

PROCESADO DE ACEROS INOXIDABLES MESOESTRUCTURADOS MEDIANTE TECNOLOGÍA FFF

J. Jiménez¹, Juan A. Naranjo¹, G. Herranz¹, J. Hidalgo¹

¹Instituto de Investigaciones Energéticas y Aplicaciones industriales, C/ Moledores 33, 13005, Ciudad Real, España, juan.jimenez6@alu.uclm.es

Resumen: La combinación de microestructuras austeníticas y martensíticas en composites de acero, dispuestas en patrones a lo largo de la escala mesoscópica, ha demostrado una excepcional combinación de resistencia y deformabilidad, no alcanzable en aceros con distribución uniforme de fases en su microestructura. La tecnología de Fabricación Aditiva por Filamento Fundido (FFF) puede allanar el camino para la producción de componentes multimaterial, superando las limitaciones de las tecnologías de fabricación actuales y posibilitando un avance significativo en el desarrollo de aceros mesoestructurados en piezas de geometría compleja. Aunque la FFF aún está en fase de desarrollo y presenta diversos desafíos que requieren atención, este estudio marca un hito importante al demostrar la fabricación exitosa de piezas mesoestructuradas mediante la combinación de aceros austeníticos y martensíticos. La concepción y producción de filamentos bobinables e imprimibles a partir de 316L y 17-4PH ha permitido la obtención de piezas mesoestructuradas libres de defectos, superando con éxito los desafíos inherentes a esta técnica que se analizan y discuten en este trabajo. Este logro representa un paso significativo en el camino hacia el desarrollo de nuevos materiales con propiedades excepcionales y ajustables mediante el diseño de la mesoestructura.

Palabras clave: impresión 3D, FFF, materiales compuestos, mesoestructura, aceros inoxidables, 316L, 17-4PH.

1. INTRODUCCIÓN.

Las tecnologías de procesamiento avanzado como el moldeo por inyección de polvos y la impresión 3D están revolucionando la forma en que diseñamos y fabricamos piezas. Entre otras posibilidades, están permitiendo la combinación de diferentes materiales en un único componente siguiendo diseños complejos que no son posibles o económicamente viables mediante el uso de otras tecnologías. La ubicación estratégica de cada material en áreas específicas de la pieza permite aprovechar las características individuales de cada material para obtener propiedades mejoradas y/o múltiples funcionalidades dentro de la misma [1].

Los aceros suponen un pilar de la ingeniería moderna. Su popularidad se debe a su versatilidad de propiedades mecánicas, a un coste competitivo. Esta versatilidad se puede ver en la **Figura 1** donde se muestra la resistencia a tracción frente a la deformación para diferentes familias de aceros. Para conseguir un buen balance de resistencia y deformación, la tendencia actual se centra en jugar con la composición y someter a los aceros a una serie de tratamientos termomecánicos, para llegar a conseguir una distribución uniforme de múltiples fases en la microestructura. En la **Figura 1** podemos ver que estos aceros multifásicos (TWIP, TRIP) exhiben una alta resistencia mecánica y alta ductilidad debido a la interacción a escala microscópica de fases duras como la bainita y la martensita, con fases blandas como la ferrita y la austenita. Sin embargo, estos aceros aún siguen teniendo limitaciones en cuanto al producto máximo de resistencia y deformación que pueden alcanzar.

Diversos estudios están demostrando que la combinación de fases duras con fases blandas a escala mesoscópica en capas permite una combinación

excepcional de resistencia y de deformación que no se consigue en ninguna otra familia de aceros [2]. Como se puede ver en la Figura 1, este es el caso de los aceros laminados multicapa (MLS, del inglés Multi Layer Steel) que combinan microestructuras austeníticas y martensíticas. Este trabajo acuña el término de aceros mesoestructurados, para referirse a aceros con microestructuras bien diferenciadas formando patrones a nivel de una escala mesoscópica (100 µm – 1 mm). Jugando con la composición y distribución de microestructuras dentro de la mesoestructura, se podrían obtener propiedades únicas y a la carta, lo que motiva el estudio del desarrollo de estos aceros.

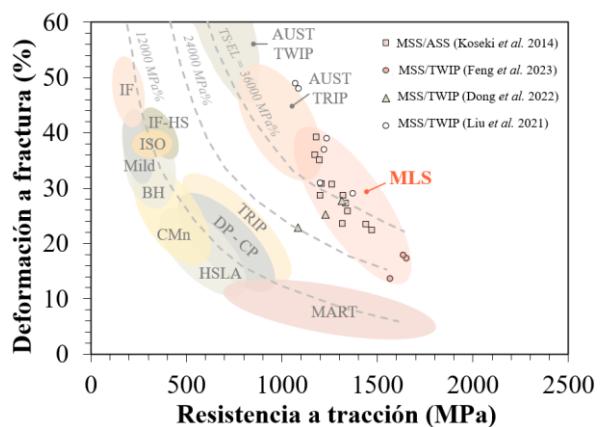


Figura 1. Deformación a fractura (%) - Resistencia a tracción (MPa) para diferentes familias de aceros [2-5].

Hoy en día, los métodos de producción de aceros mesoestructurados más usados son el laminado y la forja en caliente por motivos de eficiencia de producción y propiedades mecánicas alcanzables. Sin embargo, estas tecnologías presentan ciertos inconvenientes como la dificultad para la obtención de geometrías complejas, debido a que operaciones de

mecanizado y deformación severas como el doblado o el estampado del laminado favorecen la aparición de vacíos en las intercaras entre material, llevándolos a una fractura prematura [4].

Las tecnologías de fabricación aditiva se basan en la adición de material capa sobre capa para la generación de objetos tridimensionales. Esto permite una gran libertad de diseño para conseguir pieza con geometrías muy complejas y en particular en el diseño y desarrollo de nuevos aceros mesoestructurados. Sin embargo, existen limitaciones tecnológicas en la fabricación de aceros mesoestructurados por técnicas directas basadas en la fusión de material. Éstas incluyen un pobre control microestructural, particularmente en las intercaras, el desarrollo de tensiones residuales o la dificultad de reutilización de polvos base. Estas limitaciones justifican la exploración de alternativas de impresión 3D indirectas como la técnica de Fabricación por Filamento Fundido (FFF). La técnica FFF ofrece diversas ventajas para la fabricación de componentes mesoestructurados como un control preciso sobre el grosor de cada capa, su composición y las diferentes microestructuras [6], lo que posibilitaría la creación de mesoestructuras con una alta precisión y control de sus propiedades. A pesar de estas ventajas, la FFF se encuentra todavía en las primeras etapas de desarrollo en su uso para obtener piezas de dos materiales y actualmente no hay evidencia de que se haya utilizado para fabricar mesoestructuras.

En este sentido, surgen una serie de retos a tener en cuenta, comenzando con conseguir fabricar dos filamentos de materiales distintos que sean compatibles entre sí, que liguén bien entre ellos, y que tengan un comportamiento similar de forma que se pueda llegar a diseñar un proceso de fabricación válido para ambos. La máxima complejidad reside en el proceso de sinterización final, donde tiene lugar una contracción dimensional y procesos difusivos que pueden crear gradientes de composición y microestructuras en las intercaras. Este trabajo aborda estos desafíos, explorando y superando los obstáculos que implica la fabricación de mesoestructuras utilizando la técnica de fabricación por FFF.

2. MATERIAL Y MÉTODOS.

Para este estudio se han seleccionado como polvos de partida un acero inoxidable austenítico (316L) y uno martensítico endurecido por precipitación (17-4PH) que destacan, respectivamente, por su gran capacidad de deformación y por su resistencia mecánica. Para el sistema ligante, se empleó en ambos aceros una formulación desarrollada internamente por el grupo, basada en su experiencia y de carácter confidencial. Esta elección se hizo con el propósito de unificar el proceso de fabricación para ambos materiales, especialmente enfocado en la etapa de eliminación de compuestos orgánicos que forman parte del sistema ligante.

El proceso comienza con la mezcla inicial de polvo y ligante en un reómetro de par ThermoHaake. Los parámetros de mezclado óptimos fueron 200 °C con los

rotores girando a 40 rpm. El tiempo de mezclado para la obtención de mezclas homogéneas fue de 60 minutos para el 316L y de 90 minutos para el 17-4PH. Estas mezclas se convierten en filamento a través de un proceso de extrusión utilizando un reómetro capilar Dynisco LCR7000. Se llevaron a cabo iteraciones en el proceso de extrusión hasta encontrar los parámetros adecuados, que resultaron en una velocidad de 100 m/s y temperaturas de extrusión de 158 °C (316L) y 159 °C (17-4PH), ambos con una boquilla de extrusión de 1,6 mm. Posteriormente se utilizó una impresora Raise3D de doble cabezal para imprimir hexágonos alternando anillos concéntricos de cada material. Las condiciones de impresión se ajustaron para cada filamento. Para el 316L, la temperatura de impresión y flujos óptimos fueron de 265 °C y 95%, mientras que para el 17-4PH fue de 270 °C y 100%. Esta diferencia se debe a que la mezcla de 316L tiene una mayor fluidez.

A continuación, se elimina el ligante, que hasta este punto ha servido de medio de transporte del polvo para obtener las geometrías complejas. Se realiza un primer proceso de eliminación mediante un disolvente orgánico seguido de una etapa de eliminación térmica final para obtener las piezas en estado marrón. Para el diseño de la eliminación térmica, se lleva a cabo un estudio de termogravimetría en atmósfera de nitrógeno. Finalmente, se realiza el proceso de sinterización, que implica someter la pieza a un tratamiento térmico a una temperatura algo inferior a la temperatura de fusión del polvo metálico. Esto busca crear un proceso difusivo tanto de energía como de masa que dará lugar a una pieza densificada. Se ha realizado un estudio detallado individual para cada material y conjunto del proceso de sinterización. Este estudio muestra la influencia de la temperatura de sinterización (cubriendo el rango de 1360 °C hasta 1400 °C) sobre la densificación, microestructura, propiedades mecánicas, tamaño de grano y contracción dimensional. El objetivo es encontrar una ventana de sinterización común donde se obtengan valores adecuados de los parámetros comentados en ambos materiales.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En este apartado se presentan los resultados de la obtención de aceros mesoestructurados con los materiales desarrollados. El primer reto fue la impresión 3D multimaterial para conseguir aceros mesoestructurados. Se planteó una unión de materiales en el plano X-Y de la impresión ya que supone un reto mayor (aún no estudiado) que la combinación de materiales imprimiendo capa sobre capa. Una de las mayores dificultades encontradas fue la alineación y calibración precisa de la posición los diferentes extrusores en los ejes X-Y-Z. Pese a que los equipos actuales más avanzados disponen de tecnologías para un posicionamiento preciso de los diferentes cabezales, esta precisión es aún baja y supone la mayor limitación de la tecnología FFF. Como se puede ver en la **Figura 2a**, defectos de impresión microscópicos como falta de material en las uniones de los diferentes materiales, pueden ser insalvables durante la sinterización, comprometiendo la integridad de las piezas finales.

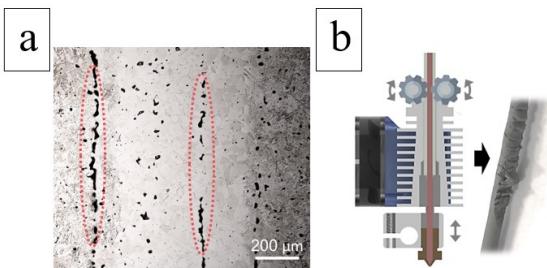


Figura 2. a) Defectos de impresión a escala microscópica debido al error de calibración. b) Mecanismo de retracción desgasta el filamento.

El equipo de impresión utilizado no dispone de una calibración de ejes automática, por lo que además de requerir un tiempo elevado en poner a punto el equipo para la impresión de piezas multimaterial, la precisión obtenida es baja. Para mitigar o solucionar estos defectos, se hizo uso de un parámetro de impresión denominado *Sobreimpresión*. Este parámetro permite establecer un porcentaje de solape entre ambos materiales (**Figura 3**), llenando así posibles huecos microscópicos que surgen de un mal calibrado de ejes.

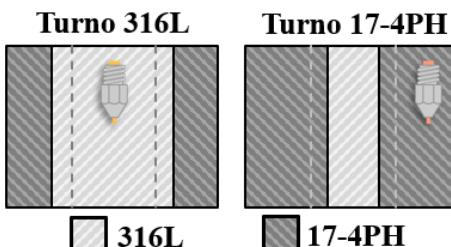


Figura 3. Esquema del funcionamiento del parámetro Sobreimpresión.

Otra de las dificultades encontradas fue la necesidad de llevar a cabo retracciones de filamento en el cambio de turno de impresión de un material a otro. El engranaje que usan los equipos para el desplazamiento del filamento clava sus dientes en un sentido y en otro, hecho que puede producir un desgaste del filamento (**Figura 2b**), llegando a la interrupción de la impresión. A pesar de las dificultades comentadas se han conseguido aceros mesoestructurados sin defectos (**Figura 4**), validando para dicha geometría los procesos de eliminación y sinterización diseñados.

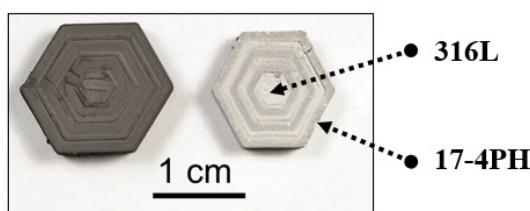


Figura 4. Aceros mesoestructurados de geometría hexagonal en verde y sinterizado.

Otro aspecto crucial a controlar son las condiciones de sinterización con el objetivo de tener un control sobre las microestructuras desarrolladas y, por tanto, sobre las propiedades finales de los componentes. Tras la sinterización de mesoestructuras a diferentes temperaturas, se identificaron mediante microscopio

óptico las diferentes microestructuras y se determinó la extensión de las regiones austeníticas y martensíticas, así como su porcentaje dentro de la mesoestructura.

En la **Figura 5** se muestra un ejemplo de micrografía de las mesoestructuras fabricadas. Se definen L_A (Longitud franja austenítica) y L_M (Longitud franja martensítica). Como se aprecia en la figura, se consigue una buena continuidad entre los diferentes aceros, con ausencia de porosidad e intercaras bien definidas delimitando las zonas austenítica y martensíticas. Cabe destacar que el ancho de las franjas de microestructura austenita y por consiguiente el porcentaje de esta fase, disminuye al aumentar la temperatura de sinterización como se aprecia en la **Figura 6**.



Figura 5. Definición gráfica de L_A (Longitud franja austenítica) y L_M (Longitud franja martensítica).

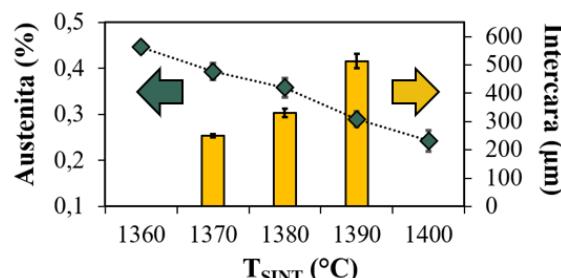


Figura 6. Fracción de austenita presente en la microestructura y ancho de la intercara según temperatura de sinterización.

Además, se realizó un perfil de microdurezas a lo largo de las diferentes fases presentes en la microestructura. Como se muestra en el ejemplo de la **Figura 7**, estos perfiles de dureza presentan una transición suave a lo largo de la intercara entre la dureza máxima obtenida en la región martensítica y la dureza mínima de la región austenítica, mucho menos abrupta que el aparente cambio de microestructura. Este es un primer indicador de que hay un gradiente de composición a lo largo de la intercara propiciado por la diferencia de concentración de los diferentes elementos de aleación, que ha sido favorecido por el aumento de la temperatura de sinterización.

Para tener una idea más precisa de estos gradientes de composición, se llevó a cabo un análisis elemental mediante EDX. La **Figura 8** muestra uno de estos perfiles composicionales para los elementos más significativos de ambas aleaciones. Con estas herramientas se pudo cuantificar como la intercara crece con el aumento de la temperatura de sinterización como queda reflejado en la **Figura 6**.

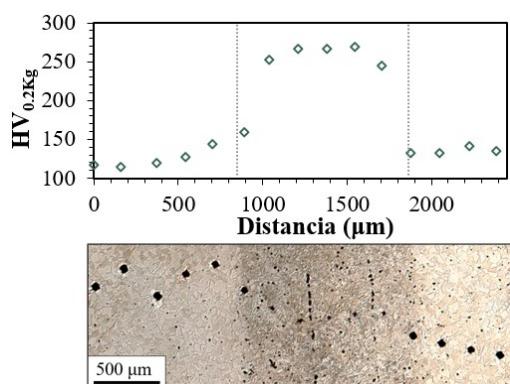


Figura 7. Perfiles de dureza a lo largo de las diferentes franjas austeníticas (1380 °C).

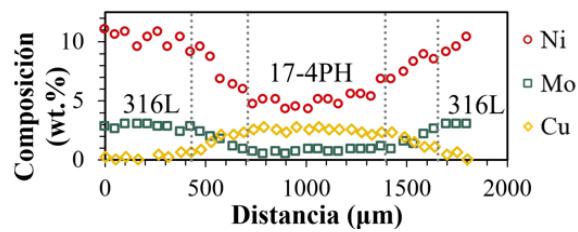


Figura 8. Datos de composición elemental extraídos con EDX a lo largo de las diferentes fases (1380 °C).

Además, con los datos de composición se puede estimar la temperatura de inicio de la transformación martensítica (M_s) mediante una ecuación empírica [7]. La **Figura 9** muestra los resultados obtenidos para tres temperaturas de sinterización seleccionadas. Se puede apreciar en rasgos generales, como en la zona de la intercara hay una gran parte con una temperatura M_s por encima de la temperatura ambiente, que se corresponde muy bien con las franjas martensíticas observada con el microscopio óptico.

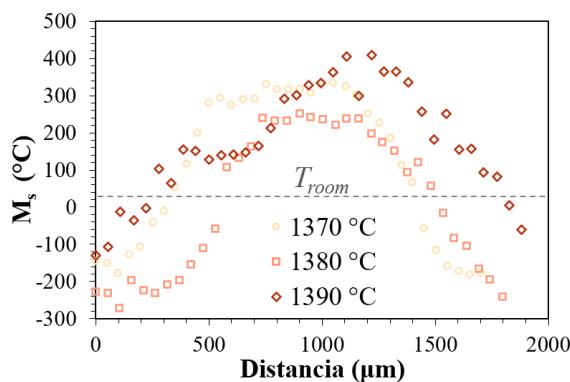


Figura 9. Evolución de M_s (°C) con la distancia.

Finalmente se fabricaron probetas de tracción mesoestructuradas de tipo isoesfuerzo e isodeformación. Estas probetas se consiguieron imprimir sin defectos y pasaron con éxito el proceso de eliminación diseñado. Sin embargo, ninguna de ellas superó la sinterización sin defectos (**Figura 10**). La diferencia de contracción de los diferentes materiales durante la sinterización genera tensiones que no han supuesto un problema para las geometrías hexagonales, dado que la topología de anillos alternantes ha mitigado este efecto. Sin embargo, estas tensiones han ocasionado defectos significativos

en las probetas con franjas paralelas de cada material, abriendo la puerta a estudios específicos sobre qué geometrías son las más adecuadas. Además, la realización de ensayos de dilatometría sería de ayuda para diseñar ciclos de sinterización que mitiguen el efecto de la descompensación entre las contracciones de los diferentes materiales, consiguiendo así una mayor libertad en el diseño de componentes sin que sufran



defectos.

Figura 10. Figura tipo isotensión en marrón y sinterizada.

4. CONCLUSIONES.

Este trabajo demuestra que la fabricación de componentes de aceros mesoestructurados por la técnica FFF es posible y prometedora, incluso para modos de unión más desafiantes. Se han desarrollado filamentos 316L y 17-4PH bobinables e imprimibles adaptados a la impresión multimaterial y se ha diseñado un proceso de fabricación de piezas duales en base a sus características individuales, evidenciando los retos que entraña esta tecnología y proponiendo soluciones a los mismos. En particular, se ha llevado a cabo un estudio detallado del efecto de la temperatura de sinterización sobre la composición y microestructura de las mesoestructuras creadas, obteniendo un valioso conocimiento para el control de las mismas con el objetivo de mejorar y ajustar las propiedades de estos materiales a demanda, contribuyendo así su desarrollo para la creación de componentes ingenieriles con propiedades únicas.

5. REFERENCIAS.

- [1] Tanwar R. S. y Jhavar S. (2023) Materials Today: Proceedings A review on additive manufacturing of SS-Ni multi-material fabrication, *Materials Today: Proceedings*, 38(10), págs. 1159-1166.
- [2] Koseki T., Inoue J. y Nambu S. (2014) Development of multilayer steels for improved combinations of high strength and high ductility, *Materials Transactions*, 55(2), págs. 227-237.
- [3] Feng J. y otros. (2023), Effect of the diffused content of carbon on mechanical properties of multilayered composite steel, *Journal of Materials Research and Technology*, 22, págs. 668-682.
- [4] Dong, M et al. (2022), Interface Strengthening and Toughening Mechanism of Hot Rolled Multilayer TWIP/40Si2CrMo Steels, *Crystals*, 12(10).
- [5] Liu M. y otros (2021) Investigation of work hardening behavior in multilayered steels architected by twinning induced plasticity steel and martensitic steel during uniaxial tension.
- [6] Nazir A. y otros (2023) Multi-material additive manufacturing: A systematic review of design, properties, applications, challenges, and 3D printing of materials and cellular metamaterials.
- [7] Yamada H., Sakurai T. y Takenouchi T. (1990) Effect of alloying elements on the peritectic temperature in low-alloy steels, *Tetsu-To-Hagane/Journal of the Iron and Steel Institute of Japan*, 76(3), págs. 438-445.