEM) bidez ikertu da. Oxigeno kantitatea gas geldo baten fusioaren bitartez LECO TC-400 analizagailu batean neurtua izan da. Hautsaren karakterizazioarekin jarraitzeko kalorimetriazko eskaneatzaile diferentzial (DSC) bat erabili da, 1200 °C-tara igoz 10 °C/min-ko berotze-abiadurarekin hidrogenozko atmosfera batean. Emaitz hauek ThermoCalc[®] programa erabiliz aztertu dira. Diamanteen gainazala eta morfologia eskanerrezko mikroskopia elektroniko (SEM) aztertu dira.

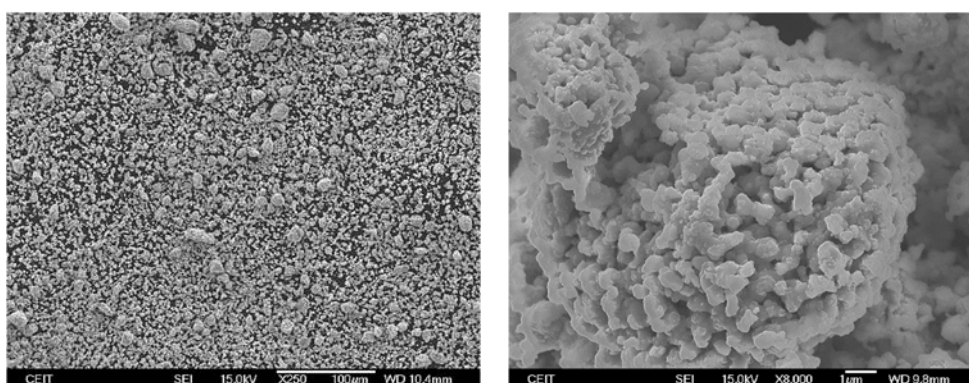
Sinterabilitatearen azterketarako diamantea C25 kontzentrazioan (1,1 carats/cm³) gehitu zaion hauts prealeatua erabili da. Nahasketa hau turbulan egin da 45 min eta 49 rpm baldintzetan, homogeneotasun egokia lortzeko. Ardatz bakarreko prentsa baten bitartez pieza berdeak (20x7x7 mm³) lortzen dira 200 MPa-eko presioa aplikatuta. Hemen % 60-ko dentsitate berde erlatiboa lortzen da. Laginak atmosfera erreduktore (75 % H₂ + 25 % H₂) eta ez erreduktorean (5 % H₂ + 95 % H₂) sinterizatu dira 900 °C-tara 60 minutuko mantentze-denborarekin.

Dentsifikatutako laginen dentsitatea Arquimedes metodoaren bitartez neurtu da, eta bai sinterizazio ondorengo matrizearen mikroegitura bai diamanten gainazala eskanerrezko mikroskopia elektroniko (SEM) bidez ikertu dira. Diamanteak hobeto aztertzeko matritzetik atera egin dira matrizea aqua regia bitartez disolbatuz.

3.2 Emaitzak

1. irudian Next 400 hauts prealeatuaren morfologia erakusten da, hauts fina eta porotsua da. Hauts prealeatuaren ezaugarri nagusienetariko bat hauts partikula guztiek konposizio bera daukatela da.

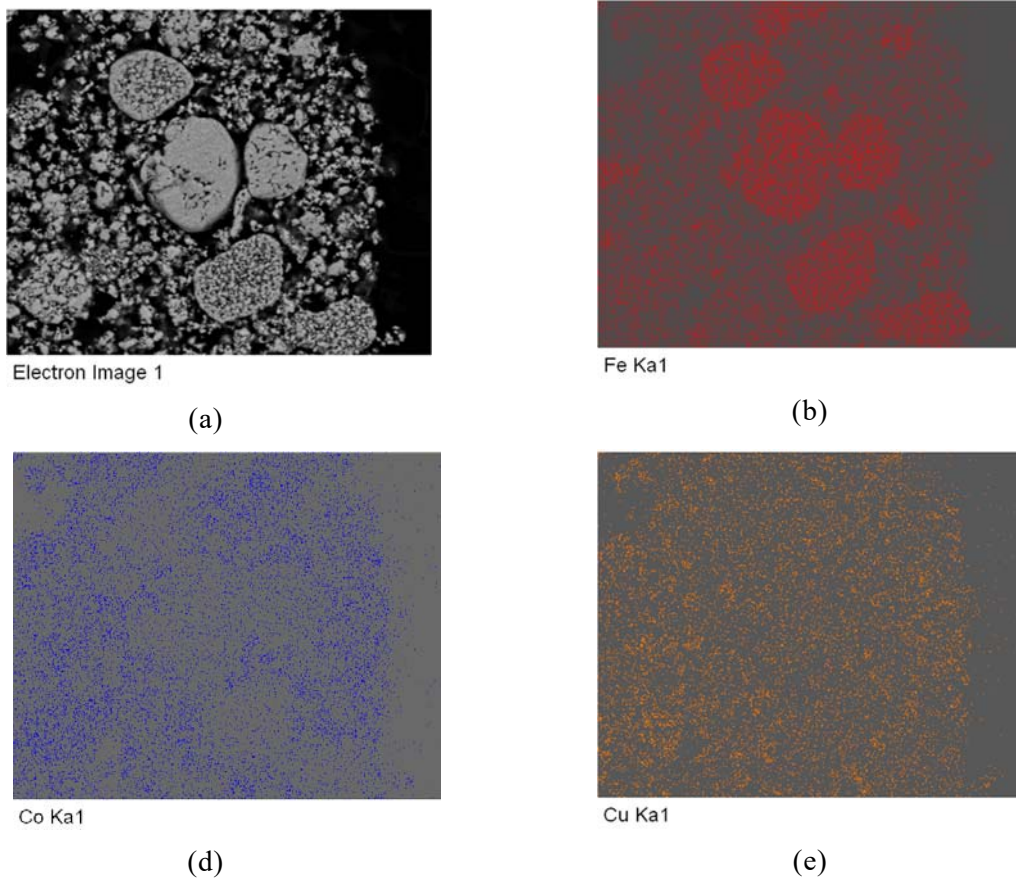
1. irudia. Next 400 hauts prealeatuaren mikrografiak.



Hala ere, hautsaren azal leundua aztertzean (2. irudia) izaera ezberdineko hauts prealeatuzko partikulak ikus daitezke. 2. irudiko (b), (d) eta (e) irudietan elementuen banaketa ikus daiteke.

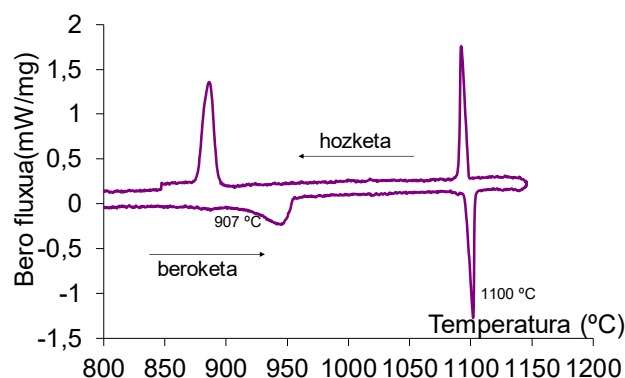
Partikula gehienak Fe-Co-Cu sisteman oinarrituak daude, hauts prealeatuari dagokionez, baina beste batzuk Fe-ean aberatsak dira eta ez daukate Co-rik.

2. irudia. Next 400 hauts prealeatuaren azal leunduaren (a) mikrografia eta (b), (d) eta (e) mappin-ak



Kalorimetria saiakuntzak erakusten duenez (3. irudia) hautsak bi gailur endotermiko ditu. Lehenengoak Fe/Co-aren austenizazioari dagokio (940 °C inguru) eta bigarrenak Cu-aren fusio-puntuari (1100 °C inguru) dagokio.

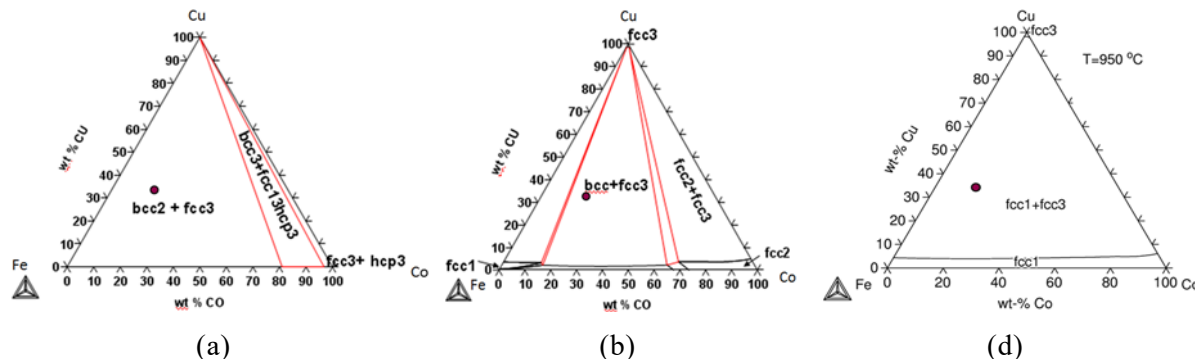
3. irudia. Next 400 hautsaren kalorimetria saiakuntza.



4. irudian sekzio isotermoko Fe-Co-Cu hirunako fase-diagramak agertzen dira, ThermoCalc[®] programa bidez kalkulatuak 25 °C, 900 °C eta 950 °C-tarako. Next 400 hautsaren konposizioa puntu more batez adierazi da diagrama bakoitzean. Giro tenperaturan (4. irudia (a)) Cu-ak FCC egitura dauka eta Fe/Co disoluzio solidoak, ordea, BCC egitura. Temperatura 900 °C-tara igotzean

(4. irudia (b)) Cu-a Fe/Co-an apur bat disolbatzen da. Baita ere Co gutxiko Fe-Cu sistematan austenizazioa hasten da, baina ez Next 400 hautsaren kasuan ikusten den moduan. 950 °C-tan (4. irudia (d)) Cu-a Fe/Co soluzioan apur bat gehiago disolbatzen da. Cu-ak FCC egitura jarraitzen du baina Fe/Co disoluzio solidoa ferritatik (BCC) austenitara (FCC) aldatu da.

4. irudia. ThermoCalc® bidez egindako sekzio isotermoak Fe-Co-Cu hirunako fase-diagramak (a) 25 °C, (b) 900 °C eta (d) 950 °C-tan



Hau ikusita 900 °C-tako sinterizazio-temperatura aukeratu izan da. Modu honetan Fe/Co soluzio solidoak egitura ferritikoa izango du, ondorioz diamantearen karbonoa disolbatzeko ahalmen txikiagoa izango du egitura austenitikoak baino.

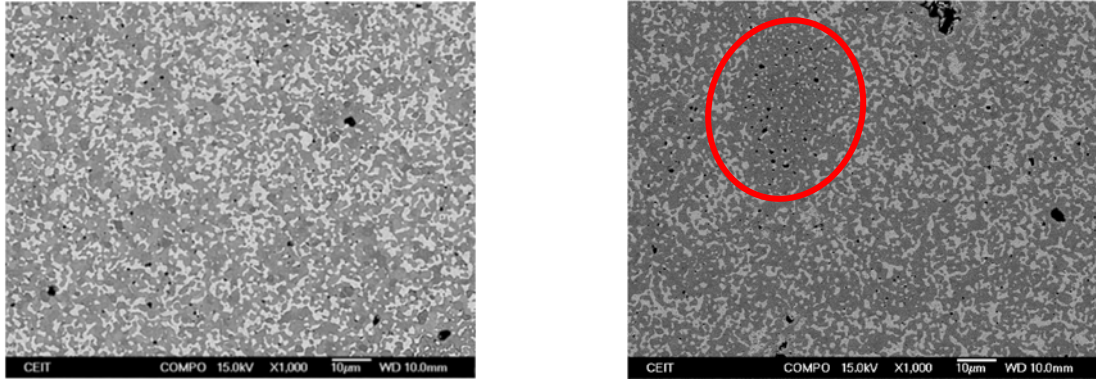
Lehenengo sinterizazio zikloak diamante gabeko laginetan egin dira. Lortu izan diren oxigeno kantitateak eta dentsitateak 2. taulan azaltzen dira. Atmosfera ez erreduktorean lortzen den % dentsitate teorikoa (% DT) atmosfera erreduktorean baino baxuagoa da. Hau oxigeno-kantitatearekin erlazionaturik dago. Hasierako hautsak oxigeno-kantitatea zehaztuta dauka (1. taula) eta oxido-geruza bezala kokatzen da hautsaren gainazalean sinterabilitatea mugatuz. Oxido-geruza honek atmosferarekin interakzionatzen du; atmosfera erreduktoreetan hidrogenoarekin batera erreakzionatzen du erreduzituz, honela hautsaren gainazala garbi geratzen da difusio prozezuak gertatzeko, eta ondorioz dentsifikazioan lagunduz. Beste alde batetik, atmosfera ez erreduktorea erabiliz oxigeno kopuruaren murrizketa txikiagoa da eta, horrenbestez, hautsaren sinterizazioa murriztu egiten da.

2. taula. Laginen dentsitateak eta oxigeno-kantitateak sinterizazio ostean, bi atmosfera ezberdin erabilia.

Sinterizazioa 900 °C	75 % H ₂ + 25 % H ₂	5 % H ₂ + 95 % H ₂
Oxigeno-kantitatea (% pisuan)	0.036 ± 0.003	0.103 ± 0.003
Dentsitatea (% DT)	97.4	93.7

5. irudian hautsaren mikroegiturak aurkezten dira, 75 % H₂ + 25 % H₂ atmosfera erabilia. Mikroegitura homogeneoa antzematen da; fase gris argia FCC Cu fasearekin bat dator eta fase gris iluna, ordea, BCC Fe-Co soluzio solidoa da (4. irudiari dagokionez). Fase zirkular beltzak itxi gabeko poroak dira, 5 % H₂ + 95 % H₂ atmosferan ugariagoak dira. Hau bat dator dentsitatearekin. 2. irudian erakutsi zen bezala, sinterizazioa eta gero Fe-ean aberatsak ziren partikulak nabaritzen dira oraindik (zirkulu gorriak).

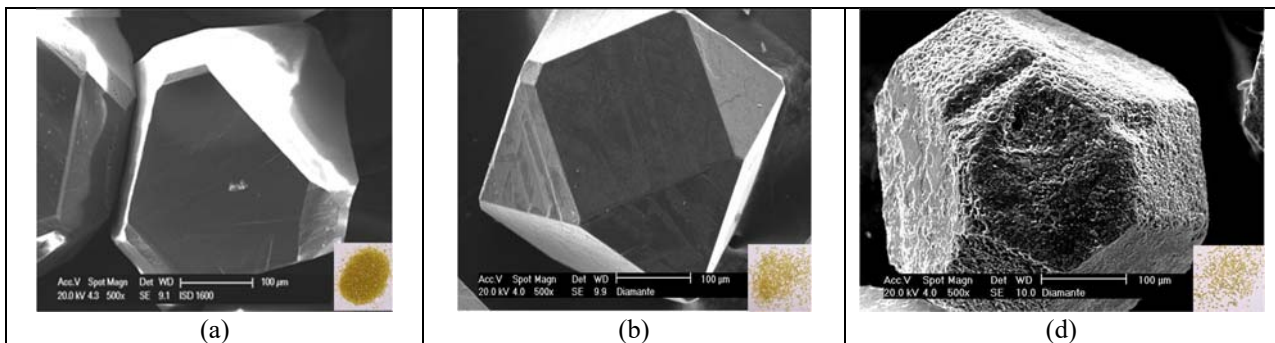
5. irudia. Next 400 hautsaren mikroegiturak 900 °C-tan sinterizatuta 75 % H₂ + 25 % H₂ atmosferapean



Diamante-erremintan, matrizeaz aparte diamanteak ere garrantzitsuak dira, azken finean atal ebakitzailea da eta. Hauek sinteraizazio ostean, mozketarako egoera egokian egon behar dira, ertz definituekin eta degradazio gutxiarekin. Hau dela eta hauts prealeatua diamante adizioekin sinterizatu da ere, temperatura eta atmosfera berdinak erabilia. Laginen dentsitateak diamante gabekoen berdinak izan dira.

6. irudian estaldurarik gabeko diamanteak ikus daitezke, (a) sinterizatu aurretik eta (b) eta (d) 900 °C-tara sinterizatu ostean 75 % H₂ + 25 % H₂ eta 5 % H₂ + 95 % H₂ atmosferetan hurrenez hurren. Mikrografia hauetan ikus daitezkeenaren arabera, diamanteak baldintza egokietan mantentzen dira atmosfera erreduktorean, ertz zorrotzak mantenduz eta temperaturaren eraginak edo matrizearekiko erreakzioak sor dezaketen gainazaleko alteraziorik gabe. Hala ere, atmosfera ez erreduktorean diamanteak degradazio-aztarna nabariak erakusten ditu. Ertzak kaltetuak agertzen dira eta diamanten aurpegiak matrizearekin erreakzio ebidentziak erakusten dute. Diamantea biribildu egin da. Baldintza hauen menpe, diamanteentzat atmosfera erreduktore bat onuragarriagoa da.

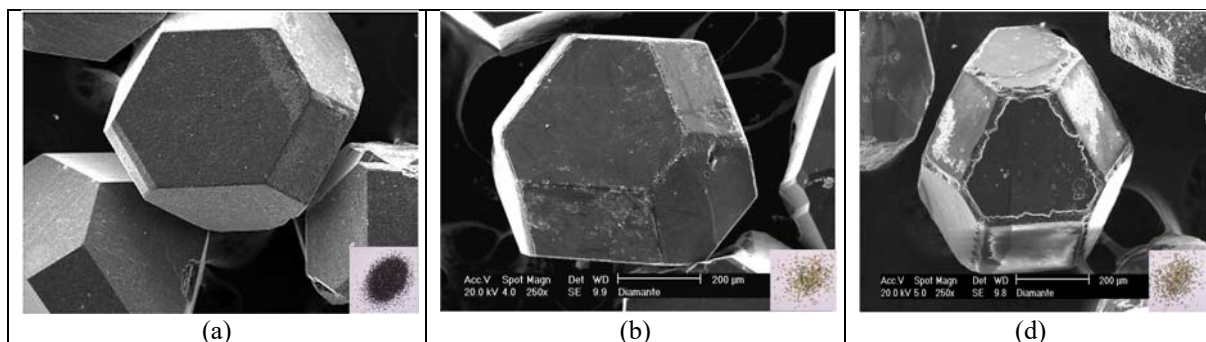
6. irudia. ISD 1600 diamanteak (a) sinterizatu gabekak eta Next 400 hautsarekin batera sinterizatuak 900 °C-tara (b) 75 % H₂ + 25 % H₂ atmosferan eta (d) 5 % H₂ + 95 % H₂ atmosferan.



500-700 °C bitartean diamantea oxigenoarekin erreakzionatzen hasten da, baldintzen arabera CO₂-a eta CO-a emanaz. Erreakzio honen produktua gasa denez, diamantearen degradazioak diamante guztia kontsumitu arte jarraitzen du. Diamantetik karbonoa askatzen da hautsaren oxigenoarekin batera CO₂-a eta CO-a sortuz. Honen ondorioz, diamantea grafito bihurtzen deneko birmoldaketa-prozesua gertatzen da, oxigeno gas errektiboaren presentziaz katalizatua. Oxigenoa hidrogenorekin ordezkaturik, grafitizazio-erreakzioa ez da katalizatzen, metanoaren desortzioa gertatzen baita, eta hidrogeno saturatu bezala gainazalean atxikituta geldituz. Diamante naturalaren grafitizazio-prozesua hutsune-baldintzetan osteria 1500 °C-tik gora ematen da eta abiadura oso moteletan, matrizearekin inongo kontakturik ez dagoenean. Co, Fe eta Ni bezalako metalek temperatura altuetan grafitizazio-erreakzioaren katalizatzaile bezala jokatu dutela egiaztatuta da (Davies eta Evans, 1972). Karbono-atomoak katalitikoki diamantearen

gainazalek banantzen dira eta Co, Fe edo Ni pelikularen bidez garraiatzen dira, grafito bezala hauspeatzeko.

7. irudia. ISD 1600Ti diamanteak (a) sinterizatu gabeak eta, Next 400 hautsarekin batera sinterizatuak 900 °C-tara (b) 75 % H₂ + 25 % H₂ atmosferan eta (d) 5 % H₂ + 95 % H₂ atmosferan.



Konparazio modura 7. irudian titanio-estaldurako (ISD 1600Ti) diamanteak agertzen dira, (a) sinterizatu aurretik eta (b) eta (d) 900 °C-tara sinterizatu ostean 75 % H₂ + 25 % H₂ eta 5 % H₂ + 95 % H₂ atmosferetan hurrenez hurren. Aurreko diamanteekin gertatzen zen moduan, 7. irudiaren (b)-ko diamanteak egoera egokian daude. Atmosfera erreduktorea erabiltzen ez duten diamanteen kasuan (7. irudia (d)) ertzak kaltetuak daude, baina diamanteen aurpegiak ez dute erreakziorik erakusten. Halere, diamanteek autozorrozte-ahalmena dutenez, bere funtzioa egiteko kapazak dira, hau da, bere mozte-ahalmena mantentzen dute ertz berriak sortzen direlako. Diamante hauek egoera hobegoan agertzen dira. Azpimarratu beharra dago diamante hauek titanio-estaldura dutela, eta estaldura honek matrizearekin izan dezaketen erreakzioekiko babesten dituztela.

4. Ondorioak

Sinterizazio-atmosferaren garrantzia laginen dentsifikazioan egiaztatu da, dentsitate handiagoak lortuz atmosfera erreduktorean ez erreduktorean baino.

Diamanteen egonkortasunari dagokionez, atmosfera ez erreduktorean edota oxigenoaren presentzian sinterizatzea ekidin behar da. Diamanteen oxidazio eta grafitizazio erreakzioak gertatzen ez direla bermatzeko egoera idealena, atmosfera erreduktorean sinterizatzea edota estaldura duten diamanteak erabiltzea da.

5. Etorkizunerako planteatzen den norabidea

Material hauen sinterabilitatea eta higadurarekiko erresistentzia hobetzeko Next 400 hautsari Fe/P eta WC adizioak egingo zaizkio kantitate txikietan.

Fe/P gehigarriak izaera alfagena du, sinterizazioa ferrita fasean gertatzea erdiesten du, ondorioz dentsifikazioa hobegoa izan beharko litzateke difusio koefizienteak ferritan handiagoak direlako austenitan baino. WC adizioari dagokionez, higadurarekiko erresistentzia hobetu beharko luke.

6. Erreferentziak

- J. Konstanty (1991): "The material science of stone sawing", *Industrial Diamond Review*, Vol. 1, 27.
- J. Konstanty (2005): "Powder metallurgy diamond tools", Amsterdam; London:Elsevier,
- C. Y. Wang and C. Rolf (2003): "Frame sawing of stone. Theory and technology", 250,171-180
- N. Vielma, C. Luno-Bilbao, A. Mancisidor, J. M. Sanchez, I. Iturriza (2010): Characterization of diamond tool metallic bonds obtained from prealloyed powders by free sintering". *Proc. PM2010 World Congress*, Florence, 320.
- A. Breen, G. Byrne, B. Twomey and D. Dowling (2011): 'Novel rapid discharge sintering technique for damage-free diamond metal matrix composites', *Powd. Metall.*, 54, 100–102

G. Davies, T. Evans (1972):” Graphitization of diamond at zero pressure and at high pressure” *Proc. of the Royal Society. Lond. A*, Vol. 328 , 413.

7. Eskerrak eta oharrak

Egileek WDiamant Herramientas-i eskertu nahi diote lan hau aurrera eramateko eskaini duen finantza-sostengua.