

COMPARATIVA MICROESTRUCTURAL DE SISTEMAS Fe-Ni-C-Cu OBTENIDOS MEDIANTE SINTERIZADO CONVENCIONAL Y DE RESISTENCIA ELÉCTRICA

A. Garrido¹, E. Fernández¹, J. A. Calero²

¹Universitat Politècnica de Catalunya, ETSEIB (Avda. Diagonal, 647, 08028 Barcelona),
adriangarridob@gmail.com

²AMES PM Tech Center (Camí de Can Ubach, 8, “Les Fallulles”, 08620 Sant Vicenç dels Horts)

Resumen: El Sinterizado por Resistencia Eléctrica (ERS) es una tecnología en desarrollo para la consolidación de polvos metálicos. Este método utiliza una corriente eléctrica de alta intensidad y bajo voltaje que genera calor, favoreciendo la cohesión de los polvos sin que se produzca difusión atómica. En este estudio, se comparan las microestructuras obtenidas mediante sinterizado convencional y ERS en sistemas de polvos Fe-Ni-C-Cu. Los resultados muestran que el ERS puede consolidar estos polvos sin difusión cuando se usan las condiciones adecuadas, aunque al aumentar la energía, se observan fenómenos de difusión y fusión parcial.

Palabras clave: *Electrical Resistance Sintering (ERS)*, Fe-Ni-C-Cu, consolidación, densificación, difusión

1. INTRODUCCIÓN.

La pulvimetalurgia es una técnica que permite fabricar piezas metálicas con control de porosidad, siendo el sinterizado convencional una de las formas más comunes. Este proceso implica la compactación de polvos y su posterior calentamiento, promoviendo la consolidación y la difusión atómica entre los componentes. Sin embargo, en algunas aleaciones, como las de alta entropía, es deseable evitar la difusión, lo que ha impulsado la búsqueda de métodos alternativos, como el Sinterizado por Resistencia Eléctrica (ERS).

El ERS consolida polvos metálicos conductores mediante el paso de corriente eléctrica, generando calor por efecto Joule en un tiempo muy corto (menos de 1 segundo). A diferencia del SPS (*Spark Plasma Sintering*), un método más controlado y estudiado, el ERS presenta la posibilidad de consolidar sin difundir los elementos, lo que lo convierte en una tecnología atractiva, aunque aún en investigación [1-5].

Este trabajo busca realizar una comparación entre el sinterizado convencional y el ERS, centrado en su capacidad para evitar la difusión en sistemas Fe-Ni-C-Cu.

2. OBJETIVOS.

El principal objetivo es comparar las microestructuras obtenidas por sinterizado convencional y ERS en combinaciones de polvos de Fe, Ni, C y Cu. Se analizarán los microconstituyentes observados en las probetas mediante microscopía óptica y electrónica, y se estimarán los fenómenos que ocurren durante el sinterizado ERS, como la fusión parcial.

3. MATERIALES Y MÉTODOS.

Se utilizaron los siguientes polvos para fabricar las probetas: hierro (Fe), grafito grueso y fino, níquel (Ni), prealeado Fe-Ni (48%wt Ni) y cobre (Cu). La morfología y distribución de tamaño de los polvos se analizaron

mediante microscopía electrónica y se evaluó su impacto en la porosidad y consolidación.

En el sinterizado convencional, las probetas fueron compactadas a 210 o 700 MPa y calentadas en dos hornos diferentes:

- **Horno HC:** hasta 1120°C, en una atmósfera de 95% N₂ y 5% H₂ (en adelante, atmósfera 1NC) (Figura 1).
- **Horno HAT:** hasta 1290°C, en una atmósfera de 75% H₂ y 25% N₂ (en adelante, atmósfera 1A) (Figura 2).

En el ERS, los polvos fueron compactados a 210 MPa y sometidos a corrientes de 10, 15 o 18 kA durante breves periodos de tiempo (0.5 segundos en la etapa de consolidación). La Figura 3 muestra el diseño CAD de la máquina utilizada (EFFIPRO). Las probetas obtenidas por ambos métodos se cortaron y analizaron para estudiar la presencia de fenómenos difusivos y la consolidación alcanzada.

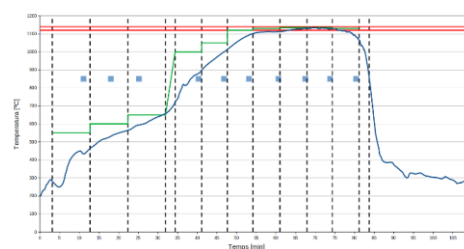


Figura 1. Ciclo térmico del horno HC, utilizado para el sinterizado convencional de probetas a 1120°C.

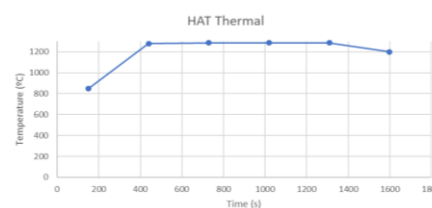


Figura 2- Ciclo térmico del horno HAT, utilizado para el sinterizado convencional de probetas a 1290°C.

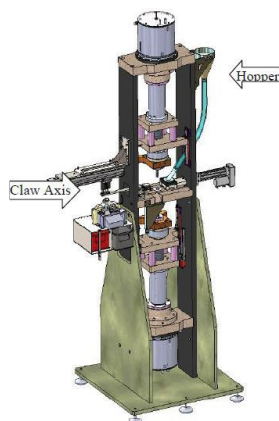


Figura 3: Diseño CAD de la máquina ERS-EFFIPRO, utilizada en el sinterizado por resistencia eléctrica.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En esta sección, se presentan los resultados obtenidos de los análisis microestructurales de las probetas sinterizadas mediante los métodos convencionales y ERS. El foco principal se centra en la comparación de los fenómenos de difusión y consolidación, así como en los cambios microestructurales observados en los diferentes sistemas.

4.1. Distribución y tamaño de los polvos.

La distribución de tamaños de partícula tiene un impacto clave en los fenómenos de difusión observados en los materiales sinterizados. La Figura 4 muestra la distribución diferencial en volumen del tamaño de los polvos utilizados en este estudio. Se observa una distribución heterogénea, especialmente en los polvos de grafito grueso y fino. Esta variación es relevante para el análisis de frentes difusivos, ya que la presencia de partículas de mayor tamaño puede limitar la uniformidad de la distribución de carbono en las probetas, lo que afecta directamente la microestructura final.

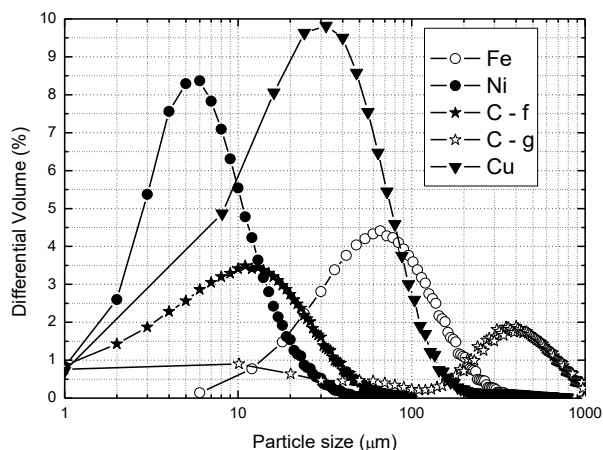


Figura 4. Distribución de tamaño de las partículas de polvos metálicos utilizados en el estudio.

4.2. Sinterizado convencional.

En las probetas obtenidas mediante sinterizado convencional, los ciclos térmicos en los hornos HC y HAT permitieron alcanzar temperaturas de 1120°C y 1290°C, respectivamente. Estas temperaturas son suficientes para promover la difusión atómica en los

sistemas Fe-Ni-C-Cu, lo que se refleja en las microestructuras obtenidas.

Probetas Fe + 1%wt grafito grueso: En las probetas sinterizadas a 1120°C en el horno HC, se observó la formación de microconstituyentes típicos de perlita y ferrita, en lugar de la perlita y cementita primaria esperada. Esto se atribuye a la falta de homogeneidad en la distribución del carbono debido al uso de grafito grueso, lo que impide una distribución más uniforme. El enfriamiento moderado durante el proceso también pudo influir en la formación de fases inesperadas (Figura 5).

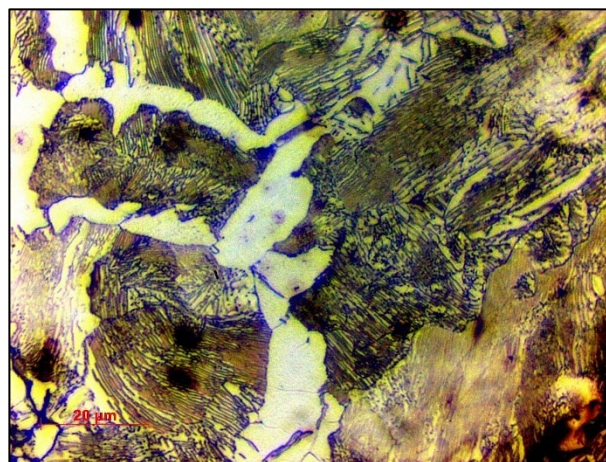


Figura 5. Microestructura de la probeta Fe + 1%wt grafito grueso, comprimida a 210 MPa y sinterizada a 1120°C en atmósfera 1NC, mostrando la formación de perlita y ferrita.

Probetas Fe + 1%wt grafito grueso + 5%wt Ni: En las probetas que combinan grafito grueso y 5%wt de Ni, se observó la formación de soluciones sólidas Fe-Ni. Esta formación fue más pronunciada en las probetas sinterizadas a 1290°C en el horno HAT, debido a las mayores temperaturas y tiempos de exposición, lo que favoreció una mayor difusión entre Fe y Ni (Figura 6). Además, la presencia de Ni claramente parece haber dificultado la formación de perlita y/o ferrita, facilitando la creación de fases de austenita Fe-Ni.

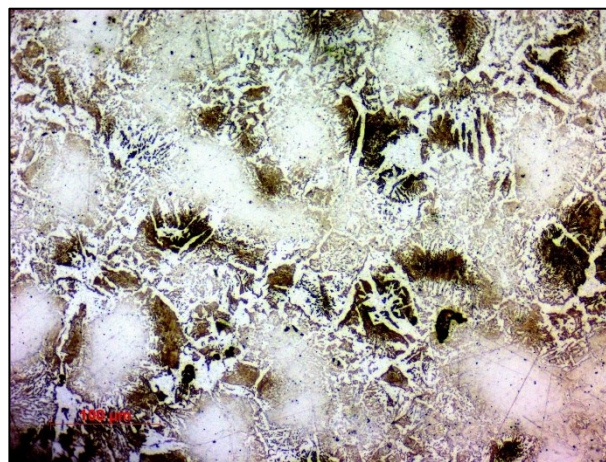


Figura 6. Microestructura de la probeta Fe + 1%wt grafito grueso + 5%wt Ni, comprimida a 700 MPa y sinterizada a 1290°C en atmósfera 1A, mostrando la formación de soluciones sólidas Fe-Ni.

Probetas Fe-Ni (48%wt Ni) prealeado + 1%wt grafito fino: Las probetas que contenían grafito fino y un prealeado Fe-Ni (48%wt Ni) mostraron una interesante variación en los fenómenos difusivos. En las probetas sinterizadas a 1120°C en el horno HC, no se observó una difusión significativa del carbono en la solución prealeada. Sin embargo, a 1290°C, se detectó la acumulación de carbono en los bordes de grano de la solución Fe-Ni, como se puede ver en la Figura 7. Este fenómeno fue corroborado mediante análisis químico por microscopía electrónica de barrido (SEM), que confirmó la ubicación preferencial del carbono en los límites de grano (Figura 8).

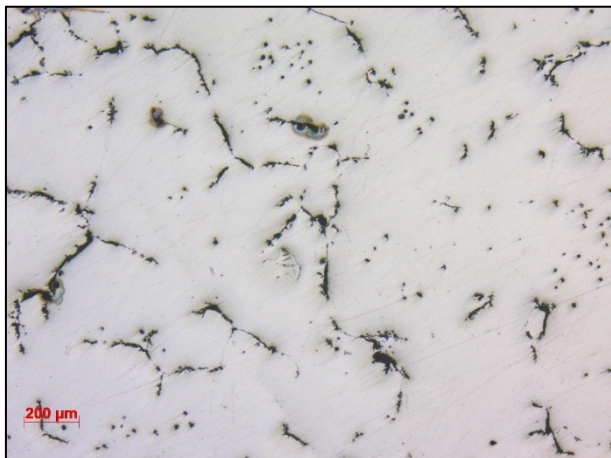


Figura 7. Microestructura de la probeta Fe-Ni + 1%wt grafito fino, sinterizada a 1290°C en atmósfera 1A, mostrando la colocación del carbono en los bordes de grano de la solución Fe-Ni.

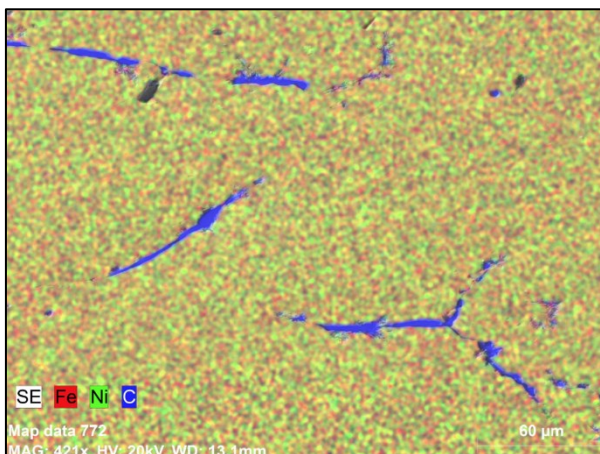


Figura 8. Análisis químico por SEM de la probeta Fe-Ni + 1%wt grafito fino, confirmando la acumulación de carbono en los bordes de grano.

Probetas Fe + 1%wt grafito grueso + 5%wt Ni + 3%wt Cu: En las probetas compactadas a 700 MPa y sinterizadas a 1290°C, se observaron zonas de martensita con retención de austenita (Figura 9). Esto sugiere que la presencia de Cu incrementa la templabilidad, favoreciendo la transformación martensítica en algunas regiones.

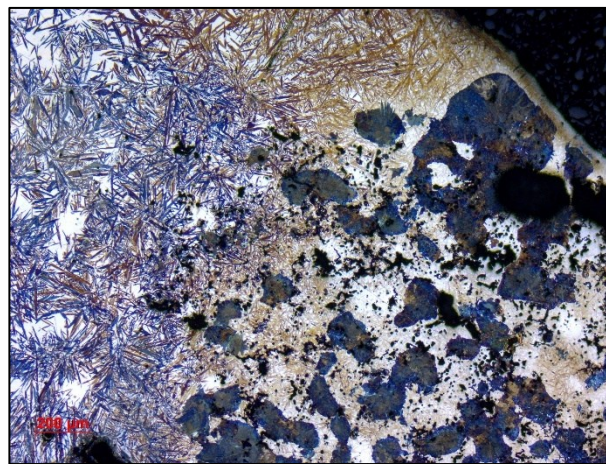


Figura 9. Microestructura de la probeta Fe + 1%wt grafito grueso + 5%wt Ni + 3%wt Cu, comprimida a 700 MPa y sinterizada a 1290°C en atmósfera 1A, mostrando la formación de martensita.

4.3. Sinterizado por Resistencia Eléctrica (ERS).

El ERS, al operar en tiempos extremadamente cortos y bajo una alta intensidad de corriente, mostró resultados contrastantes con respecto al sinterizado convencional. En general, se observó una buena consolidación de los polvos Fe-Ni-C-Cu sin fenómenos de difusión a corrientes de hasta 15 kA. A continuación, se detallan los resultados obtenidos en función de la intensidad de corriente utilizada.

Probetas Fe + 1%wt grafito grueso + 5%wt Ni + 3%wt Cu: En las probetas sinterizadas por ERS mediante el paso de 15 kA de corriente, se observó una consolidación adecuada sin la aparición de fenómenos de difusión o fusión. La Figura 10 muestra una presencia clara de Cu (color amarillo) no fundido. Se pueden deducir en consecuencia temperaturas alcanzadas menores a la temperatura de fusión del Cu (1080°C).

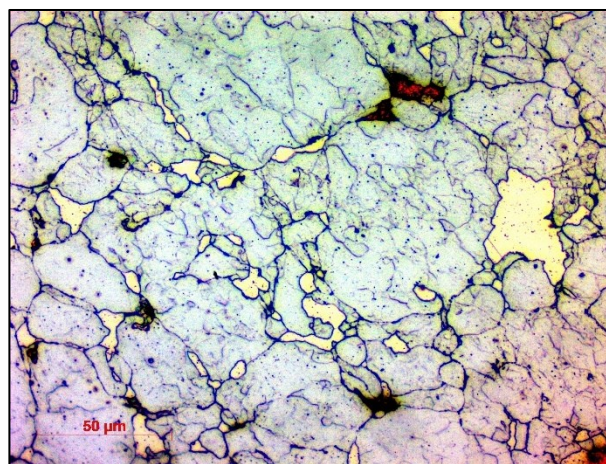


Figura 10. Microestructura de la probeta Fe + 1%wt grafito grueso + 5%wt Ni + 3%wt Cu, comprimida a 210 MPa y sinterizada por el paso de 15 kA de corriente, mostrando la ausencia de fenómenos difusivos significativos.

Probetas Fe + 1%wt grafito grueso (18 kA): El paso de 18 kA de corriente reveló una situación diferente. En esta condición, se observó un claro frente difusivo de carbono

en la matriz de Fe, lo que indica que el sistema alcanzó una temperatura suficientemente alta para permitir la difusión, e incluso la fusión parcial de la probeta (Figura 11). Se observó un crecimiento dendrítico de ledeburita, así como la formación de perlita con cementita primaria y ferrita en distintas zonas de la probeta, lo que sugiere que la temperatura máxima del sistema pudo haber superado, localmente, los 2400°C, como se estima en función de los frentes difusivos observados (Figura 11).

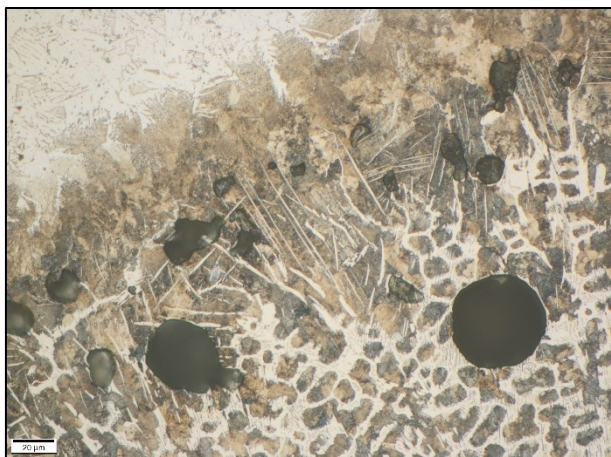


Figura 11. Microestructura de la probeta Fe + 1%wt grafito grueso, comprimida a 210 MPa y sinterizada por el paso de 18 kA de corriente, mostrando frentes difusivos y crecimiento dendrítico de ledeburita.

En general, los resultados del ERS muestran que la consolidación sin difusión es posible en corrientes de hasta 15 kA. Sin embargo, a 18 kA, el aumento excesivo de la temperatura provoca fenómenos de difusión y fusión, lo que subraya la importancia de un control preciso de la energía aplicada.

5. CONCLUSIONES.

Este estudio comparó las microestructuras obtenidas mediante sinterizado convencional y por Resistencia Eléctrica (ERS) en sistemas Fe-Ni-C-Cu, analizando fenómenos de difusión y consolidación.

5.1. Sinterizado convencional.

- El sinterizado a 1120°C mostró microestructuras de perlita y ferrita debido a la inhomogeneidad en la distribución del carbono (grafito grueso). Esto resalta la importancia de una distribución uniforme de los polvos para lograr microestructuras homogéneas y predecibles.
- A 1290°C, en probetas con 5%wt Ni, se observaron soluciones sólidas Fe-Ni, indicando una mayor difusión a mayores temperaturas. En probetas con prealeado Fe-Ni y grafito fino, se acumuló carbono en los bordes de grano a 1290°C, un fenómeno clave que explica la nula difusión del C en estos sistemas.

5.2. Sinterizado por Resistencia Eléctrica (ERS).

- El ERS permitió consolidar polvos Fe-Ni-C-Cu sin fenómenos de difusión atómica con corrientes de hasta 15 kA, lo que lo hace ideal para aplicaciones que requieren fases en mezcla estables o evitar difusión indeseada.

- Con 18 kA, se observaron frentes difusivos y fusión parcial, alcanzando temperaturas locales superiores a 2400°C. Este comportamiento subraya la necesidad de controlar la energía aplicada para evitar la difusión y fusión no deseada.

5.3. Efectos de los polvos y aplicaciones.

- La distribución de tamaño de los polvos, especialmente del grafito, fue determinante para la homogeneidad de las microestructuras. El grafito grueso no se distribuyó uniformemente y dificultó en consecuencia la formación de fases de equilibrio mientras que el cobre (3%wt Cu) aumentó la templabilidad, promoviendo la formación de martensita en algunas zonas.
- El ERS es una técnica prometedora para consolidar polvos sin difusión, ideal para materiales avanzados, mientras que el sinterizado convencional es más adecuado para procesos que requieren soluciones sólidas homogéneas y fases de equilibrio bien definidas.

En resumen, el ERS ofrece una rápida consolidación sin difusión, mientras que el sinterizado convencional proporciona una mayor estabilidad en la formación de fases de equilibrio. Ambos métodos tienen aplicaciones según los requisitos específicos de los materiales.

6. REFERENCIAS.

- [1]. J. M. Montes, F. G. Cuevas, J. Cintas, y P. Urban, «A One-Dimensional Model of the Electrical Resistance Sintering Process», *Metall Mater Trans A*, vol. 46, n.º 2, pp. 963-980, feb. 2015, doi: 10.1007/s11661-014-2643-0.
- [2]. J. M. Montes, F. G. Cuevas, F. Ternero, R. Astacio, E. S. Caballero, y J. Cintas, «Medium-Frequency Electrical Resistance Sintering of Oxidized C.P. Iron Powder», *Metals*, vol. 8, n.º 6, Art. n.º 6, jun. 2018, doi: 10.3390/met8060426.
- [3]. E. Colombini, R. Rosa, L. Trombi, M. Zadra, A. Casagrande, y P. Veronesi, «High entropy alloys obtained by field assisted powder metallurgy route: SPS and microwave heating», *Materials Chemistry and Physics*, vol. 210, pp. 78-86, may 2018, doi: 10.1016/j.matchemphys.2017.06.065.
- [4]. K. R. Rao y S. K. Sinha, «Effect of sintering temperature on microstructural and mechanical properties of SPS processed CoCrCuFeNi based ODS high entropy alloy», *Materials Chemistry and Physics*, vol. 256, p. 123709, dic. 2020, doi: 10.1016/j.matchemphys.2020.123709.
- [5]. S.-H. Joo *et al.*, «Structure and properties of ultrafine-grained CoCrFeMnNi high-entropy alloys produced by mechanical alloying and spark plasma sintering», *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 698, pp. 591-604, mar. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.12.010.