

**Finalista Premio SOCIEMAT Caja de Ingenieros Mejor Trabajo de Fin de Grado en Ingeniería en Materiales**  
**ELECTRIC CURRENT ACTIVATED / ASSISTED SINTERING (ECAS): AN**  
**INNOVATIVE PROCESS IN METAL FORMING**

*Antoni Dolz Ripollés<sup>1</sup>, José Antonio Calero Martínez<sup>2</sup>, M. Núria Salán Ballesteros<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Universitat Politècnica de Catalunya, ESEIAAT (Colom 1-11, 08222-Terrassa), antonidripolles@gmail.com

<sup>2</sup> AMES PM Tech Center, (Camí de Can Ubach, 8, "Les Fallulles", 08620-Sant Vicenç dels Horts)

**Resumen:** *Electric Current Activated / Assisted Sintering (ECAS)* constituye un conjunto de procesos de sinterización de polvo no convencional en la que la densificación se mejora mediante la aplicación de una corriente eléctrica pulsada combinada con resistencia de calentamiento y la aplicación de presión mecánica. Dentro de la tecnología ECAS existen muchas variantes que pueden clasificarse según la duración del proceso, la naturaleza de la fuente de potencia y la naturaleza eléctrica de la matriz (conductora o aislante). Según el tiempo de procesado se puede dividir el proceso en procesado lentos (*fast*) o procesados rápidos (*ultrafast*). *Electrical Resistance Sintering (ERS)* es un proceso de sinterizado rápido por resistencia eléctrica (ECAS *ultrafast*) que efectúa una descarga de bajo voltaje y alta intensidad mediante distintos tipos de onda a fin de homogeneizar, densificar y sinterizar la pieza, a través de unos polvos conductores térmica y eléctricamente dentro de una matriz aislante.

**Palabras clave:** *Electric Current Assisted Sintering (ECAS)*, *Electrical Resistance Sintering (ERS)*, Metal duro, Densificación, Sinterizado rápido o *ultrafast*

## 1. INTRODUCCIÓN

En la industria de la fabricación de herramientas de corte el carburo cementado o metal duro (WC-Co) es el protagonista indiscutible y la pulvimetalurgia o metalurgia de polvos el proceso de conformado más habitual. Sin embargo, la tecnología actual presenta algunas deficiencias. Por este motivo se experimentan alternativas que optimicen alguna fase del proceso como el uso directo de la electricidad en lugar del horno en el proceso de consolidación de los polvos metálicos y cerámicos. Existe una gran diversidad de posibilidades y modalidades que se caracterizan por el uso de corriente eléctrica como medio de consolidación [1]–[4]. Se pueden agrupar bajo el nombre genérico *Electrical Current Activated / Assisted Sintering (ECAS)*. El uso de corriente eléctrica implica un aumento considerable en la velocidad del proceso y, por lo tanto, una reducción de los costes de fabricación, pero también se produce un aumento del consumo energético y un coste inicial mayor por la inversión en la maquinaria adecuada. Uno de los principales procesos ECAS es el *Electrical Resistance Sintering (ERS)*. El ERS es un proceso, en investigación, de sinterizado por resistencia eléctrica que efectúa una descarga de bajo voltaje y alta intensidad a través del polvo metálico, a la vez que este es sometido a una presión mecánica axial [1]–[3]. Este método pulvimetalúrgico no convencional está incluido dentro de los procesos ECAS *ultrafast*, es decir, proceso de sinterizado muy rápido mediante campos eléctricos. A diferencia del método convencional, el proceso ERS ofrece una elevada densificación y un tiempo breve de procesado sin necesidad de atmósfera inerte o cámaras de vacío.

Actualmente, la mayor parte de los esfuerzos se centran en la realización de piezas con diferentes tamaños y

configuraciones de proceso con el fin de ser analizadas y estudiadas. Este método de estudio de prueba/error implica la fabricación de muchas probetas si se desea entender el proceso y mejorarlo. Está abriéndose paso la línea de investigación que persigue teorizar y modelizar los procesos físicos que tienen lugar en las distintas situaciones. En las modalidades ECAS el proceso experimental aún no ha sido teorizado completamente pues los estudios existentes no abordan todos los aspectos relevantes. Las mayores carencias se encuentran en la modelación del proceso, muy breve, en ocasiones de unos microsegundos; y en la no existencia de ecuaciones que simplifiquen de forma correcta el comportamiento del polvo a nivel térmico, eléctrico o de densidad. Por lo que se refiere al modelado, las partículas metálicas presentan una delgada capa de óxido, de algunos nanómetros, a su alrededor. Esta capa dificulta en gran manera el modelado de las propiedades generales, especialmente las de naturaleza eléctrica, de los agregados de polvo. Un mayor avance en el modelado teórico y la posibilidad de simular el proceso sería muy deseable, pues permitiría un mayor control de las variables implicadas (campo de temperaturas, campo de porosidades, campo de tensiones...), así como la elección de los valores adecuados y óptimos para los parámetros de procesado (intensidades y tiempos de paso, fuerza de compresión...). Además de la ya mencionada simulación computacional para la optimización del proceso, otras de las principales líneas de investigación para el desarrollo e implementación de la tecnología ERS son la reducción del tiempo de sinterizado, la optimización de los materiales usados tanto en las matrices y punzones como en los polvos metálicos, el control del proceso mediante sondas y sensores, la realimentación de la fuente de suministro y la automatización del proceso y el procesado en serie.

## 2. METODOLOGÍA

En este trabajo se persigue simular y optimizar el proceso ERS mediante el estudio metalográfico y mecánico (dureza y tenacidad) en distintas condiciones de ensayo (ERS). Por otro lado, y con tal de optimizar el proceso, también se pretende realizar un conjunto de simulaciones computacionales con el programa *Matlab*. De esta manera se busca relacionar distintos parámetros clave del proceso como la porosidad, la presión o la conductividad, a la vez que se presentan gráficamente dichas relaciones.

De manera particular, este artículo pretende dar una nueva visión en el campo de la sinterización por descarga eléctrica en el proceso ERS, mediante la explicación de la metodología seguida en la fabricación de las probetas con la tecnología ERS y el posterior análisis metalográfico.

Tabla 1. Propiedades térmicas y eléctricas de distintas matrices

Material	Formulación química	Propiedades térmicas		Propiedades mecánicas	
		Temperatura fusión [°C]	Conductividad térmica [W/mK]	Módulo de Young [GPa]	Resistencia a compresión [GPa]
SYALON	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2472 – 2537	18-23	275 – 300	3,5 – 4,5
NZP	Confidencial	> 1800	< 1	70 – 80	0,6
Alúmina	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2050	24	300 – 400	2,2 – 2,6
Circonia	ZrO <sub>2</sub>	2715	2,2 – 2,5	200 – 210	2,2 – 2,5

### 2.1. Materiales

En los procesos ERS, el aumento de la temperatura que permite la sinterización de la pieza viene dado, principalmente, por el efecto Joule. El corriente eléctrico circula a través de los punzones, mientras que el polvo metálico actúa como resistencia eléctrica. En estos procesos la matriz debe ser aislante térmica y eléctrica, a fin de optimizar el proceso y evitar pérdidas de corriente y de temperatura no deseadas, mientras que los polvos y los punzones deben ser conductores [5], [6].

#### 2.1.1. Punzones

Los punzones son responsables de transmitir tanto la fuerza de presión como la corriente eléctrica aplicada por la máquina de sinterización al agregado de polvo. También desempeñan la función de refrigerar la pieza. Por este hecho, es necesario que presenten unas ciertas garantías de conductividad térmica y eléctrica y resistencia a los esfuerzos mecánicos. Los punzones en la tecnología ERS se caracterizan por los diseños simples y las geometrías sencillas que presentan.

A fin de cumplir con la mayor exactitud posible las características de los punzones, se acostumbra a usar electrodos de dos materiales con distintas conductividades eléctricas. De esta manera se puede obligar a la corriente a circular por los extremos de la pieza y así homogeneizar el sinterizado. Dos de las aleaciones más comunes en la fabricación de punzones son el Cu-W y el Cu-Zr, sin embargo, para los ensayos realizados se han usado punzones de un solo material, Cu-W.

#### 2.1.2. Matriz

Las matrices y los punzones están estrechamente relacionados y caracterizan por los diseños y geometrías simples y sencillos, sin esquinas o vértices muy definidos, ni complejidades en la forma (principalmente formas cilíndricas). La razón de usar estas geometrías simples es la dificultad de asegurar un buen sinterizado de las zonas complejas, puntiagudas o esquinadas. En esas zonas la corriente eléctrica fluye con más dificultad y no permite una buena unión entre las partículas del polvo. Las propiedades principales que requieren las matrices son: aislantes térmicas y eléctricas, durabilidad aceptable, resistencia mecánica adecuada, buen acabado superficial, inertes químicamente y precio adecuado. Estas propiedades delimitan las opciones a un conjunto de cerámicas cuyas principales propiedades térmicas y mecánicas se recogen en la Tabla 1.

Para los distintos ensayos realizados se han usado matrices cerámicas de SYALON (Silicio-Aluminio-

Oxígeno-Nitrógeno). De un modo más concreto, las matrices de SYALON son una clase especializada de materiales refractarios de alta temperatura que presentan una elevada resistencia durante un amplio rango de altas temperaturas, una buena resistencia al choque térmico y una excepcional resistencia a la humectación o la corrosión por fundición de metales no ferrosos. Además, las matrices SYALON también ofrecen alta resistencia al desgaste, baja expansión térmica y buena resistencia a la oxidación hasta por encima de 1000 °C.

#### 2.1.3. Polvos metálicos

Los materiales más usados en la sinterización ERS acostumbran a ser los polvos de WC-Co con composiciones del 6% o del 10% Co. Estos materiales poseen características químicas y térmicas sobresalientes, así como propiedades de dureza y resistencia a la abrasión y erosión superiores a los materiales compuestos comunes. Las propiedades mecánicas, sin embargo, pueden ser modificadas dependiendo del contenido de cobalto o del tamaño de grano de los carburos de tungsteno. En los últimos años ha surgido el interés de las comunidades científicas e industriales por sustituir el carburo cementado (WC-Co). Las principales razones son: la toxicidad del cobalto y de su combinación con el carburo de wolframio, la inclusión del cobalto y el wolframio en el listado europeo de materias primas críticas, y el fluctuante y creciente precio del cobalto. El polvo metálico con el que se han realizado gran parte de los ensayos ha sido el WC-10Co, aunque el estudio ha ido derivando a otros materiales menos tóxicos y caros como el WC-CrC-Ni, con pocos ensayos, y el WC-12Ni, con bastantes ensayos. Las principales características se pueden observar en la Tabla 2.

## 2.2. Procedimiento experimental

Como se aprecia en la Figura 1, en los procesos ECAS, tanto *fast* como *ultrafast*, se aplica simultáneamente una corriente eléctrica y, normalmente, una presión mecánica a fin de consolidar, sinterizar y densificar el polvo hasta la configuración deseada. En los ensayos realizados, se procura que tanto la aplicación de la corriente como de la carga mecánica sea constante durante el ciclo de sinterizado o que varíe durante las fases de densificación. Para conseguirlo es necesario un ajuste de la corriente y de la carga mediante un control automático.

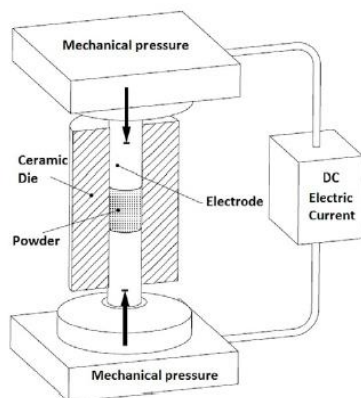


Figura 1. Procedimiento básico de los procesos ECAS [6]

A pesar de que el proceso de sinterizado de las tecnologías *ultrafast* es del orden de la fracción de segundo, el proceso entero ocupa alrededor de varios minutos, siendo la preparación de la máquina y del polvo metálico las fases más largas. La estructura o procedimiento básico para el uso de la máquina incluye: configuración de la máquina, medición y colocación de los polvos metálicos, sinterización y refrigeración y extracción de la pieza y limpieza de la zona de trabajo. La distribución de intensidad más comúnmente usada consta de un primer pulso de alta intensidad para activar el polvo e iniciar la ruptura de las capas de óxido, seguido de una segunda parte con el pulso de sinterizado y los pulsos menores para refrigerar progresivamente la pieza y así evitar el choque térmico.

La fase siguiente a la configuración y fabricación de la probeta es la preparación de la probeta para el análisis metalográfico, siguiendo un proceso tradicional de corte (disco de diamante), embutición y pulido (alúmina y diamante). Y la última fase del proceso consiste en el análisis metalográfico de las muestras ya pulidas. De entre todos los posibles análisis y estudios se han realizado ensayos de densidad tasada o de golpeo, de densificación y porosidad, de dureza Vickers (HV30) y de tenacidad ( $K_{IC}$ ).

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1. Densidad tasada

La densidad de golpeo o densidad tasada indica la máxima porosidad de equilibrio no distorsionada tras realizar el ensayo de vibración del polvo metálico y depende principalmente del tamaño y forma de la partícula y de la distribución de polvo. Dicha prueba se ha realizado con una máquina vibratoria o

Stampfvolumeter modelo Stav2003 de la marca JEL. El estudio consiste en llenar el interior de una probeta con  $40 \text{ cm}^3$  de polvo metálico y observar tras 22 minutos de vibración el nuevo volumen ocupado para así calcular la

Tabla 3. Resultados densidad tasada

Polvo metálico	Densidad teórica [ $\text{g}\cdot\text{cm}^3$ ]	Densidad tasada [ $\text{g}\cdot\text{cm}^3$ ]	Porosidad
WC-10Co	14,45	4,144	0,713
WC-CrC-Ni	14,35	4,922	0,657
WC-12Ni	14,30	6,23	0,564

densidad (ver Tabla 3).

### 3.2. Densificación y porosidad

Es posible efectuar una primera criba general de las piezas realizadas mediante la observación de grietas y poros. De este análisis visual es posible deducir los problemas relacionados con la excesiva o insuficiente intensidad o el excesivo o insuficiente tiempo de sinterizado o de refrigeración.

En general, todas las piezas realizadas presentan una misma microestructura básica que se puede ver en la Figura 2: una zona porosa en el borde, tocando los extremos y paredes de la pieza (zona 1), una zona muy densificada (zona 2), y una zona densificada al interior o núcleo de la pieza (zona 3). Por este hecho, el área

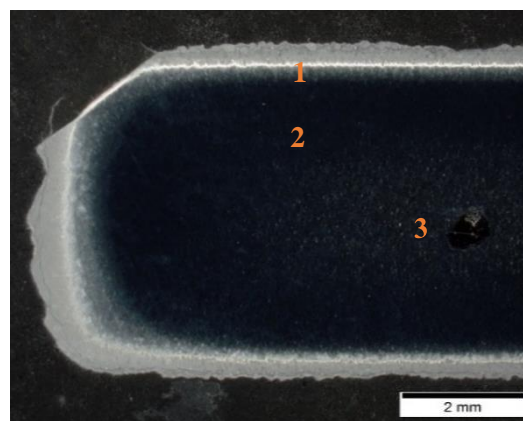


Figura 2. Diferenciación zonas porosas

efectiva real o área que cumple los requisitos es inferior al área total de la pieza.

Mientras que el microscopio permite observar y medir los posibles poros de la pieza, tanto en la zona densificada como en la zona porosa, la lupa permite observar la pieza de una manera más global y general. Con la lupa se diferencia, a grandes rasgos, la zona porosa de la zona densificada, además de poder asignar un valor de superficie.

### 3.3. Dureza Vickers

Para evaluar la dureza de los compactos se ha realizado el ensayo de dureza Vickers con una carga de 30 kg. Los resultados de dureza y tenacidad obtenidos se muestran en la Tabla 4 y la nomenclatura seguida puede apreciarse en la Figura 3.

### 3.4. Tenacidad

El estudio de la tenacidad consiste en medir las longitudes de las grietas formadas en las esquinas de los rombos producidos por las indentaciones y mediante unos cálculos obtener un valor de tenacidad. Se ha

Tabla 4. Resultados de dureza y tenacidad

Referencia	Dureza [kgf/mm <sup>2</sup> ]	K <sub>IC</sub> [MPa·m <sup>0,5</sup> ]
1	2106	10,26
2	1985	9,97
3	2014	8,46
4	1727	9,46
5	1855	9,79
6 <sup>I</sup>	1833	-----
7	1887	9,73
8	1943	9,44
9	2011	9,46
10 <sup>II</sup>	342,5	-----
11	2018	9,82
12	1984	8,95
13	1969	7,14
14	2086	9,65
15 <sup>II</sup>	589,3	-----
<b>MEDIA</b>	<b>1955,23</b>	<b>9,34</b>

<sup>I</sup> Desestimado por no apreciarse las grietas

<sup>II</sup> Desestimado por hallarse en la zona porosa

decidido usar la misma ecuación que en el proyecto EFFIPRO (*Energy Efficient Manufacturing Process of Engineering Materials*) [7].

$$K_{IC} = \frac{0,0889}{\sqrt{1000}} \cdot \sqrt{\frac{HV_{30} \cdot F}{L_i}} \quad (1)$$

Donde  $K_{IC}$  es la tenacidad a la fractura [MPa·m<sup>1/2</sup>];  $HV_{30}$  es la dureza Vickers 30 kg [MPa];  $F$  la carga aplicada en el ensayo de dureza [N];  $L_i$  es la suma de las longitudes de las cuatro grietas obtenidas [mm].

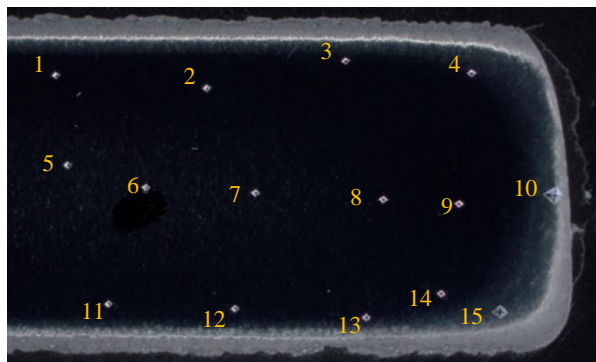


Figura 3. Posición de las distintas indentaciones

## 4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha llevado a cabo una aproximación a las tecnologías de sinterizado por descarga eléctrica y un análisis de las distintas probetas metalográficas realizadas por la tecnología ERS. A raíz de este trabajo se puede concluir que esta tecnología implica un avance significativo para la industria pulvimetalúrgica debido a la reducción del tiempo de procesado y a la elevada dureza y la alta densificación de

las piezas obtenidas. A pesar de las mencionadas ventajas hay ciertos inconvenientes que dificultan la industrialización del proceso: el área útil o efectiva (donde la pieza está suficientemente densificada y con dureza aceptable) es significativamente menor a las dimensiones de la pieza obtenida y el proceso de producción conlleva un elevado coste.

A fin de poder comparar los resultados se ha procurado definir una probeta referencia a partir de la cual se ha podido evaluar la calidad de las probetas: dureza media superior a 1200 HV30 y una altura de pieza de 10 mm. Las piezas realizadas con WC-10Co han ofrecido resultados excelentes de densidad, zona densificada, dureza (1900 HV30) y tenacidad, sin embargo, las dimensiones de la zona útil siguen siendo inferiores a las esperadas (6 mm). Las probetas de WC-CrC-Ni han ofrecido dimensiones mayores (8 mm), sin embargo, las prestaciones ofrecidas de porosidad y dureza están muy por debajo de los esperados (800 HV30). Además, las piezas realizadas con este material explotan al minuto de su extracción de la máquina debido a las tensiones residuales internas, por lo que es necesario un tratamiento térmico que aumenta el coste de producción. Las piezas realizadas con WC-12Ni han ofrecido la mejor relación calidad-dimensiones de todos los materiales. Se han obtenido durezas superiores 1300 HV30 y dimensiones útiles suficientes (11 mm).

## 5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] J. M. Gallardo *et al.*, 'Electrical Resistance Sintering (ERS) Simulation Tool. Application to Hardmetals.', *Powder Metall. World Congr. World PM 2016*, no. October, pp. 1–6, 2016.
- [2] S. Grasso, Y. Sakka, and G. Maizza, 'Electric current activated/assisted sintering (ECAS): A review of patents 1906-2008', *Sci. Technol. Adv. Mater.*, vol. 10, no. 5, 2009.
- [3] J. Zhang, A. Zavaliangos, and J. R. Groza, 'Field Activated Sintering Techniques: A Comparison and Contrast', *P/M Sci. Technol. Briefs*, vol. 5, no. 4, pp. 5–8, 2003.
- [4] J. Groza, 'Field-Activated Sintering', in *Powder Metal Technologies and Applications*, 1998, pp. 1372–1388.
- [5] J. Gallardo *et al.*, 'Hard Metal Production by ERS: Processing Parameter Roles in Final Properties', *Metals (Basel)*, vol. 9, no. 2, p. 172, 2019.
- [6] M. A. Lagos *et al.*, 'Development of electric resistance sintering process for the fabrication of hard metals: Processing, microstructure and mechanical properties', *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 66, pp. 88–94, 2017.
- [7] L. Espinosa Hernández, 'Influencia de inhibidores de crecimiento de grano en el comportamiento tribológico de carburos cementados WC-Co a partir de polvos nanométricos', 2013.