

## Efecto del boro en la sinterización de un acero inoxidable ferrítico(\*)

J.A. Cabral-Miramontes\*, J.D.O. Barceinas-Sánchez\*\*, L. Vélez-Jacobo\*\*,  
A. Martínez-Villafañe\* y J.G. Chacón-Nava\*

### Resumen

En este trabajo se analiza el efecto del boro sobre la densidad del acero inoxidable ferrítico 409Nb en el proceso de sinterización. La finalidad de adicionar boro es promover la formación de una fase líquida durante la sinterización, a una temperatura por debajo de 1.200 °C. Las adiciones de boro variaron entre 0,0 y 1,5 % en peso. Las muestras se compactaron a 700 MPa y las sinterizaciones se realizaron a 1.075 y 1.150 °C, durante 60 min en una atmósfera de hidrógeno, calentando a una velocidad de 20 °C/min. La densidad se determinó por el método de Arquímedes y las muestras se analizaron en el microscopio electrónico de barrido. Este trabajo muestra la dependencia de la densidad del acero y morfología de la microestructura, en función del contenido de boro y la temperatura de sinterización.

### Palabras clave

Acero inoxidable ferrítico; Boro; Fase líquida; Pulvimetalurgia. Sinterización.

## Effect of boron on sintering of a ferritic stainless steel

### Abstract

This work studies the effect of boron on the density of a 409Nb ferritic stainless steel obtained by powder metallurgy during the process of sintering. The purpose of adding boron is to promote the formation of a liquid phase during sintering at temperatures below 1200 °C. The boron contents varied from 0.0 to 1.5%wt. Specimens were compacted at 700MPa, and sintering was made at 1075 and 1150 °C during 60 minutes under a hydrogen atmosphere, using a heating rate of 20 °C/min. Density values were determined by the Archimedes method, and the samples were analyzed using scanning electron microscopy. This work shows the dependence of the steel density and morphology of the microstructure as a function of boron content and the temperature of sintering.

### Keywords

Ferritic stainless steel; Boron; Liquid phase; Powder metallurgy; Sintering.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidables ferríticos manufacturados por pulvimetalurgia se utilizan en aplicaciones donde se requiere comportamiento magnético, buena conductividad térmica y alta resistencia a la fatiga en ciclos térmicos<sup>[1]</sup>. La etapa más importante del proceso, para estos aceros, es la sinterización, la cual es algo más compleja que para otros materiales, debido a que existe una delgada capa de óxido de cromo en la superficie de las partículas que impide tener un buen contacto entre éstas evitando, con esto, la densificación de las piezas<sup>[2]</sup>. Muchos metales requieren protección contra la oxidación, ya que los óxidos y otros contaminantes

obstaculizan la difusión en las uniones y el desarrollo de propiedades adecuadas<sup>[1-5]</sup>. Atmósferas adecuadas de sinterización remueven lubricantes y aglutinantes usados en el prensado. Así, una atmósfera reductora, no únicamente proporciona protección contra la oxidación sino que puede reducir, por ejemplo, óxidos de hierro existentes, debido a la reacción  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2 \rightarrow 2\text{Fe} + 3\text{H}_2\text{O}$  <sup>[5]</sup>. Una sinterización eficiente garantiza alcanzar una alta densidad, incluso, utilizando un polvo compactado y sinterizado en forma convencional<sup>[6-8]</sup>.

El boro se adiciona a los polvos de aceros inoxidables para disminuir su temperatura de sinterización, debido a la formación de una fase líquida (eutéctico) <sup>[3, 4 y 9-13]</sup>. El diagrama de fase binario Fe-B <sup>[14 y 15]</sup>

(\*) Trabajo recibido el día 5 de noviembre de 2007 y aceptado en su forma final el día 22 de febrero de 2008.

\* Centro de Investigación en Materiales Avanzados S. C., (CIMAV). Miguel de Cervantes 120, Complejo Industrial Chihuahua, Chihuahua, Chih., México. C.P. 31109. Tel. 52 (614) 439-1100.

\*\* Centro de Tecnología Avanzada, (CIATEQ). Av. Manantiales 23-A, Parque Industrial Bernardo Quintana. El Marques, Qro., México. C.P. 76246. Tel. 52 (442) 196-1500 Ext. 4122.

(Fig. 1 a)), muestra la existencia de un intermetálico  $Fe_2B$ , el cual forma un compuesto eutéctico con el hierro, a  $1.174\text{ }^\circ\text{C}$  y un contenido aproximado de 4 % en peso de boro<sup>[6 y 15]</sup>. La, prácticamente nula, solubilidad del boro en el hierro hace que, una vez que el eutéctico se forma y funde, este prevalezca mientras que la temperatura sea mayor de  $1174\text{ }^\circ\text{C}$ . La solubilidad unipolar resulta en la segregación de una capa rica en boro, al principio de la sinterización, en la superficie de las partículas y a lo largo de los límites de grano<sup>[6]</sup>. En otras palabras, al no saturarse el líquido, éste, no desaparece. En general, al incrementar la adición de boro se incrementa la cantidad de eutéctico (líquido), lo que en principio resulta en densidades de sinterizado altas<sup>[6 y 10]</sup>.

Por otra parte, el cromo desplaza las temperaturas de transformación de fase hacia valores mayores y reduce el contenido de carbono del eutectoide y, por lo tanto, disminuye el campo de existencia de la austenita. Otros elementos que se comportan de manera similar son el Al, Be, Mo, P, Si, Sn, W y V, los cuales tienden a estabilizar la fase hierro mediante la formación de soluciones sólidas<sup>[16]</sup>.

En la figura 1 b) se presenta el diagrama de fases binario Cr-B<sup>[14 y 15]</sup>, en el que se observa la formación de un eutéctico Cr- $Cr_2B$  a una temperatura de  $1.630\text{ }^\circ\text{C}$  y un contenido de boro de, aproximadamente, 3,1 % en peso. Así mismo, el boro tiene una solubilidad prácticamente nula en el cromo.

En ambos diagramas puede apreciarse que los puntos eutécticos no tienen la misma temperatura de fusión. Por lo general, en los diagramas de fase binarios, el punto eutéctico con la temperatura de fusión menor, se encuentra cerca del componente con la tempe-

ratura de fusión menor<sup>[16]</sup>. Cuando se agregan pequeñas cantidades de un tercer elemento (en este caso boro) a un sistema binario se producen desplazamientos de las líneas y puntos del correspondiente diagrama de fases. Si dicha aleación posee puntos eutécticos, el tercer elemento hará que estos se desplacen hacia una temperatura menor y un contenido mayor del componente que se suben fría más fácilmente<sup>[16]</sup>.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se utilizó como material base polvo de acero inoxidable 409Nb (Coldstream) atomizado con agua, y polvos de ferrocromo y ferroboro (F. W. Winter & Co). La composición química y las propiedades físicas (proporcionadas por el proveedor) de los polvos utilizados se ofrecen en la tabla I.

Se prepararon 6 mezclas en las que se varió el contenido de boro y se adiciono 2,5 % en peso de cromo, estudiando, además, una muestra del acero inoxidable sin adiciones de boro como referencia. La composición química de las mezclas así como su nomenclatura se presenta en la tabla II.

Las mezclas se prepararon en un mezclador de doble cono, a una velocidad de giro de 20 rpm y tiempo de mezclado de 30 min<sup>[11]</sup>. A todas las mezclas se les adiciono 1 % en peso de estearato de zinc (Blachford) como lubricante<sup>[17]</sup>. Las muestras fueron compactadas a una presión de 700 MPa<sup>[18]</sup>, utilizando un molde cerrado de geometría cilíndrica hueca, con un diámetro exterior de 13,40 mm y un diámetro interior de 8,60 mm, sin lubricación en las paredes. La

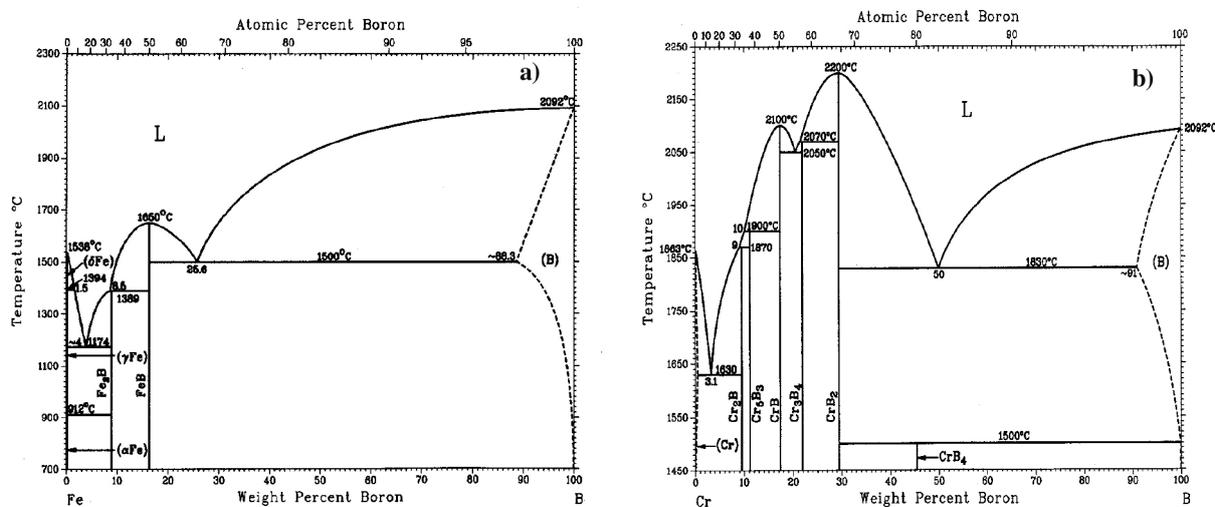


Figura 1. a) Diagrama de fases del sistema Fe-B, b) Diagrama de fases del sistema Cr-B.

Figure 1. a) Fe-B phase diagram, b) Cr-B phase diagram.

**Tabla I.** Composición química y propiedades físicas de los polvos

*Table I. Chemical composition and physical properties of the powders*

	Composicion (% peso)							Densidad aparente	Flujo
	Fe	Cr	B	C	S	Nb	Si	(g/cm <sup>3</sup> )	Seg/50g
409Nb	87,52	10,9	—	0,01	0,01	0,53	0,9	3,06	26,2
Fe-Cr	24,93	74,0	—	0,03	0,02	—	1,0	4,11	—
Fe-B	79,67	—	18,98	0,35	0,005	—	0,82	1,44	—

	Granulometria (%)						
	-60+80	-80+100	-100+150	-150+200	-200+250	-250+325	-325
409Nb	0,03	0,19	7,26	31,92	11,99	24,65	23,96
Fe-Cr	100	—	—	—	—	—	15 max
Fe-B	—	—	—	—	—	0,01	99,99

**Tabla II.** Composición química de las muestras sinterizadas

*Table II. Chemical composition of the sintered samples*

Muestra	Cr (% peso)		B (% peso)				
	13.4	0.0	0.35	0.5	1.0	1.1	1.5
Fe134Cr0.0B							
Fe134Cr0.35B							
Fe134Cr0.5B							
Fe134Cr1.0B							
Fe134Cr1.1B							
Fe134Cr1.5B							

sinterización se realizó en un horno tubular horizontal con atmósfera de hidrógeno; esta atmósfera se utiliza para reducir la capa de óxido de cromo de las partículas del polvo de acero inoxidable ya que, debido al proceso de fabricación (atomización con agua) éstas, se oxidan, además, de que el boro posee una alta afinidad por el oxígeno y el nitrógeno<sup>[19 y 20]</sup>. Se utilizaron 2 ciclos de sinterización: ciclo 1 = 1.075 °C, durante 60 min, y ciclo 2 = 1.150 °C durante 60 min con velocidades de calentamiento de 20 °C/min; ya que el ciclo 2 es el que comúnmente se utiliza en la industria para la sinterización en fase líquida<sup>[21]</sup>. La

densidad de las muestras en verde se determinó por la medición del peso y el volumen, mientras que la densidad de las piezas sinterizadas se obtuvo por el método de Arquímedes siguiendo los lineamientos de la norma ISO 3369<sup>[22]</sup>.

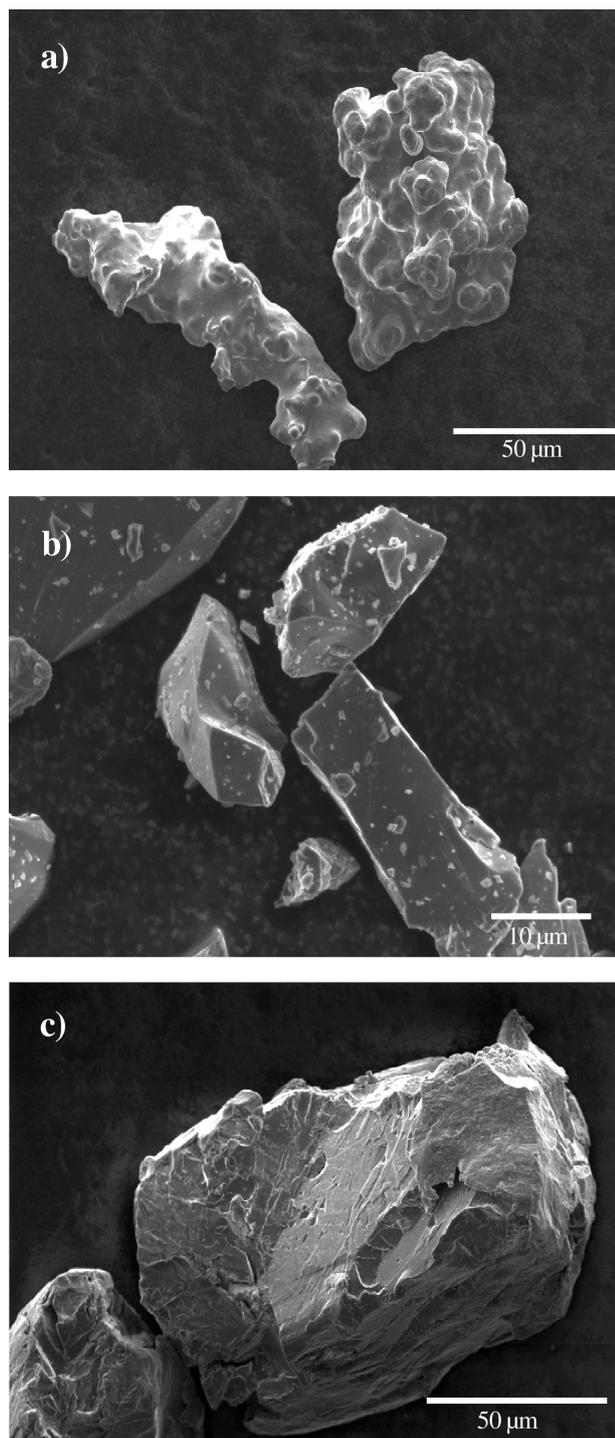
A las muestras, con contenidos de boro de 0,35 y 1,5, se les realizó un análisis termogravimétrico (DTA-TGA) en atmósfera de argón, ya que por cuestiones de diseño este equipo no puede utilizar atmósferas base hidrógeno. La velocidad de calentamiento fue 20 °C/min, hasta una temperatura de 1.250 °C. Los difractogramas de los polvos se obtuvieron con un equipo SIEMENS D5000 con radiación de cobre Cu-K $\alpha_1$ , con parámetro de operación de 34 KV y 28mA. El intervalo del ángulo de barrido empleado fue de 40 a 100°.

Las muestras más representativas de las sinterizaciones fueron cortadas, montadas y preparadas metalográficamente para su análisis en un microscopio electrónico de barrido marca JEOL JSM-5800LV.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Caracterización de los polvos iniciales

En la figura 2 se presentan las micrografías de los polvos utilizados. Puede observarse que las partículas del polvo de acero inoxidable 409Nb son irregulares y con protuberancias redondeadas. Las partículas de



**Figura 2.** Micrografías de los polvos iniciales. a) Acero inoxidable 409Nb, b) Fe-B y c) Fe-Cr.

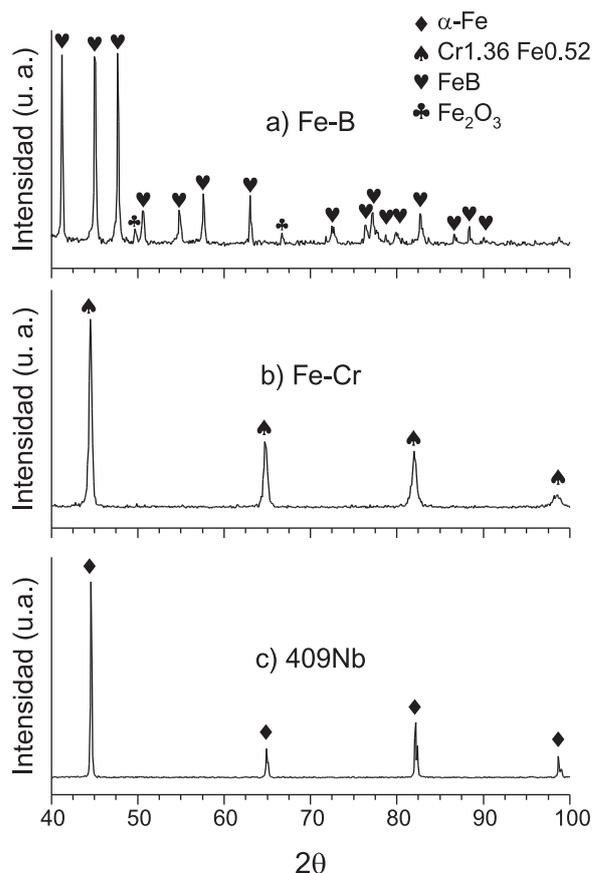
*Figure 2. Micrographs of initial powders. a) 409Nb stainless steel, b) Fe-B and c) Fe-Cr.*

ferrocromo muestran un tamaño mayor que las del acero inoxidable y una forma irregular. Las partículas de ferroboro tienen bordes agudos, forma irregular y un tamaño menor que las del acero inoxidable y ferrocromo.

La figura 3 muestra los difractogramas de los polvos iniciales, notando que los polvos de Fe-B están compuestos en su mayoría por FeB y pequeñas cantidades de  $Fe_2O_3$ . El polvo de Fe-Cr está compuesto por una mezcla de  $Cr_{1.36}Fe_{0.52}$  y  $Cr_{0.7}Fe_{0.3}$ . En el polvo de acero inoxidable 409Nb se observa la presencia de  $\alpha$ -Fe.

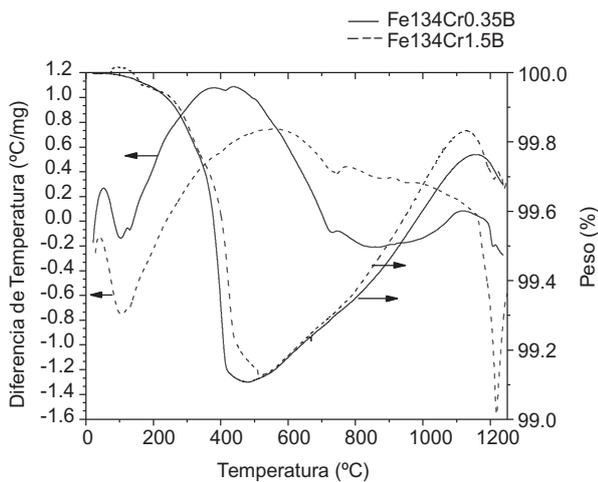
### 3.2. Análisis termogravimétrico

En la figura 4 se muestran los termogramas DTA-TGA para las aleaciones Fe134Cr0.35B y Fe134Cr1.5B. Se observa la pérdida de peso correspondiente a la descomposición de la parte orgánica (lubricante) de estas muestras, así como la pérdida de humedad al inicio del calentamiento. Para ambas aleaciones, es evidente que ocurren cambios de fase en el intervalo de temperatura de 720-950 °C, el cual depende de la composición química del acero<sup>[23]</sup>.



**Figura 3.** Difractogramas de los polvos. a) Fe-B, b) Fe-Cr y c) acero inoxidable 409Nb.

*Figure 3. X-ray spectrum of powders. a) Fe-B, b) Fe-Cr and c) 409Nb stainless steel.*



**Figura 4.** Termográmata DTA-TGA de las mezclas Fe134Cr0.35B y Fe134Cr1.5B.

*Figure 4. DTA-TGA plots for mixtures Fe134Cr0.35B and Fe134Cr1.5B.*

En ambas muestras se observan picos endotérmicos, los cuales indican la formación de líquido a 1.209 y 1.218 °C, respectivamente. El incremento en la temperatura de fusión puede ser atribuido a la presencia de elementos sustitucionales, tales como el cromo y molibdeno,<sup>[24]</sup> y a la presencia de la atmósfera de argón, la cual es inerte y no provoca la reducción de la capa de óxido de las partículas. Además, esta atmósfera no es efectiva en la remoción del lubricante<sup>[25]</sup>.

Los resultados muestran, claramente, la formación de líquido en el intervalo de temperaturas de 1.150-1.250 °C debido, en gran parte, al contacto existente entre las partículas de acero inoxidable

409Nb y el boro. La presencia de esta fase líquida mejora la sinterización y es la principal razón de los altos índices de densificación a temperaturas menores que 1.174 °C, como lo muestran los resultados de densidad (Tabla III). Sin embargo, la sinterización se realizó a una temperatura más baja debido a que la sinterización en fase líquida se realiza a 70-90 % del valor de la temperatura de fusión del componente principal<sup>[1 y 3]</sup>.

### 3.3. Densidad

En la tabla III se presentan los resultados de densidad de sinterización, densidad relativa y cambios dimensionales de las diferentes mezclas bajo estudio. En lo que concierne a los cambios dimensionales, la mayoría de las mezclas presentaron mínima contracción a la temperatura de 1.075 °C; sólo, la muestra Fe134Cr1.5B sufre dilatación a esta temperatura. En la tabla III se observa que todas las muestras sufrieron contracción a 1.150 °C. Todos los especímenes muestran una contracción menor cuando se sinterizan a 1.075 °C, pero muestran contracciones mayores cuando se sinterizan a 1.150 °C.

En general, se observó que cuando la temperatura de sinterización se incrementa, la mayoría de las muestras adquieren una mayor densidad a excepción de la mezcla con 1 % de boro. Cuando se sinteriza a ambas temperaturas todas las muestras mantienen una densidad relativa por encima de 0,90. Para todas las mezclas que contienen boro, se observó que la densidad aumenta cuando la temperatura se incrementa de 1.075

**Tabla III.** Resultados de densidad de sinterización ( $\rho_s$ ), densidad relativa ( $\rho_r$ ) y cambio dimensional ( $\Delta L$ ).

*Table III. Results of sintered density ( $\rho_s$ ), relative density ( $\rho_r$ ) and dimensional change ( $\Delta L$ ).*

Mezcla	Ciclo 1 = 1.075 °C/60 min.			Ciclo 2 = 1.150 °C/60 min.		
	$\rho_s$ , (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_r$	$\Delta L$ (%)	$\rho_s$ , (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_r$	$\Delta L$ (%)
Fe134Cr0.0B	7.08	0.93	-0.80	7.10	0.94	-1.60
Fe134Cr0.35B	6.87	0.92	-0.74	7.12	0.95	-2.09
Fe134Cr0.5B	6.88	0.92	-0.74	7.14	0.95	-2.09
Fe134Cr1.0B	6.99	0.94	-0.82	6.92	0.93	-1.45
Fe134Cr1.1B	6.71	0.91	-0.13	6.93	0.94	-1.26
Fe134Cr1.5B	6.59	0.90	2.84	6.90	0.94	-1.51

a 1.150 °C, siendo esta mejora más notoria en las muestras con 0,35 y 0,5 % de boro.

Se observa que para el ciclo de mayor temperatura (1.150 °C) y para todos los contenidos de boro, la densidad relativa se encuentra en el intervalo de 0,93 a 0,95 (6,93 a 7.14 g/cm<sup>3</sup>), lo cual indica que tanto la temperatura como el contenido de boro tienen un efecto benéfico en la sinterización. Sin embargo, la densidad tiene un valor más bajo cuando el contenido de boro es de 1,5 % y se sinteriza a una temperatura de 1.075 °C, pero aun este valor se encuentra en 0,90 (6,59 g/cm<sup>3</sup>) de la densidad relativa, lo cual no es despreciable para los aceros inoxidable sinterizados<sup>[4]</sup>. La densidad piezas de acero inoxidable compactadas y sinterizadas de manera convencional se encuentran generalmente en el rango de 6,5-7,2 g/cm<sup>3</sup><sup>[1 y 13]</sup>.

El análisis de las mezclas sinterizadas a 1.150 °C, permite establecer que el contenido de boro óptimo está situado en 0,5 % y que su efecto sobre la densidad es mayor debido al alto contenido de cromo y la presencia de carbono, el cual, también mejora la sinterización en fase líquida por la formación de líquido adicional<sup>[26]</sup>. Es sabido que el cromo estabiliza la fase  $\alpha$  del hierro, en la que la difusividad volumétrica del boro a 910 °C es 300 veces mayor que en la fase  $\gamma$ . La fase  $\alpha$  normalmente es inestable a las temperaturas usuales de sinterización de 1.000 a 1.300 °C<sup>[1]</sup>, pero si se logra su estabilización a altas temperaturas es posible que la difusión de solutos intersticiales (como el boro) mejore, por lo que cualquier otro fenómeno, tal como la formación de un intermetálico, ocurrirá más rápidamente. Además, las adiciones de boro a aleaciones de cromo dan como resultado cambios en el tamaño de grano, tipo de microestructura y forma del poro<sup>[6 y 27]</sup>.

El carbono activa, también, la sinterización del acero debido a la difusividad del carbono y del boro. La adición de carbono promueve la aparición de intermetálicos a bajas temperaturas, en el sistema Fe-B. Sin embargo, se ha reportado que el carbono reduce la densidad de sinterizado, alcanzando máxima densidad a un contenido de 0,3% de carbono. Un alto contenido de carbono reduce la eficacia de la adición del boro. Sin embargo, un aumento posterior en el contenido de carbono aumenta la densidad del sinterizado nuevamente<sup>[19]</sup>.

La presencia de niobio dentro de las mezclas, también podría tener algún efecto en este sentido ya que, además de formar algunos precipitados, el niobio es también un gran estabilizador de la fase ferrítica del hierro<sup>[28 y 29]</sup>. En este estudio, la densificación de las mezclas estuvo asociada con la formación de la fase líquida que, a su vez, dependen de la composición química, principalmente, del contenido de boro, carbono y cromo.

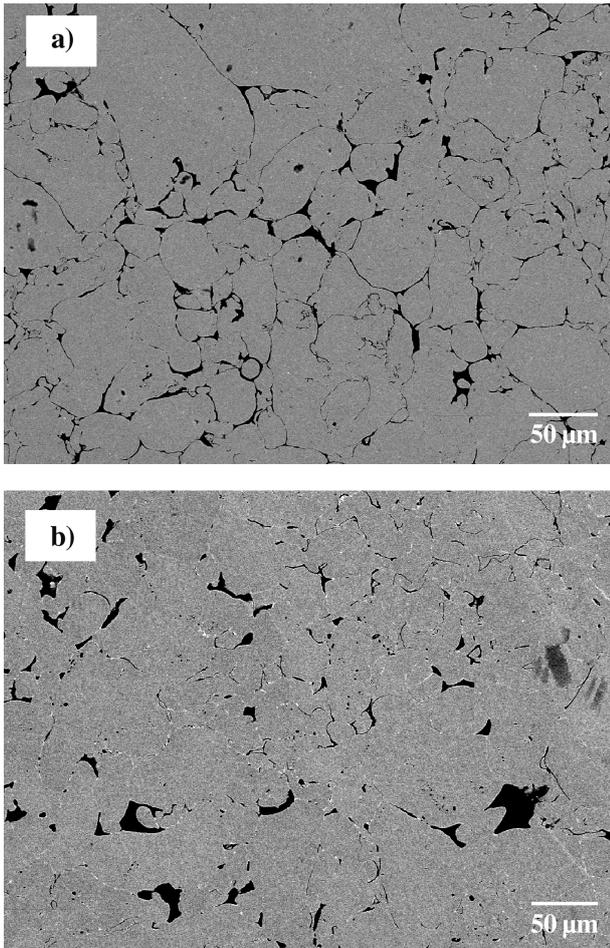
La muestra utilizada como referencia, Fe134Cr0.0B (Tabla III), alcanza una densidad relativa mayor que 0,92 (7,08 g/cm<sup>3</sup>), en ambos ciclos. En este caso, podemos asumir que la sinterización se realiza en estado sólido. Como los polvos se encuentran oxidados como resultado de la atomización, el incremento de la densidad puede atribuirse a la reducción del óxido por el hidrógeno de la atmósfera, lo que propicia un mejor contacto entre las partículas, incrementando la difusión entre éstas.

Los resultados de densidad obtenidos de las mezclas estudiadas demuestran que, por debajo de 1.150 °C, ocurre la formación de una fase líquida que se forma en cantidad importante para todos los contenidos de boro. En contraste, al sinterizar a 1.075 °C, los valores de densidad obtenidos para las mezclas con 0,35, 0,5, 1,1 y 1,5 son bajos; sólo, la muestra con contenido de boro de 1,0 % sufre densificación.

Puesto que el eutéctico del sistema Fe-B ocurre a 1.174 °C y 4 % en peso de boro, puede establecerse que la fase líquida aparece a una temperatura ligeramente menor a ésta. Además, como el sistema Cr-B, también posee un eutéctico a 1.630 °C y 3,1 % de B, puede asumirse que el líquido es producto de la formación y fusión de un eutéctico ternario, cuyo punto de fusión es menor que 1.174 °C. En otros sistemas de aleación, como el Fe-Mo-C-B, los altos contenidos de carbono promueven la densificación, probablemente, como resultado de la formación de un líquido eutéctico ternario o cuaternario en las fronteras de grano<sup>[19]</sup> y un efecto similar podría esperarse en el sistema de aleación Fe-Cr-B-C del presente estudio. Así mismo, el carbono contribuye a la densificación por la formación de líquido de acuerdo a la reacción  $\alpha\text{-Fe} + \text{Mo}_2\text{C} + \text{Fe}_3\text{C} \rightarrow \text{líquido}$  a 1.085 °C, y con, sólo, pequeñas adiciones de boro la densidad de sinterizado puede alcanzar 95-100 % de la densidad relativa. La existencia de carburos en los polvos y la formación de carburos metálicos, posiblemente, conduzcan a la reacción ternaria para formar otra fase líquida<sup>[12]</sup>.

### 3.4. Microestructura

En la figura 5 a) y b), que corresponde a las muestras Fe134Cr0.0B sinterizadas en ambos ciclos, pueden observarse poros de forma angular; también, son apreciables los límites de partícula. Este tipo de porosidad, normalmente, se asocia a una sinterización deficiente debida, en gran parte, a la baja temperatura de sinterización (muestra sometida al ciclo 1). Aunque no es distinguible una disminución considerable de la porosidad en la muestra sometida al ciclo 2, puede notarse que la atmósfera de hidrógeno

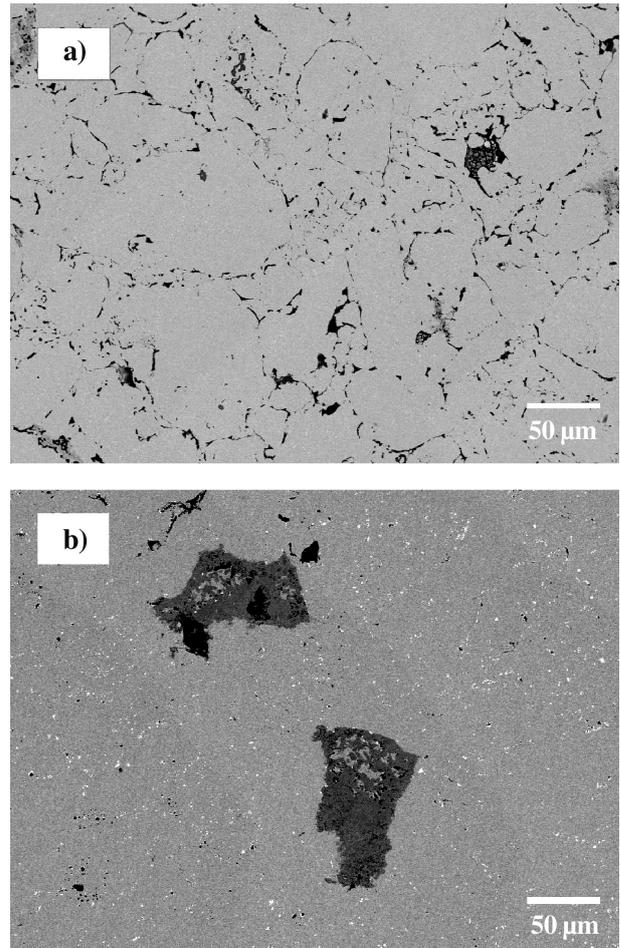


**Figura 5.** Mezcla Fe134Cr0.0B, sinterizada durante 60 min. a) 1.075 y b) 1.150 °C.

*Figure 5. Mixture Fe134Cr0.0B, sintered for 60 min. a) 1,075 and b) 1,150 °C.*

y la temperatura de sinterización si logran un efecto favorable, ya que se observa un mayor número de puntos de contacto entre las partículas, debido a la reducción de la capa de óxido de la superficie de las mismas. Se puede decir que la densificación de estas piezas se llevó a cabo en estado sólido al no observarse poros redondeados, crecimiento del tamaño de grano y precipitados en los límites de grano<sup>[5]</sup>.

La micrografía de la figura 6 a) corresponde a la mezcla Fe134Cr0.35B sinterizada por 60 min, a 1.075 °C. En esta, se observa porosidad irregular que demuestra que algunas partículas no han establecido contacto entre ellas. También, se observa la formación aislada de fases ricas en boro y la presencia de partículas de ferroboro sin disolver, lo que puede atribuirse a una sinterización insuficiente debida a la baja temperatura y al bajo contenido de boro y, esto, explica el valor de densidad  $\sim 6,90 \text{ g/cm}^3$  que se obtuvo para esta muestra.

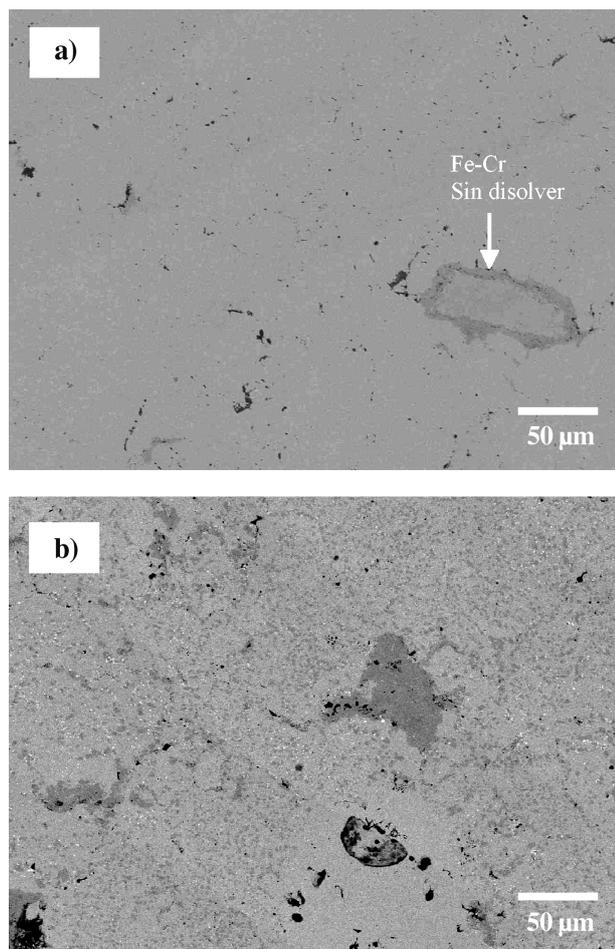


**Figura 6.** Mezcla Fe134Cr0.35B, sinterizada durante 60 min. a) 1.075 y b) 1.150 °C.

*Figure 6. Mixture Fe134Cr0.35B, sintered for 60 min. a) 1,075 and b) 1,150 °C.*

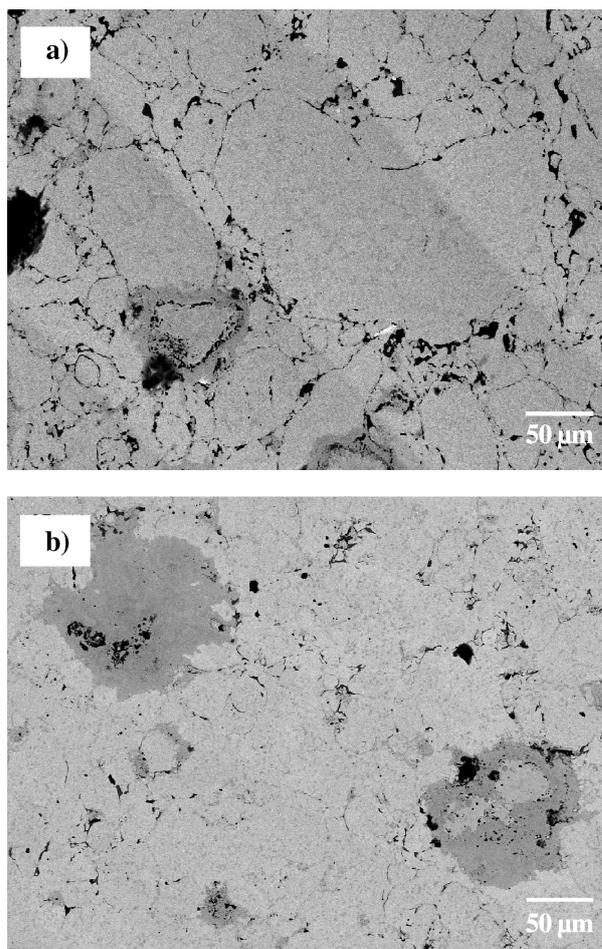
Así mismo, la microestructura de la mezcla Fe134Cr0.35B sinterizada a 1.150 °C por 60 min, se muestra en la figura 6 b). Puede observarse una gran disminución de la porosidad, debido al aumento de la temperatura. La porosidad es pequeña y, en su gran mayoría, redondeada y se localizan muy pocos poros en el interior de las partículas y los límites de grano no son apreciables en esta muestra. Este tipo de porosidad constituye la porosidad secundaria, la cual resulta de la coalescencia de poros más pequeños<sup>[5]</sup>. Las fases oscuras que se muestran en esta figura son partículas de ferro-cromo que no se alcanzaron a disolver durante el ciclo de sinterización.

Las micrografías de las mezclas Fe134Cr1.0B sinterizadas a 1.075 y 1.150 °C por 60 min se presentan en la figura 7. En estas muestras, no es apreciable una disminución obvia de la porosidad, pero si se aprecia una microestructura más homogénea (mayor disolución y reprecipitación de compuestos de boro),



**Figura 7.** Mezcla Fe<sub>134</sub>Cr<sub>1.0</sub>B, sinterizada por 60 min. a) 1.075 y b) 1.150 °C.

*Figure 7. Mixture Fe<sub>134</sub>Cr<sub>1.0</sub>B, sintered for 60 min. a) 1,075 and b) 1,150 °C.*



**Figura 8.** Mezcla Fe<sub>134</sub>Cr<sub>1.5</sub>B, sinterizada por 60 min. a) 1.075 y b) 1.150 °C.

*Figure 8. Mixture Fe<sub>134</sub>Cr<sub>1.5</sub>B, sintered for 60 min. a) 1,075 and b) 1,150 °C.*

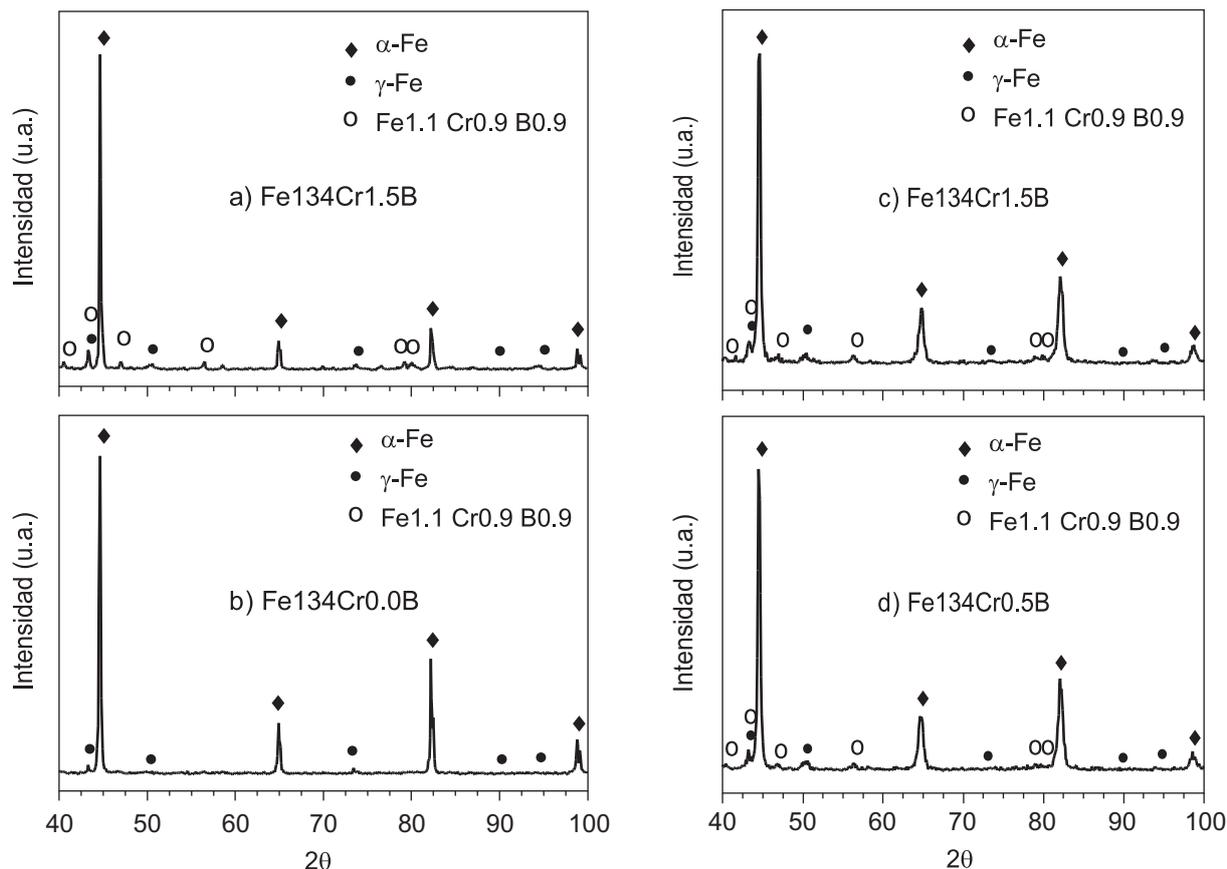
que se ve favorecida por el alto contenido de cromo y carbono. Los poros son pequeños con bordes redondeados y se localizan, en su mayoría, en los límites de grano, los cuales no se distinguen con facilidad. Lo anterior se asocia con la mayor densificación de estas mezclas. En la figura 7 a) se pueden apreciar algunas partículas de ferrocromo sin disolver, como resultado de la baja temperatura de sinterización a la que se sometió esta muestra.

Por último, la figura 8 presenta la mezcla Fe<sub>134</sub>Cr<sub>1.5</sub>B sinterizada a ambas temperaturas por 60 min. En la figura 8 a), se observa el desarrollo de pocas áreas de contacto entre las partículas, además de que éstas aparecen aisladas y rodeadas de poros angulares lo que, en un principio, puede atribuirse a una sinterización insuficiente, debida a la baja temperatura<sup>[1 y 7]</sup>. En la figura 8 b), se observa una microestructura homogénea, en la que se aprecian bastantes regiones ricas en boro y donde se aprecia la

formación del intermetálico Fe<sub>2</sub>B, en los límites de grano. Dicha mezcla al contener más boro y estar sometida a una mayor temperatura pudo formar una mayor cantidad de líquido que permitió que ocurrieran todas las etapas de la sinterización en fase líquida. Los valores altos de densidad estuvieron asociados a la presencia de poros grandes (coalescencia de poros pequeños) y redondeados, lo cual puede atribuirse a una temperatura de sinterización mayor<sup>[5]</sup>.

### 3.5. Difracción de rayos X

En la figura 9 se presentan los difractogramas de las muestras más representativas. Se observa, en todos ellos, la presencia de la fase hierro  $\alpha$ , con lo que se confirma que el acero inoxidable resultante de las sinterizaciones es, básicamente, ferrítico. En las muestras que contienen boro, aparece la formación de una pequeña



**Figura 9.** Difractogramas de las muestras sinterizadas: a) y b) 1.075 °C durante 60 min, c) y d) 1.150 °C durante 60 min.

*Figure 9.* X-ray spectrum of sintered samples: a) and b) 1,075 °C during 60 min, c) y d) 1,150 °C during 60 min.

cantidad de fase hierro así como la formación de una fase compuesta por Fe-Cr-B, lo cual confirma la aparición de un eutéctico ternario entre dichos elementos.

#### 4. CONCLUSIONES

- La adición de boro promueve la formación de fase líquida, en mezclas de polvo de acero inoxidable 409Nb y ferrocromo, sinterizadas a 1.150 °C.
- La formación de boruros y reacciones eutécticas ocurren entre el boro y los polvos de acero inoxidable 409Nb, muy por debajo de sus puntos de fusión, debido a la alta difusividad del boro en la fase  $\alpha$  del hierro y al contenido de carbono presente.
- El eutéctico ternario, que propició la aparición de la fase líquida, está ubicado a bajos contenidos de boro y una temperatura ligeramente menor que 1.150 °C. Esto, fue confirmado por los resultados de DTA-TGA, que ubican tal reacción en

el intervalo de 1.150-1.250 °C. Dicha reacción dio lugar a la estabilización de la ferrita y la aparición de un eutéctico que mejoraron el proceso de sinterización.

- El mayor efecto del boro se obtuvo cuando sus contenidos fueron de 0,35 y 0,5 % y se sinterizó a 1.150 °C. Los valores de densidad mayores, pueden atribuirse a una mayor estabilización de la fase  $\alpha$  del hierro, debida al alto contenido de cromo de las mezclas.
- Se comprobó, por difracción de rayos X, la formación de un eutéctico ternario Fe-Cr-B en todas las muestras y que el acero inoxidable resultante es, en su mayoría, ferrítico con muy poca presencia de austenita.

#### Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo financiero otorgado por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología

(CONACYT), México, para la realización del presente trabajo.

## REFERENCIAS

- [1] American Society for Metals, *Powder Metallurgy Science*, ASM Metals Handbook, American Society for Metals, 10<sup>th</sup> Ed., Vol. 7, 1998, pp. 1.325-1.348.
- [2] T. R. Rama-Mohan y P. Ramakrishnan, *Powder Metallurgy in Automotive Applications-II*, Metal Powder Industries Federation, 2nd edition, Princeton, NJ., EE.UU., 1999, pp. 35-50.
- [3] R.M. German, *Liquid Phase Sintering*, Plenum press, New York, NY., EE.UU., 1985, pp. 43-99.
- [4] W. Schatt y K. P. Wieters, *European Powder Metallurgy Association (EPMA)*, UK., 1997. 47-59.
- [5] D. Krecar, V. Vassileva, H. Danninger y H. Hutter. *Anal. Bioanal. Chem.* 379 (2004). 605-609.
- [6] M. Seleká, A. Šalák y H. Danninger *Int. J. Mater. Procc. Tec.* 141 (2003) 379-348.
- [7] A. Lal, J. Liu, R. G. Iacocca y R. M. German, *Metall. Mater. Trans. A* 30 (1999) 2.209-2.220.
- [8] M. Sarasola, T. Gómez-Acebo y F. Castro, *Acta Mater.* 52 (2004) 4.615-4.622.
- [9] E. Dudrova, M. Seleká, R. Bureš y M. Kabátová, *ISIJ Int.* 37 (1997) 59-64.
- [10] T. B. Sercombe. *Mat. Sci. Eng. A* 363 (2003) 242-252.
- [11] M. Sarasola, T. Gomez-Acebo y F. Castro, *Powder Metall.* 48 (2005) 59-67.
- [12] J. Karwan-Baczewska y M. Rosso, *Powder Metall.* 44 (2001) 221-227.
- [13] H. I. Bakan, D. Heaney y R. M. German, *Powder Metall.* 44 (2001) 235-241.
- [14] T. B. Massalski, *Binary Phase Diagrams*, ASM Internacional, 2nd edition, Vol. 1 y 2, Materials Park, OH., EE.UU., 1986,. pp. 482 y 1.273.
- [15] American Society for Metals, *Alloy Phase Diagrams*, ASM Metals Handbook, 10<sup>th</sup> Ed., Vol. 3, 1992, pp. 424-426.
- [16] O. J. Restrepo, *Universidad Nacional de Colombia, Grupo de Cerámicos y Vítreos*, Medellín, Colombia, (1998) pp. 35-46.
- [17] R. M. German, *Powder Metallurgy Science*, Metal Powder Industries Federation, 2nd edition, Princeton, New Jersey, EE.UU., 1994, pp. 179-182.
- [18] P. Lu, X. Xu, W. Yi y R. M. German, *Mat. Sci. Eng. A* 318 (2001) 111-121.
- [19] J. Liu, A. Cardamone, T. Potter, R. M. German, y F. J. Semen, *Powder Metall.* 43 (2000) 57-61.
- [20] W.Khraisat y L. Nyborg, *Powder Metall.* 46 (2003) 265-270.
- [21] J. Abenojar, F. Velasco y M. A. Martínez, *J. Mater Process. Tech.* 143-144 (2003) 28-33.
- [22] ISO 3369, (1995).
- [23] Z. Xiu, A. Salwén, X. Qin, F. He y X. Sun, *Powder Metall.* 46 (2003) 171-174.
- [24] H.I. Bakan, D. Heaney y R.M. German, *Powder Metall.* 44 (2001) 235-242.
- [25] L. Vélez y G. Frades, *XXIV Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales*. Saltillo, Coahuila, México, 2002.
- [26] W.Khraisat y L. Nyborg, *Mat Sci. Tech.* 20 (2004) 705-710.
- [27] I. Artinger y Y. Elarbí, *Period. Politech. Ser. Mech. Eng.* 50 (2006) 3-10.
- [28] N. Fujita, H. K. D. H. Bhadeshia y M. Kikuchi, *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 12 (2004). 273-284.
- [29] I. F. Machado y A. F. Padilla, *Acta Microscopica* 12 (2003) 111-114.