

# Evolución de la microestructura en aleaciones de acero inoxidable Fe-Cr preparadas por pulvimetalurgia

Armando Sarmiento Santos \*

Recibido:  
Abril 20 de 2010

Aceptado:  
Noviembre 12 de 2010

## Resumen

*Se estudia la influencia de los procesos utilizados durante las etapas de preparación de muestras por pulvimetalurgia, en algunas de las características de aleaciones inoxidables de Fe-Cr. Para ello se preparan muestras Fe-Cr con concentraciones de cromo entre 13,9 y 28,4 % en peso, se correlaciona el comportamiento de la variación de densidad de las muestras con su contenido de cromo y con los parámetros del proceso. Las muestras se someten a análisis elemental con la microsonda de rayos X acoplada al microscopio electrónico de barrido para corroborar los correspondientes contenidos de cromo. También fue observada la microestructura para las muestras con diferentes concentraciones de cromo. A partir de los análisis realizados se encontró una mayor densificación en las muestras con mayores contenidos de cromo, las cuales corresponden a una distribución de tamaño de partícula más ancha. Del estudio de la microestructura de las muestras, en función del contenido de cromo, se observa un mayor crecimiento de grano y menor porosidad en muestras con menor contenido de cromo.*

**Palabras clave:** pulvimetalurgia, aleaciones inoxidables, cromo.

## Abstract

*The influence of the processes used during the stages of sample preparation by powder metallurgy, in some of the characteristics of Fe-Cr stainless alloys, are studied. For this will prepared Fe-Cr samples with chromium concentrations between 13.9 and 28.4% by weight. The behavior of the density variation of samples with chromium content and process parameters were correlated. The samples were subjected to elemental analysis with X-ray microprobe coupled to a scanning electron microscope to confirm the relevant contents of chromium. Microstructure was also observed for samples with different chromium concentrations. From the analysis, we found a higher density in samples with higher chromium contents, which correspond to a wider particle size distribution. The study of samples microstructure, as a function of chromium content, reveals a higher grain growth and lower porosity in samples with lower chromium content.*

**Keywords:** powder metallurgy, stainless alloys, chromium.

\*Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia-FCB-GSEC-Escuela de Física-Avenida Central del Norte-Tunja-Boyacá-Colombia  
E-mail: asarmiento.santos@uptc.edu.co

## 1. Introducción

El renacimiento de la pulvimetalurgia se presenta en 1930, cuando se consiguen las condiciones para la fabricación de piezas de hierro, a partir de hierro carbonila y de aceros homogéneos por la adición de carbono, en forma de carbón de leña, grafito o coque. Una de las grandes ventajas de la pulvimetalurgia, es poder producir componentes acabados con una homogeneidad y precisión dimensional superior a la obtenible por otras técnicas, a menor costo, debido principalmente a la economía de las materias primas, energía y a la ausencia o pocos requerimientos de operaciones de maquinado final de la pieza, siendo para algunos productos la única posibilidad para su fabricación como lo es el caso de los metales duros [1]. Uno de los principales usuarios de piezas producidas por pulvimetalurgia es la industria automovilística, con un promedio de más de 5 kg de piezas por auto en Europa y más de 10 kg/ auto en EEUU [2]. Otros sectores importantes son los fabricantes de electrodomésticos, equipos eléctricos portátiles y máquinas de coser, grandes consumidores de pequeñas piezas mecánicas, equipos de escritorio: computadores, impresoras, escáneres, calculadoras, fotocopiadoras; la industria de filtros, del metal duro, de metales refractarios, de frenos y embragues, piezas magnéticas, contactos eléctricos, entre otras. Es el interés del presente trabajo analizar la influencia de los procesos utilizados en las diferentes etapas seguidas en pulvimetalurgia en algunas de las características de aleaciones inoxidables de Fe-Cr. Para ello se preparan muestras Fe-Cr con concentraciones de cromo entre 13,9 y 28,4 % en peso, se observa el comportamiento de la densidad de las muestras y se discute su variación como una consecuencia del contenido de cromo, y de los parámetros del proceso. También se presenta la evolución de la granulometría con relación al contenido de cromo de las aleaciones.

## 2. Procedimiento experimental

Las aleaciones de Fe-Cr fueron preparadas mezclando polvo de hierro carbonila serie CL de la BASF, con un 99,5% de pureza en peso y un tamaño medio de partícula de 10  $\mu\text{m}$ , con polvo de la aleación de Fe-Cr serie LCFC-TR-74xD, de la F.W. Winter & Co, del 74% de contenido de cromo. La aleación de Fe-Cr fue tamizada para utilizar las partículas con tamaño inferior a 45  $\mu\text{m}$ . Las proporciones de los dos materiales particulados fueron variadas con el fin de preparar aleaciones de Fe-Cr con contenidos de cromo de 0, 12, 18, 23 y 28 % en peso. A cada mezcla calculada de Fe carbonila y la aleación de Fe-Cr inicial se le adicionó 0,6 % en peso de estearato de zinc para facilitar la extracción de la muestra de la matriz después de compactada [3]. Los tres constituyentes para cada composición de cromo, fueron mezclados en un homogeneizador rotativo en forma de "Y" a una velocidad de 45 rpm durante una hora. De la mezcla homogénea fueron preparadas las muestras por compactación, utilizándose una matriz cilíndrica de doble efecto fabricada en material duro, con diámetro de 9,5 mm. Para compactar las muestras se utilizó una presión de 400 MPa, obteniéndose muestras de alturas entre 3,5 y 4,5 mm. Seguidamente, se procedió a la remoción del lubricante (estearato de zinc) del material compactado, para ello se utilizó un horno de calentamiento resistivo y cámara tubular de alúmina en el cual se estableció una atmósfera controlada con flujo de hidrógeno a 1 atm de presión. A una tasa de calentamiento de 4  $^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ , se elevó la temperatura hasta 500  $^{\circ}\text{C}$  y se dejó transcurrir un tiempo de media hora para permitir la remoción del estearato de zinc. Retirado el material lubricante, las muestras se continuaron calentando en las mismas condiciones anteriores, hasta alcanzar la temperatura de sinterización (1300  $^{\circ}\text{C}$ ) [4] en la cual se permaneció por un período de 4 horas.

Evolución de la microestructura en aleaciones de acero inoxidable Fe-Cr preparadas por pulvimetalurgia

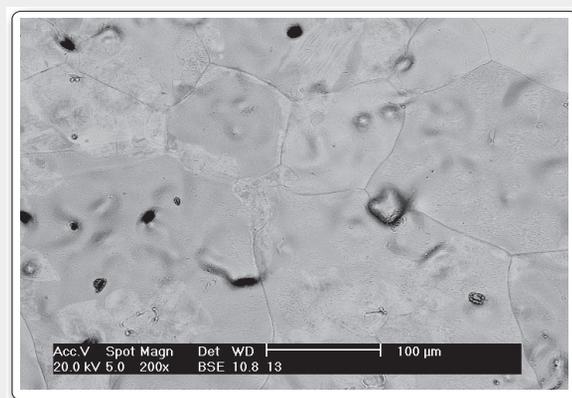
El contenido de cromo fue medido con la microsonda de energía dispersiva de rayos-X, acoplada al microscopio electrónico, directamente sobre la superficie de las aleaciones, para las diferentes composiciones de cromo. La microestructura del perfil de las aleaciones fue observada con el microscopio electrónico de barrido, después de la preparación metalográfica y ataque químico con el reactivo Vilella (45 ml glicerol+15 ml HNO<sub>3</sub>+30 ml HCl [5]).

La densidad de las muestras sinterizadas fue medida a través de la masa de la muestra, determinada con una balanza de 0,0001 g de resolución y su respectivo volumen calculado a partir de las dimensiones geométricas medidas con un micrómetro. Este procedimiento se realizó en cinco muestras de cada composición.

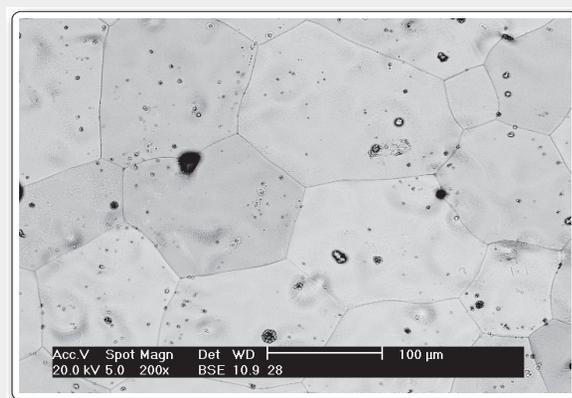
### 3. Resultados y discusión

Las imágenes de electrones retrodispersados obtenidas por SEM, son mostradas en la figura 1 para las composiciones de 13,9 y 28,4% de cromo después de sinterizadas en el horno resistivo. En cada imagen se puede apreciar la buena homogeneidad de las aleaciones, y la microestructura compuesta por granos de la fase ferrítica, formados durante el proceso de sinterización y poros redondeados que verifican el avanzado estado de sinterización alcanzado. Para las demás composiciones de cromo, se observó una microestructura superficial similar. Con la microsonda de energía dispersiva de rayos X se realizaron medidas de la composición de cromo en cada una de las aleaciones, después de sinterizadas en el horno resistivo, tomándose los valores más alto y más bajo de cada composición. En la tabla 1, se presentan los valores medidos. Las composiciones de cromo son próximas a las composiciones diseñadas, lo que evidencia una buena homogenización de la aleación en todas las composiciones de cromo preparadas.

Figura 1. Microestructura de las aleaciones de Fe-Cr (a) 13,9% y (b) 28,4% de cromo en peso (los poros corresponden a las regiones más oscuras de la micrografía).



(a)



(b)

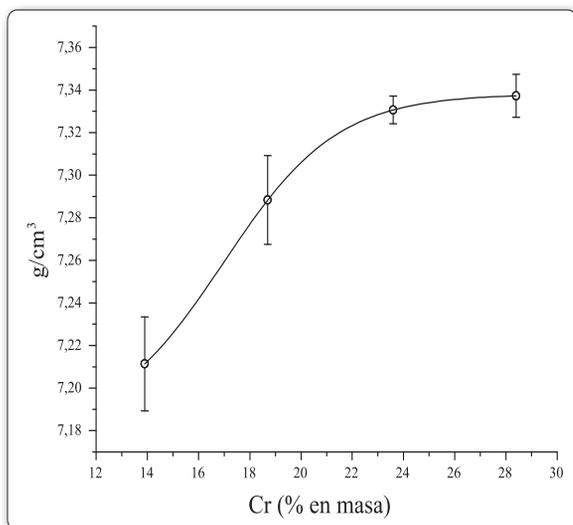
Tabla 1. Contenidos de cromo medidos con la microsonda de energía dispersiva de rayos X en la superficie de las aleaciones.

Posición	%Cr(en peso)			
	Composición 1	Composición 2	Composición 3	Composición 4
Máx.	14,1	18,9	23,8	28,7
Mín.	13,7	18,5	23,3	28,1
Promedio	13,9	18,7	23,6	28,4

En la figura 2, se presenta el comportamiento de la densidad (g/cm<sup>3</sup>) de las aleaciones de Fe-Cr, después de sinterizadas, en función del contenido de cromo. La densidad aumenta en el mismo sentido que el contenido de cromo, lo cual se debe a la mayor densificación alcanzada por el material después de compactado, por tenerse una distribución de partículas más ancha cuando se aumenta el porcentaje de material más grueso [1].

En realidad, el porcentaje de material más grueso aumenta con el contenido de cromo el cual corresponde al polvo de la aleación de Fe-Cr que debe adicionarse cuando se desea mayor contenido de cromo en la aleación. La mayor densificación se evidencia en la menor presencia de porosidad en las muestras con mayor contenido de cromo de la figura 1.

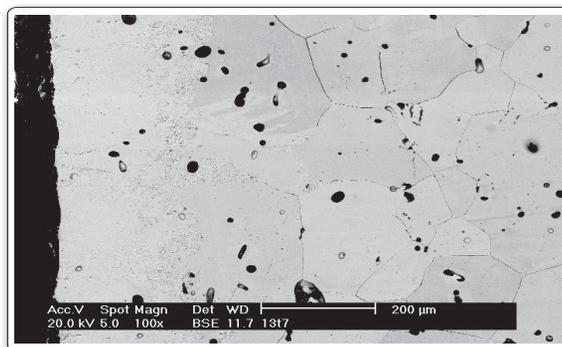
Figura 2. Densidad de las muestras de Fe-Cr en función del contenido de cromo.



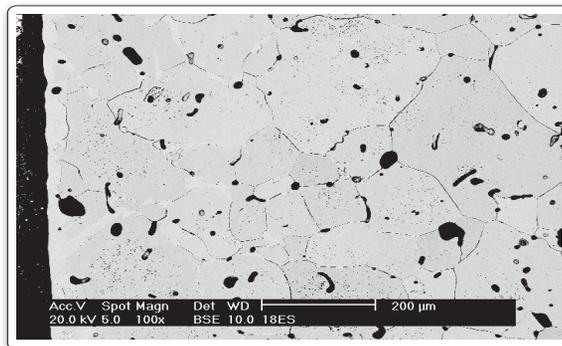
Para concentraciones de cromo superiores 24%, en la figura 2, se insinúa una saturación la cual puede explicarse debido a que la densificación alcanzada durante la compactación no se altera por la presencia del material más fino (Fe carbonila). De hecho el material más fino, por estar en cantidades pequeñas, puede ubicarse entre las partículas grandes de la aleación de Fe-Cr sin llenar totalmente sus espacios intergranulares y compactándose como si éste estuviese ausente.

En la figura 3, se muestran las micrografías del perfil de las aleaciones de Fe-Cr para los diversos contenidos de cromo. Puede observarse una disminución del tamaño de grano con el aumento del contenido de cromo. Esto se debe a la mayor dificultad de difusión del cromo cuando se encuentra en mayor cantidad en la aleación de Fe-Cr [6].

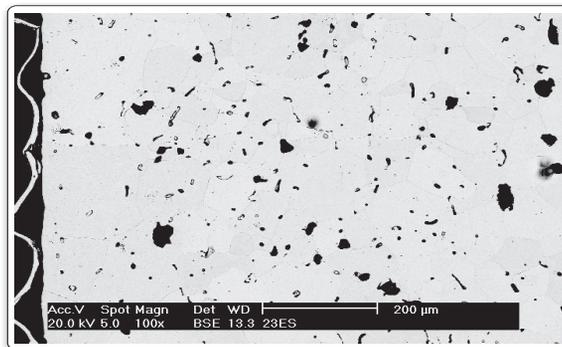
Figura 3. Microestructura del perfil de las aleaciones de Fe-Cr después de preparadas metalográficamente: (a) 13,9%, (b) 18,7%, (c) 23,6% y (d) 28,4% de cromo en peso.



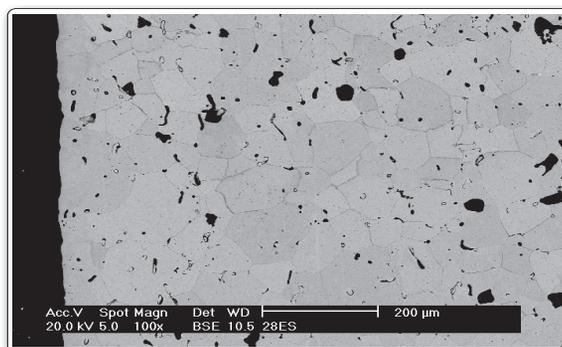
(a)



(b)



(c)



(d)

## 4. Conclusiones

Se prepararon aleaciones de Fe-Cr homogéneas con contenidos de cromo entre 13,9 y 28,4% en peso. Las aleaciones presentan un aumento de la densidad y una disminución del tamaño de grano con el contenido de cromo, debido a la mayor densificación alcanzada durante el proceso de compactación en el material con distribución de tamaño de grano mayor y a la mayor dificultad para difundirse del cromo aleado con hierro cuando se presenta en mayores cantidades, respectivamente.

## Bibliografía

- [1] Thümmeler, F., Oberacker, R., Introduction to Powder Metallurgy, The Institute of materials, London, 1993.
- [2] Zapata Contreras, Walter, Metalurgia-ABM, 43, 361, 880-890, 1987.
- [3] German, R. M., Powder Metallurgy Science. 2a ed., Metal Powder Federation, 1994.
- [4] German, R. M., Sintering Theory and Practice, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1996.
- [5] Petzow, G., Metallographic Etching, American Society for Metals, 1978.
- [6] Brandes, E. A., Brook, G. B., Editors, Smithells Metals Reference Book, Seventh Edition, Great Britain, 1992.