



UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
Facultad de Ingeniería- Departamento de Ingeniería de Materiales, DIMAT

Efecto de la técnica de procesamiento sobre la evolución microestructural, las propiedades mecánicas y los mecanismos de desgaste abrasivo y erosivo en cermets Fe–50 %p/p SiC sinterizados mediante Hot Pressing y Spark Plasma Sintering.

Tesis para optar al grado de:
Doctor en Ciencia e Ingeniería de Materiales

YOVANY OROPESA MARQUEZ

Directores de tesis

Dr. Nicolás Ignacio Araya Rivera
Departamento de Ingeniería de Materiales
Universidad de Concepción
Concepción, Chile

Codirector de tesis

Dr. Ing. Sheila Katherine Lascano Farak
Departamento de Ingeniería Mecánica
Universidad Técnica Federico Santa María
Santiago, Chile

Agosto, 2026
Concepción, Chile

2026, Yovany Oropesa Márquez. Ninguna parte de esta tesis puede reproducirse o transmitirse bajo ninguna forma o por ningún medio o procedimiento, sin permiso por escrito del autor.

DEDICATORIA

A mis padres y a mi familia, por su amor, apoyo incondicional y por enseñarme que la perseverancia es el camino para alcanzar los sueños.

A todos aquellos que, de una u otra forma, creyeron en mí y me acompañaron durante este camino.

AGRADECIMIENTOS

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento a todas las personas e instituciones que hicieron posible el desarrollo de esta tesis doctoral.

En primer lugar, agradezco a mi director de tesis, Dr. Nicolás I. Araya Rivera, por su confianza, orientación, exigencia científica y constante apoyo durante todo este proceso. Asimismo, expreso mi gratitud a mi codirectora, Dra. Sheila K. Lascano Farak, por sus valiosos aportes, sugerencias y acompañamiento académico.

Agradezco al Programa de Doctorado en Ciencia e Ingeniería de Materiales y al Departamento de Ingeniería de Materiales de la Universidad de Concepción por brindarme la oportunidad de desarrollar mi formación doctoral en un entorno de excelencia académica. De manera especial, agradezco a los integrantes del Tribology and Powder Materials Solutions Group (TPMS) por su permanente apoyo, colaboración y disposición durante el desarrollo de esta investigación, así como por facilitar la infraestructura y el equipamiento necesarios para su ejecución.

Extiendo mi agradecimiento al Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS) de la Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP), Brasil, especialmente al Dra. Isabel Machado, por su colaboración y apoyo durante mi estancia de investigación.

Agradezco a la Agencia Nacional de Investigación y Desarrollo (ANID) por el financiamiento otorgado a través de la Beca Nacional de Doctorado ANID N.º 21220001, el Proyecto FONDEF ANID N.º 22110130 y el Proyecto Tesis en el Sector Productivo ANID N.º 88240023. Asimismo, agradezco a VALNICO Ltda. por su colaboración en el desarrollo de este proyecto.

.

TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN.....	I
ABSTRACT	III
NOMENCLATURA	V
Acrónimos y abreviaturas	V
Subíndices, superíndices y convenciones de muestras	VII
INTRODUCCIÓN	1
Capítulo 1 Estado del arte sobre cermets, definición, aplicaciones y desafíos.	6
1.1 Cermets definición	6
1.1.1 Carburos cementados WC-Co: Ventajas y limitaciones	7
1.1.2 Cermets alternativos basados en Fe	8
1.1.3 Justificación del uso de SiC como refuerzo.	9
1.2 Fundamentos científicos.....	12
1.2.1 Pulvimetalurgia	12
1.2.2 Prensado en caliente (HP) y Spark Plasma Sintering (SPS)	14
1.2.3 Relación procesamiento, microestructura, propiedades y mecanismos de densificación	15
1.2.4 Spark Plasma Sintering (SPS).....	22
1.3 Desgaste por abrasión y erosión.....	24
1.3.1 Clasificación general del desgaste	25
1.3.2 Ensayo ASTM G75	26
1.3.3 Ensayo Slurry Pot Test (SPT) o erosión por pulpa rotativa	28
1.4 Estado del arte de los Cermets Fe-SiC	29
1.4.1 Microestructura e interfaz Fe-SiC	29
1.5 Principales estudios sobre el sistema Fe-SiC, del descubrimiento de su reactividad a las rutas de consolidación contemporáneas	32

1.5.1 Generación I: Reactividad fundamental Fe/SiC (1989–1995).....	33
1.5.2 Generación II: Cermets autolubricantes de baja fracción cerámica (2014–2020)	33
1.5.3 Generación III: Procesamiento avanzado a fracción cerámica intermedia (2021–2024).....	34
1.5.4 Generación IV Cermet Fe-SiC de alta fracción SiC 50 % p/p, procesamiento y caracterización (2025–actualidad)	35
1.5.5 Influencia de la temperatura, fracción y tamaño de SiC sobre la densificación de cermets Fe-SiC.....	36
1.6 Brechas de la literatura y fundamentos de la presente investigación.....	37
Capitulo 2 Metodología experimental.....	41
2.1 Etapa 1: Procesamiento y caracterización de cermets Fe- SiC sinterizados por HP.....	41
2.1.1 Materias primas.....	42
2.1.2 Diseño experimental del proceso de sinterización de cermets Fe–SiC.....	43
2.1.3 Sinterización por prensado en caliente (HP).....	45
2.1.4 Caracterización microestructural y propiedades mecánicas	46
2.2 Etapa 2: Estudio de la evolución microestructural y mecánica de cermets Fe-SiC procesados por SPS.	52
2.2.1 Procesamiento y diseño experimental mediante Spark Plasma Sintering (SPS)	53
2.3 Etapa 3: Efectos de los parámetros de sinterización sobre los mecanismos de desgaste abrasivos y erosivos en cermet Fe-SiC50% p/p.	57
2.3.1 Ensayos tribológicos	58
2.3.2 Estudio de interfases mediante nanoindentación	59
Capitulo 3 Resultados y discusión	61
3.1 Morfología y mezcla de polvos.....	61

3.2 Resultados del diseño de cribado mediante HP.	63
3.2.1 Densificación de las muestras sinterizadas mediante HP	65
3.2.2 Análisis de dureza y fractotenacidad de las muestras sinterizadas mediante HP.....	66
3.2.3 Análisis microestructural de las muestras sinterizadas mediante HP	71
3.2.4 Conclusiones parciales del procesado mediante HP.	89
3.3 Resultados y discusión del procesamiento de cermet Fe-SiC mediante SPS diseño factorial fraccionado 2^{4-1}	91
3.3.1 Densificación de los cermets Fe-SiC procesados por SPS: Fase de cribado factorial	92
3.3.2 Análisis de dureza y fractotenacidad de las muestras sinterizadas mediante SPS.	98
3.3.3 Caracterización microestructural de la fase factorial fraccionada SPS...	103
3.3.4 Fracción de grafito como identificador de la disociación del SiC	115
3.3.5 Conclusiones parciales del procesamiento mediante SPS: diseño factorial fraccionado $2^{(4-1)}$	121
3.4 Evaluación de estrategia de procesamiento mediante SPS para la optimización de los cermets Fe 50% p/p SiC.	123
3.4.1 Análisis de los resultados de la estrategia de optimización	125
3.5 Análisis comparativo HP vs SPS	129
3.6 Comportamiento tribológico de cermets Fe-SiC sinterizados por HP-SPS ...	133
3.7 Selección de muestras representativas y justificación	133
3.7.1 Caracterización granulométrica de los medios abrasivos	134
3.7.2 Desgaste abrasivo según la norma ASTM G75	136
3.7.3 Tasa de desgaste volumétrico.....	138
3.7.4 Observaciones SEM de las superficies desgastadas.....	139

3.7.5 Pérdida volumétrica mediante análisis confocal de las muestras sometidas a ASTM -G75	142
3.7.6 Análisis de desgaste erosivo mediante ensayo de Slurry Post Test (SPT).	146
3.7.7 Imágenes SEM de los mecanismos de desgaste en el ensayo SPT.	149
3.7.8 Pérdida volumétrica mediante análisis confocal de las muestras sometidas a SPT	154
3.7.9 Comparación del desempeño tribológico con materiales de referencia..	155
3.8 Relación entre estabilidad interfacial y comportamiento tribológico mediante nanoindentación	156
Capitulo 4 Conclusiones	163
Bibliografía	165
ANEXOS.....	181

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1 Comparación de las propiedades físicas, mecánicas y precios de referencias de los constituyentes en los sistemas Fe-SiC y WC-Co [80–91].	10
Tabla 1-2 Parámetros de sinterización por HP.vs SPS	24
Tabla 2-1 Parámetros de sinterización por HP.....	46
Tabla 2-2 Parámetros de sinterización por SPS.	54
Tabla 2-3 Parámetros de sinterización por SPS correspondientes a la segunda fase experimental.	56
Tabla 3-1 Mejores condiciones de la fase exploratoria SPS por criterio analítico. .	125
Tabla 3-2 Comparación cuantitativa de los mejores resultados de HP y SPS frente a la literatura.	130
Tabla 3-3 Descriptores microestructurales y mecánicos de las muestras evaluadas tribológicamente.....	134
Tabla 3-4 Parámetros granulométricos de los medios abrasivos (Anton Paar PSA 990 LD).	135
Tabla 3-5 Volumen de material removido determinado mediante microscopía confocal para los cermets Fe–50 %p/p SiC después del ensayo ASTM G75.....	142
Tabla 3-6 Parámetros topográficos ISO 25178 obtenidos mediante microscopía confocal para las superficies desgastadas de los cermets Fe–50 %p SiC	154

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Fig. 1-1 Esquema de fases interconectadas metal–cerámica en cermets: (a) fase cerámica continua, (b) fase metálica continua como fase aglutinante, y (c) cermet resultante de la interconexión de ambas fases. Elaborado por el autor a partir de [61].	7
Fig. 1-2 Aplicaciones de los carburos cementados (WC-Co) según el tamaño de grano de Co y WC. Las líneas diagonales indican la dureza HV aproximada del material. Elaborado por el autor a partir de [65].	8
Fig. 1-3 Comparación esquemática de las ventajas volumétricas y de densidad entre los sistemas WC-Co y Fe-SiC.	12
Fig. 1-4 Etapas del proceso de press and sinter	13
Fig. 1-5 a): Mecanismos de transporte de masa que intervienen en la sinterización; b): Esquema del mecanismo de reordenamiento de partículas o cristalitas causado por las presiones aplicadas. Elaborado por el autor a partir de [138].	16
Fig. 1-6 Evolución de la porosidad durante la densificación en HP transición desde la porosidad abierta interconectada hacia la porosidad cerrada aislada.	17
Fig. 1-7 Evolución del factor de amplificación de presión F en función de la densidad relativa del compacto según el modelo de Helle, Easterling y Ashby. Elaborado por el autor a partir [143].	18
Fig. 1-8 Representación esquemática de los principales mecanismos de transporte de masa durante la densificación en prensado en caliente (HP).	19
Fig. 1-9 Representación esquemática de los principales mecanismos de transporte de masa durante la densificación en prensado en caliente (HP).	21
Fig. 1-10 Representación esquemática de los mecanismos asociados a la sinterización por SPS: (a) mecanismos de transporte de masa durante la formación y crecimiento del cuello entre partículas; (b) circulación de corriente pulsada y descargas eléctricas entre partículas; y (c) etapas propuestas para la formación y crecimiento del cuello por efecto de la descarga eléctrica, el transporte de masa y la acción de la presión aplicada. Adaptado de [131].	23
Fig. 1-11 Clasificación canónica de mecanismos de desgaste	25
Fig. 1-12 Mecanismos de desgaste: a) Ensayo ASTM G75; b) Ensayo del SPT.	26

Fig. 1-13 Esquema del ensayo ASTM G75	27
Fig. 1-14 Esquema del ensayo SPT.....	28
Fig. 1-15 Interacciones en las interfases Fe-SiC, elaborado según.....	30
Fig. 1-16 Evolución microestructural y fenómenos difusivos en el sistema Fe-SiC: a) Descomposición de SiC >900°C; b) Formación de fases frágiles Fe ₃ Si ₃ - Fe ₃ Si; c) Difusión limitada del Si; d) Barrera de C en la interfaz; e) Control de la capa FeSiC; f) Inestabilidad microestructural (Nódulo de Grafito)	31
Fig. 1-17 Evolución de la fracción cerámica SiC procesable en sistemas Fe-SiC. Análisis por generaciones	32
Fig. 1-18 Influencias de a) temperatura (°C); b) fracción (% p/p SiC) y tamaño (μm) SiC sobre la densificación de cermets Fe-SiC reportado en la literatura.	36
Fig. 2-1 Esquema general de la metodología experimental para el procesamiento y caracterización de cermet Fe-50 %p/p SiC.	42
Fig. 2-2 SEM de los polvos de partida: (a) Fe 1–6 μm; (b) Fe < 10 μm (Merck, ≥ 99 %); y (c) SiC ~ 100 μm (Nanografi, ≥ 99 %).....	42
Fig. 2-3 Composición en % p/p de las cuatro variantes de mezclas	43
Fig. 2-4 Diseño experimental de la etapa de cribado composicional por Hot Pressing.	44
Fig. 2-5 Esquema del cribado secuencial de parámetros de proceso (tiempo, modo de compactación y temperatura) mediante HP	45
Fig. 2-6 Distribución y mapeo en muestras de cermet Fe–SiC: (a) indentaciones de microdureza (HV _{0.25}) observadas en muestras reales de cermet Fe–SiC; (b) representación esquemática de la distribución de las indentaciones HV _{0.25} en un cermet Fe–SiC; (c) distribución de los valores de microdureza HV _{0.25} en la superficie del cermet Fe–SiC.....	47
Fig. 2-7 Metodología empleada para el análisis digital y cuantificación de grafito en la interfaz Fe/SiC mediante micrografías SEM procesadas con ImageJ v1.54g	51
Fig. 2-8 Esquema metodológico de la segunda etapa para el estudio del efecto de los parámetros de sinterización SPS sobre la microestructura y propiedades mecánicas de cermets Fe-SiC, y su comparación con materiales procesados mediante HP	53
Fig. 2-9 Esquema del diseño experimental factorial 2 ⁽⁴⁻¹⁾ para el estudio de parámetros de Spark Plasma Sintering (SPS)	54

Fig. 2-10 Análisis del efecto de variaciones en los parámetros de sinterización SPS sobre la densificación del sistema Fe–SiC	55
Fig. 2-11 Esquema metodológico para la evolución del comportamiento tribológico y mecanismos de desgaste en cermets Fe-SiC procesados mediante HP y SPS.....	58
Fig. 3-1 Micrografías SEM representativas de las mezclas de polvos M ₁ (100 % Fe _G / 0 % Fe _P) y M ₃ (50 % Fe _G / 50 % Fe _P) antes de la compactación. Las ampliaciones muestran regiones donde se observa el cobertura parcial de las partículas de SiC por partículas de Fe tras el proceso de mezclado. Las micrografías correspondientes a las mezclas M ₂ (75 % Fe _G / 25 % Fe _P) y M ₄ (25 % Fe _G / 75 % Fe _P).....	62
Fig. 3-2 Influencia de los parámetros del procesamiento mediante HP sobre la densificación y las propiedades mecánicas de los cermets Fe-50 p/p SiC.....	63
Fig. 3-3 Influencia de los parámetros de procesamiento mediante Hot Pressing sobre la densificación por Arquímedes de los cermets Fe–50 %p SiC.	65
Fig. 3-4 Efecto de los parámetros de procesamiento por HP sobre la dureza Vickers de los cermets Fe–50 %p SiC: (a) distribución granulométrica del Fe, (b) tiempo de sinterización, (c) temperatura de sinterización y (d) ruta de compactación en función de la densificación.....	67
Fig. 3-5 Influencia de los parámetros de HP sobre la tenacidad a la fractura y la densificación.	69
Fig. 3-6 Mecanismo de iniciación y propagación de grietas durante el ensayo de Fractoténacidad a la fractura en los cermets Fe-50% p/p procesados mediante HP..	70
Fig. 3-7 Microestructuras representativas de los cermets Fe-50 % p/p procesados mediante HP a 900 °C, 50 MPa y 30 min con diferentes distribuciones de granulometría de Fe.....	72
Fig. 3-8 Influencia de la ruta de compactación, el tiempo de mantenimiento y la temperatura de sinterización sobre la microestructura de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante HP.	74
Fig. 3-9 Influencia de los parámetros de procesamiento mediante HP sobre el LCM en cermets Fe–SiC.	76
Fig. 3-10 Microestructura SEM de la condición HP100G ₁₀ Fe ₃₀ . Evolución de la interfaz de Fe-SiC y continuidad de la matriz Fe.....	78

Fig. 3-11 Microestructura SEM de la condición HP75G ₁₀ Fe ₃₀ . Evolución de la interfaz de Fe-SiC y continuidad de la matriz Fe.....	78
Fig. 3-12 Microestructura SEM de la condición HP50G ₁₀ Fe ₃₀ . Evolución de la interfaz de Fe-SiC y continuidad de la matriz Fe.....	79
Fig. 3-13 Microestructura SEM de la condición HP25G ₁₀ Fe ₃₀ . Heterogeneidad interfacial asociada al incremento de la fracción de Fe fino.....	79
Fig. 3-14 Microestructuras SEM representativas del efecto de la compactación previa sobre la evolución de la interfaz Fe-SiC en cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante HP.....	80
Fig. 3-15 Microestructuras SEM representativas del efecto de la temperatura de sinterización y el tiempo de mantenimiento sobre la evolución de la interfaz Fe-SiC en cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante HP.....	81
Fig. 3-16 Análisis EDS de cermets Fe-SiC sinterizados por HP: efecto de la composición (b) 50%Fe _G sobre interfaces Fe-SiC.	83
Fig. 3-17 Formación de grafito en función del contenido de Fe _G ≤10 μm: influencia del área interfacial en cermets Fe-SiC.....	84
Fig. 3-18 Difractogramas de rayos X de muestras Fe-SiC sinterizadas por HP.....	86
Fig. 3-19 Caracterización estructural del carbono mediante espectroscopía Raman de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante HP: (a) espectros Raman representativos y (b) evolución de la relación I _D /I _G y del tamaño de cristalito La (nm) en función del contenido de Fe _G ≤10 μm.	88
Fig. 3-20 Influencia de los parámetros de procesamiento mediante SPS sobre la densificación y las propiedades mecánicas de los cermets Fe-50 %p SiC.....	91
Fig. 3-21 Irregularidades geométricas superficiales y dimensionales observadas en las muestras sinterizadas obtenidas mediante SPS y su influencia potencial en la determinación de la densidad geométrica	93
Fig. 3-22 Influencia de los parámetros de procesamiento mediante SPS sobre la densidad relativa determinada por el método de Arquímedes de los cermets Fe-50 %p SiC.....	94
Fig. 3-23 a) Superficie de respuesta de la densidad relativa determinada mediante el método de Arquímedes en función de la temperatura de sinterización y de la fracción de Fe bimodal de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS. b) Densidad	

relativa determinada mediante el método de Arquímedes para las diferentes condiciones experimentales del diseño factorial fraccionado.....	96
Fig. 3-24 Resultados experimentales y superficies de respuesta de la dureza Vickers de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS: (a) resultados experimentales de microdureza y macrodureza en función de la densificación; (b) superficie de respuesta de la macrodureza; (c) superficie de respuesta de la microdureza.....	99
Fig. 3-25 Resultados experimentales y superficie de respuesta de la fractotenacidad de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS: (a) evolución de la fractotenacidad en función de las condiciones de procesamiento y de la densificación determinada por el método de Arquímedes; (b) superficie de respuesta de la fractotenacidad obtenida a partir del diseño factorial fraccionado.	100
Fig. 3-26 Microestructuras representativas y cuantificación de la porosidad superficial de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS: (a-i) microestructuras obtenidas por microscopía óptica bajo las diferentes condiciones experimentales; (j) porosidad superficial determinada mediante análisis de imágenes.....	104
Fig. 3-27 Resultados experimentales y superficie de respuesta del libre camino medio (LCM) de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS: (a) valores experimentales del LCM comparados con la porosidad superficial; (b) superficie de respuesta del LCM obtenida a partir del diseño factorial fraccionado.....	106
Fig. 3-28 Micrografías SEM-BSE representativas de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS con distribución granulométrica monomodal del Fe (<10 μm), mostrando la evolución microestructural y de la interfaz Fe-SiC con la temperatura y el tiempo de sinterización	108
Fig. 3-29 Micrografía SEM representativa de la condición correspondiente al punto central del diseño factorial (SPS-50 _{G10} Fe ₃ 800 _{1/5}), con ampliación de la interfaz Fe-SiC	111
Fig. 3-30 Micrografías SEM representativas de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS con distribución granulométrica bimodal del Fe, mostrando la evolución microestructural y de la interfaz Fe-SiC con la temperatura y el tiempo de sinterización.	112
Fig. 3-31 Mapas EDS representativos de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS con distribución granulométrica monomodal (a) y bimodal (b),	

mostrando la distribución de Fe, Si y C, el mapa compuesto, el espectro EDS y la composición química promedio de la región analizada.	114
Fig. 3-32 . Fracción de área de grafito (%) (%) en función de los parámetros de procesamiento mediante SPS: (a) resultados experimentales y (b) superficie de respuesta obtenida mediante el modelo estadístico.....	116
Fig. 3-33 Difractogramas de rayos X de muestras Fe–SiC sinterizadas por SPS	117
Fig. 3-34 Caracterización mediante espectroscopía Raman de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS a 900 °C: (a) espectros Raman; (b) relación ID/IG; y (c) tamaño medio de cristalito La (nm)	119
Fig. 3-35 Influencia de las estrategias de procesamiento avanzadas mediante SPS sobre la densificación y las propiedades mecánicas de los cermets Fe–50 %p SiC: (a) densificación, microdureza y macrodureza; (b) densificación y fractoténacidad....	124
Fig. 3-36 Microestructura SEM representativa de la condición K1 (20MPa-SPS-Fe ₁ 900 _{1/9}), mostrando el efecto de la precompactación a 20 MPa sobre la continuidad de la matriz Fe y la interfaz Fe–SiC.....	126
Fig. 3-37 . Comparación microestructural y composicional entre las condiciones X1, procesada a 1000 °C, y X2, procesada a 1100 °C, mostrando la disminución de los nódulos de grafito visibles y la distribución más homogénea del carbono alrededor de la interfaz Fe–SiC.....	127
Fig. 3-38 . Difractogramas de rayos X correspondientes a las condiciones representativas de la fase exploratoria mediante SPS	129
Fig. 3-39 . Comparación granulométrica y morfológica entre Al ₂ O ₃ sintético y pulpa mineral real: implicancias sobre la severidad abrasiva	136
Fig. 3-40 Pérdida de masa acumulada de los cermets Fe–50 %p SiC durante el ensayo ASTM G75-15: (a) pulpa real y (b) Al ₂ O ₃ malla 400.	137
Fig. 3-41 Tasa de desgaste volumétrica de los cermets Fe–50 %p SiC bajo condiciones ASTM G75-15.	139
Fig. 3-42 . Micrografías SEM de las superficies desgastadas después del ensayo ASTM G75-15 en Al ₂ O ₃ y pulpa real.....	141
Fig. 3-43 . Mapas topográficos confocales ISO 25178 de HP-50 _{G10} Fe900SiC ₃₀ ensayado en Al ₂ O ₃	143

Fig. 3-44 . Mapas topográficos confocales ISO 25178 de HP-50 _{G10} Fe900SiC ₃₀ ensayado en Pulpa real	143
Fig. 3-45 . Mapas topográficos confocales ISO 25178 de SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1} ensayado en Al ₂ O ₃	144
Fig. 3-46 . Mapas topográficos confocales ISO 25178 de SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1} ensayado en pulpa real	145
Fig. 3-47 a) Mapas topográficos confocales ISO 25178 de SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP _{1/9} ensayado en Al ₂ O ₃ . b) Mapas topográficos confocales ISO 25178 de SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP _{1/9} ensayado en pulpa real	146
Fig. 3-48 Comparación de la pérdida de masa y la pérdida de volumen equivalente durante el ensayo SPT	148
Fig. 3-49 Mecanismos de desgaste abrasivo observados mediante SEM en la condición HP después del ensayo de SPT con Al ₂ O ₃	151
Fig. 3-50 Mecanismos de desgaste abrasivo observados mediante SEM en la condición SPS después del ensayo de SPT con Al ₂ O ₃	153
Fig. 3-51 Caracterización topográfica mediante microscopía confocal después del ensayo de desgaste abrasivo en suspensión rotacional: (a) HP -Al ₂ O ₃ y (b) SPS-Al ₂ O ₃ . Se muestran los perfiles topográficos y mapas tridimensionales de desgaste obtenidos para ambas condiciones.....	155
Fig. 3-52 Comparación del número SAR de los cermets Fe-50 %p/p SiC procesados mediante HP y SPS con diferentes materiales de referencia. . Adaptado de[200] ..	156
Fig. 3-53 Caracterización nanométrica de la interfaz Fe/SiC en HP-50 _{G10} Fe ₉₀₀ SiC ₃₀ mediante nanoindentación.....	158
Fig. 3-54 Caracterización nanométrica de la interfaz Fe/SiC en SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1} mediante nanoindentación.....	159
Fig. 3-55 Caracterización nanométrica de la interfaz Fe/SiC en SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP _{1/9} mediante nanoindentación.....	161

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO 1: Micrografías SEM complementarias de una micrografía de referencia de la mezcla de polvos y de las mezclas M1, M2, M3 y M4 antes de la compactación	185
ANEXO 2: Propiedades de los cermets Fe–50 %p SiC procesados por Hot Pressing	186
ANEXO 3: Análisis complementario de la fractotenacidad de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante Hot Pressing.....	186
ANEXO 4: Mapa de segmentación de fases y cuantificación de la porosidad superficial de los cermets Fe–50 %p SiC: efecto de la distribución granulométrica del Fe.....	187
ANEXO 5: Mapas de segmentación de fases y cuantificación de la porosidad superficial de los cermets Fe–50 %p SiC: efecto de la ruta de compactación, el tiempo de mantenimiento y la temperatura de sinterización.....	188
ANEXO 6: Microestructura SEM de las muestras sinterizadas mediante HP. Influencia de la granulometría de Fe.....	189
ANEXO 7: Parámetros de efecto Raman de los cermets Fe-50% p/p procesados mediante HP	190
ANEXO 8: Propiedades cuantitativas de los cermets Fe-50%pSiC procesados mediante SPS (fase factorial fraccionada.....	191
ANEXO 9: Las superficies de respuesta de la densificación (%) en cermets Fe–SiC muestran la dependencia del tiempo y la temperatura en (a), mientras que en (b) y (c) la densificación se presenta en función de la fracción bimodal de la fase Fe y la temperatura.....	191
ANEXO 10: Efecto del procesamiento por SPS en la microestructura de cermets Fe–SiC: influencia de la distribución granulométrica (monomodal vs. Bimodal). Imagen de segregación para la determinación de la porosidad.....	192
ANEXO 11: Panel comparativo de micrografías SEM y ampliaciones de la interfaz Fe–SiC correspondientes a las nueve condiciones experimentales del diseño factorial fraccionado empleado en los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS....	193
ANEXO 12: Influencia de los parámetros de procesamiento sobre la Fracción de área de grafito (%) como indicador de la disociación del SiC.....	194

ANEXO 13: Parámetros espectroscópicos Raman de los cermetes Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS a 900 °C.....	195
ANEXO 14: Propiedades de los cermetes Fe-50%pSiC procesados mediante SPS (fase exploratoria ampliada)	195
ANEXO 15: Resultados del ensayo ASTM G75 para cermetes Fe-SiC procesados por HP y SPS bajo diferentes medios abrasivos.....	196
ANEXO 16: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra HP50 _{G10} Fe ₃₀ 900 en pulpa real.....	196
ANEXO 17: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra HP50 _{G10} Fe ₃₀ 900 en pulpa Al ₂ O ₃	196
ANEXO 18: Cinética de pérdidas de masa acumulada del cermet HP50 _{G10} Fe ₃₀ 900	197
ANEXO 19: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1} en pulpa real.....	198
ANEXO 20: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra SPS-.....	198
ANEXO 21: Cinética de pérdidas de masa acumulada del cermet SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1}	199
ANEXO 22: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP _{1/9} en pulpa real.....	200
ANEXO 23: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP _{1/9} en pulpa Al ₂ O ₃	200
ANEXO 24: Datos del ensayo de desgaste G75 de muestras sinterizadas vía HP pulpa real vs Al ₂ O ₃	201
ANEXO 25: Datos del ensayo de desgaste G75 muestras sinterizadas vía SPS en pulpa real vs Al ₂ O ₃	202
ANEXO 26: Resultados del Slurry Pot Test.....	204
ANEXO 27: Productividad Científica	205

RESUMEN

Los cermetes basados en Fe–SiC constituyen una alternativa promisorio a los materiales convencionales WC–Co para aplicaciones sometidas a desgaste abrasivo. Su interés radica no solo en el menor costo y la mayor disponibilidad del Fe y el SiC, sino también en la posibilidad de combinar la elevada dureza y estabilidad química del refuerzo cerámico con la capacidad de deformación y procesamiento de una matriz metálica basada en Fe. Su potencial como material antidesgaste requiere alcanzar una alta densificación y un balance entre resistencia mecánica y tenacidad a la fractura, manteniendo la continuidad de la matriz metálica, la retención del SiC y la estabilidad de la interfaz Fe–SiC. Estas características dependen de las condiciones de procesamiento, que controlan la consolidación, la evolución microestructural y las reacciones interfaciales y, en consecuencia, las propiedades mecánicas y tribológicas del material.

En este contexto, el objetivo de esta investigación fue evaluar la influencia de las rutas de sinterización Hot Pressing (HP) y Spark Plasma Sintering (SPS) sobre cermetes Fe–50 % p/p SiC, estableciendo la relación entre procesamiento, densificación, microestructura, propiedades mecánicas y resistencia al desgaste. Para ello, se fabricaron cermetes empleando diferentes distribuciones granulométricas de hierro, temperaturas y condiciones de sinterización. La caracterización incluyó densificación mediante los métodos geométrico, de Arquímedes y análisis de imágenes, microscopía óptica y electrónica de barrido con EDS, difracción de rayos X, espectroscopía Raman, nanoindentación, dureza, tenacidad a la fractura y desgaste abrasivo.

En HP, la distribución bimodal del hierro mejoró el empaquetamiento de los polvos, favoreciendo la continuidad de la matriz metálica y reduciendo la porosidad residual. La condición HP50_{G10}Fe₃₀, seleccionada por presentar el mejor balance entre densificación, continuidad de matriz y propiedades mecánicas dentro del dominio experimental evaluado, alcanzó una densificación por Arquímedes de 84,12 %, una dureza de 3,35 GPa y una tenacidad a la fractura de 5,49 MPa·√m. En SPS, el incremento de la temperatura hasta 900 °C, combinado con presión uniaxial y corriente pulsada, favoreció la consolidación, alcanzándose en SPS-Fe₅₀900_{1/1} una densificación

por Arquímedes de 90,39 %, una microdureza de 3,91 GPa, una macrodureza de 4,13 GPa y una tenacidad a la fractura de $7,02 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$, con baja formación de grafito.

La caracterización microestructural evidenció que la respuesta mecánica depende de la continuidad de la matriz metálica, la porosidad residual y la evolución de la interfaz Fe–SiC, donde la formación de siliciuros de hierro y carbono libre modifica la transferencia de carga entre las fases. Los ensayos tribológicos demostraron que la resistencia al desgaste no depende exclusivamente de la densificación o la dureza, sino también de la estabilidad química y mecánica de la interfaz Fe–SiC. Aunque SPS alcanzó mayores valores de densificación y tenacidad a la fractura que HP, la condición procesada mediante HP presentó mayor resistencia al desgaste, evidenciando que el desempeño tribológico no puede predecirse a partir de estas propiedades consideradas de manera aislada.

En consecuencia, los parámetros de procesamiento mediante HP y SPS controlan la densificación, la evolución microestructural y la estabilidad interfacial y, con ello, las propiedades mecánicas y el comportamiento frente al desgaste de los cermets Fe–50 % p/p SiC. Estos resultados aportan criterios para su diseño y optimización como alternativa potencial a los cermets convencionales WC–Co.

Palabras clave: cermets Fe–SiC; Hot Pressing; Spark Plasma Sintering; densificación; microestructura; estabilidad interfacial; propiedades mecánicas; mecanismos de desgaste

ABSTRACT

Fe–SiC-based cermets represent a promising alternative to conventional WC–Co materials for applications subjected to abrasive wear. Their appeal lies not only in the lower cost and greater availability of Fe and SiC, but also in the possibility of combining the high hardness and chemical stability of the ceramic reinforcement with the deformability and processability of an Fe-based metallic matrix. Their potential as wear-resistant materials requires achieving high densification and a balance between mechanical strength and fracture toughness, while maintaining metallic-matrix continuity, SiC retention, and Fe–SiC interfacial stability. These characteristics depend on the processing conditions, which control consolidation, microstructural evolution, and interfacial reactions and, consequently, the mechanical and tribological properties of the material.

In this context, the objective of this research was to evaluate the influence of Hot Pressing (HP) and Spark Plasma Sintering (SPS) routes on Fe–50 wt.% SiC cermets by establishing the relationships among processing, densification, microstructure, mechanical properties, and wear resistance. To this end, cermets were fabricated using different iron particle-size distributions, temperatures, and sintering conditions. Characterization included densification measurements using geometric and Archimedes methods and image analysis; optical microscopy; scanning electron microscopy coupled with EDS; X-ray diffraction; Raman spectroscopy; nanoindentation; hardness; fracture toughness; and abrasive wear testing.

For HP, the bimodal iron particle-size distribution improved powder packing, promoting metallic-matrix continuity and reducing residual porosity. The HP50_{G10}Fe₃₀ condition, selected because it exhibited the best balance among densification, matrix continuity, and mechanical properties within the experimental domain evaluated, achieved an Archimedes densification of 84.12%, a hardness of 3.35 GPa, and a fracture toughness of 5.49 MPa·√m. For SPS, increasing the temperature to 900 °C, combined with uniaxial pressure and pulsed electric current, promoted consolidation. The SPS-Fe₅₀900_{1/1} condition achieved an Archimedes densification of 90.39%, a microhardness of 3.91 GPa, a macrohardness of 4.13 GPa, and a fracture toughness of 7.02 MPa·√m, with limited graphite formation.

Microstructural characterization showed that the mechanical response depends on metallic-matrix continuity, residual porosity, and the evolution of the Fe–SiC interface, where the formation of iron silicides and free carbon modifies load transfer between the phases. Tribological testing demonstrated that wear resistance does not depend exclusively on densification or hardness, but also on the chemical and mechanical stability of the Fe–SiC interface. Although SPS achieved higher densification and fracture toughness values than HP, the HP-processed condition exhibited greater wear resistance, demonstrating that tribological performance cannot be predicted from these properties when considered individually.

Consequently, HP and SPS processing parameters control densification, microstructural evolution, and interfacial stability and, therefore, the mechanical properties and wear behavior of Fe–50 wt.% SiC cermets. These results provide criteria for their design and optimization as a potential alternative to conventional WC–Co cermets.

Keywords: Fe–SiC cermets; Hot Pressing; Spark Plasma Sintering; densification; microstructure; interfacial stability; mechanical properties; wear mechanisms.

NOMENCLATURA

Acrónimos y abreviaturas

SÍMBOLO / ACRÓNIMO	DESCRIPCIÓN	UNIDAD / VALOR
<i>HP</i>	Hot Pressing — Prensado en caliente uniaxial con calentamiento externo	
<i>SPS</i>	Spark Plasma Sintering — Sinterización por plasma de chispa	
<i>FAST/SPS</i>	Field-Assisted Sintering Technology / Spark Plasma Sintering — SPS en régimen de corriente continua	
<i>HIP</i>	Hot Isostatic Pressing — Prensado isostático en caliente	
<i>CIP</i>	Cold Isostatic Pressing — Compactación isostática en frío	
<i>CV</i>	Compactación en verde (uniaxial o isostática previa al ciclo térmico)	
<i>PM</i>	Pulvimetalurgia / Powder Metallurgy	
<i>PIM</i>	Powder Injection Moulding — Moldeo por inyección de polvos	
<i>PADS</i>	Plasma Assisted Debinding and Sintering — Eliminación de ligante y sinterización asistida por plasma	
<i>PLS</i>	Pressureless Sintering — Sinterización sin presión	
<i>SLM</i>	Selective Laser Melting — Fusión selectiva por láser	
<i>FRS</i>	Fast Resistance Sintering — Sinterización rápida por resistencia	
<i>RMI</i>	Reactive Melting Infiltration — Infiltración reactiva en estado líquido	
<i>DCP</i>	Direct Current Pulsed — Corriente continua pulsada (régimen del SPS)	
<i>SHS</i>	Self-propagating High-temperature Synthesis — Síntesis por combustión autopropagante	
<i>MA</i>	Mechanical Alloying — Aleación mecánica	
<i>MO</i>	Microscopía óptica	
<i>SEM</i>	Scanning Electron Microscopy — Microscopía electrónica de barrido	
<i>MEB</i>	Microscopía electrónica de barrido (equivalente SEM)	
<i>TEM</i>	Transmission Electron Microscopy — Microscopía electrónica de transmisión	
<i>EDS</i>	Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy — Espectroscopía dispersiva en energía	
<i>EBSD</i>	Electron Backscatter Diffraction — Difracción de electrones retrodispersados	
<i>BSE</i>	Backscattered Electrons — Electrones retrodispersados (modo SEM)	
<i>DRX / XRD</i>	Difracción de rayos X / X-Ray Diffraction	
<i>DFT</i>	Density Functional Theory — Teoría del funcional de la densidad	

<i>FEM</i>	Finite Element Method — Método de elementos finitos
<i>PSA</i>	Particle Size Analyzer — Analizador de tamaño de partícula
<i>LD</i>	Laser Diffraction — Difracción láser (modo del PSA)
<i>CERMET</i>	Material compuesto cerámica-metal
<i>MMC</i>	Metal Matrix Composite — Material compuesto de matriz metálica
<i>MGMC</i>	Metallic Glass Matrix Composite — Compuesto de matriz vítrea metálica
<i>LCM</i>	Libre Camino Medio entre partículas de la fase cerámica
<i>SAR</i>	Slurry Abrasion Response — Respuesta a la abrasión por pulpa (ASTM G75)
<i>SPT</i>	Slurry Pot Test — Ensayo erosivo por pulpa rotativa ("ollita") μm
<i>CRM</i>	Critical Raw Materials — Lista europea de materias primas críticas
<i>REACH</i>	Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (UE)
<i>NTP</i>	National Toxicology Program (EE.UU.)
<i>PIB</i>	Producto Interno Bruto

Subíndices, superíndices y convenciones de muestras

SÍMBOLO ACRÓNIMO	DESCRIPCIÓN	UNIDAD VALOR
<i>G</i>	Subíndice que denota la fracción gruesa del Fe ($\sim 10 \mu\text{m}$)	
<i>P</i>	Subíndice que denota la fracción fina del Fe ($\leq 6 \mu\text{m}$)	
<i>50 %P / WT%</i>	Porcentaje en peso (peso/peso)	
<i>VOL %</i>	Porcentaje volumétrico	
<i>GEO / GEO</i>	Densidad calculada por método geométrico	
<i>A_{rq}</i>	Densidad medida por principio de Arquímedes	
<i>A_I</i>	Análisis de imagen (porosidad cuantificada en SEM/MO)	
<i>DCP_{1/1}, DCP_{1/9}</i>	Razón de pulsos On/Off en SPS (ms-ON / ms-OFF)	
<i>DCP5/1</i>		
<i>M₁–M₄</i>	Cuatro variantes composicionales de las mezclas Fe-SiC	
<i>HP-</i>	Notación de muestra HP: 50 %p FeG $\leq 10 \mu\text{m}$, 900 °C, 30 min	
<i>50_{G10}Fe₉₀₀SiC₃₀</i>		
<i>SPS-Fe₅900DCP_{1/1}</i>	Notación de muestra SPS: 5 vol% Fe fino, 900 °C, pulsos DCP 1/1	
<i>SPS-</i>	Notación SPS con composición bimodal y pulsos asimétricos	
<i>50_{G10}Fe₅900DCP_{1/9}</i>		
<i>K1, X1, X2</i>	Códigos de condiciones de la fase exploratoria SPS	

INTRODUCCIÓN

La fricción y el desgaste constituyen mecanismos relevantes de degradación de componentes mecánicos en aplicaciones industriales donde las superficies se encuentran sometidas al contacto y movimiento relativo con partículas sólidas. Su impacto se refleja en la eficiencia energética, la confiabilidad operacional y los costos de mantenimiento asociados al reemplazo prematuro de equipos y componentes [1,2]. A nivel global, se estima que las pérdidas económicas derivadas de la fricción y el desgaste superan el 1,4 % del producto interno bruto mundial, mientras que las pérdidas asociadas específicamente a la fricción pueden llegar a triplicar aquellas ocasionadas por el desgaste [3,4]. Esta problemática adquiere especial relevancia en operaciones que involucran el transporte y procesamiento de materiales particulados y suspensiones sólido-líquido, donde los componentes se encuentran sometidos a condiciones de abrasión y erosión como consecuencia de su interacción continua con partículas sólidas [5–18].

Particularmente, la industria minera representa uno de los sectores más afectados por estos mecanismos de degradación. Se estima que aproximadamente el 6,2 % de la energía mundial es consumida por actividades mineras, de la cual una fracción significativa se destina a vencer la fricción y al remplazo de componentes deteriorados por desgaste [19,20]. En operaciones de transporte de pulpas minerales, molienda, clasificación y procesamiento de minerales, los materiales son sometidos continuamente a condiciones altamente abrasivas y erosivas que limitan su vida útil y generan importantes costos operacionales. En el caso de Chile, donde la minería constituye uno de los principales motores de la economía nacional, el desarrollo de materiales con elevada resistencia al desgaste representa una necesidad tecnológica orientada a mejorar la vida útil de componentes sometidos a condiciones de desgaste abrasivo y erosivo asociadas a la interacción con partículas sólidas y suspensiones sólido-líquido, reducir los costos asociados al mantenimiento y contribuir a la sostenibilidad de los procesos industriales [21–23].

Como respuesta a esta problemática, los cermetes han adquirido una importancia creciente debido a su capacidad para combinar propiedades que rara vez coexisten en materiales monofásicos. Estos materiales compuestos integran una fase cerámica

responsable de aportar dureza, resistencia al desgaste y estabilidad química, junto con una fase metálica que proporciona tenacidad y capacidad de absorción de energía [24–27]. Gracias a esta combinación, los cermets han encontrado aplicación en herramientas de corte, componentes de perforación, revestimientos antidesgaste y sistemas sometidos a condiciones extremas de servicio [28,29].

Dentro de esta familia, los carburos cementados WC–Co constituyen actualmente el estándar industrial para aplicaciones de desgaste severo debido a su excelente combinación de dureza, resistencia al desgaste y tenacidad [30]. Sin embargo, el elevado costo de sus materias primas, la criticidad estratégica del tungsteno y el cobalto, así como las crecientes preocupaciones asociadas a la disponibilidad de estos recursos y a los riesgos ambientales y sanitarios vinculados al uso del cobalto, han impulsado la búsqueda de materiales alternativos capaces de ofrecer prestaciones comparables mediante el empleo de elementos más abundantes y económicamente accesibles [31–34]. En este escenario, los sistemas basados en hierro han despertado un creciente interés debido a su bajo costo, amplia disponibilidad y potencial para ser procesados mediante rutas pulvimetalúrgicas convencionales y avanzadas.

Entre los distintos sistemas propuestos, los cermets Fe–SiC representan una alternativa particularmente atractiva para aplicaciones sometidas a desgaste abrasivo y erosivo. El carburo de silicio posee elevada dureza, excelente estabilidad química y es un material fácilmente obtenible, con una elevada disponibilidad comercial y un menor costo relativo en comparación con el WC, mientras que el hierro actúa como una fase metálica relativamente tenaz, económica y fácilmente procesable. Adicionalmente, el sistema Fe–SiC presenta una elevada reactividad química, buena humectabilidad y una fuerte interacción entre ambas fases, características que permiten alcanzar procesos de consolidación en el rango de 900–1100 °C, temperaturas considerablemente inferiores a las requeridas por muchos sistemas de carburos cementados convencionales [35,36]. Estas ventajas han motivado numerosos estudios orientados a desarrollar materiales Fe–SiC para aplicaciones estructurales y tribológicas [6,35–43].

No obstante, la misma reactividad que hace atractivo al sistema Fe–SiC constituye también su principal limitación científica y tecnológica. Diversos estudios han demostrado que, durante la sinterización, particularmente en el intervalo aproximado

de 900–1100 °C, el carburo de silicio puede experimentar procesos de disociación parcial que conducen a la formación de siliciuros de hierro y carbono libre en forma de grafito [35–37]. Como consecuencia, la interfaz Fe/SiC evoluciona continuamente durante el procesamiento, modificando la composición local, la estabilidad de fases, la densificación y el comportamiento mecánico del material [36]. A diferencia de lo que ocurre en muchos materiales compuestos convencionales [44], donde el refuerzo cerámico permanece relativamente estable durante la consolidación, en el sistema Fe–SiC la respuesta final depende directamente de la estabilidad interfacial alcanzada durante el proceso de sinterización [35,37].

Esta situación se vuelve particularmente crítica cuando el contenido de SiC alcanza valores cercanos al 50 % en peso. En este régimen composicional, el material deja de comportarse como un compuesto de matriz metálica convencional y adquiere características propias de un cermet reactivo, donde la elevada área interfacial entre el hierro y el carburo de silicio amplifica los fenómenos de difusión, formación de siliciuros, redistribución del carbono y precipitación de grafito [36,40,45]. Como resultado, la respuesta final del material depende de un delicado equilibrio entre mecanismos beneficiosos asociados a la mejora de la unión y estabilidad interfacial, y mecanismos perjudiciales relacionados con la formación de fases frágiles y la degradación parcial del refuerzo cerámico [40,45]. En consecuencia, la densificación por sí sola no constituye un criterio suficiente para predecir el desempeño de estos materiales, siendo necesario comprender simultáneamente la evolución de las fases de reacción y su influencia sobre las propiedades mecánicas y tribológicas [37].

A pesar de la relevancia tecnológica de este sistema, aún existe una comprensión limitada acerca de cómo los parámetros de procesamiento controlan simultáneamente la estabilidad interfacial, la formación de siliciuros, la precipitación de grafito y el comportamiento tribológico de cermets Fe–SiC con altas fracciones de refuerzo cerámico [37,39]. Por ello, la relación entre procesamiento, evolución microestructural, estabilidad interfacial y desempeño frente al desgaste permanece insuficientemente comprendida, constituyendo una de las principales brechas científicas para el desarrollo de cermets Fe–SiC de alto desempeño [36,37,45,46].

Con el propósito de controlar estos fenómenos, durante las últimas décadas se han desarrollado diversas técnicas de sinterización asistidas por presión. Entre ellas, la

sinterización por plasma de chispas (Spark Plasma Sintering, FAST/SPS) ha despertado un interés creciente debido a su capacidad para promover una rápida densificación mediante la aplicación simultánea de presión uniaxial y corriente eléctrica pulsada [47–50]. Esta técnica permite reducir significativamente los tiempos de procesamiento, limitar el crecimiento de grano y disminuir el tiempo disponible para el desarrollo de reacciones interfaciales, modificando así la evolución microestructural respecto a los métodos de sinterización convencionales [49]. Sin embargo, aunque FAST/SPS ha demostrado ser altamente eficiente para densificar materiales complejos, la información disponible sobre su aplicación en cermets Fe–SiC continúa siendo limitada. Particularmente, existe una escasez de estudios enfocados en sistemas con contenidos cercanos al 50 %p/p de SiC, donde las reacciones interfaciales adquieren un papel determinante sobre la evolución microestructural y el desempeño funcional del material. En consecuencia, la influencia de FAST/SPS sobre la estabilidad interfacial, la formación de siliciuros, la precipitación de grafito, las propiedades mecánicas y el comportamiento tribológico de cermets Fe–50 %p/p SiC permanece insuficientemente comprendida [37].

En este contexto, la presente tesis plantea la hipótesis de que es posible controlar la evolución de las reacciones interfaciales entre el hierro y el carburo de silicio mediante el control de las condiciones de procesamiento, particularmente la temperatura y el tiempo de exposición térmica, reduciendo la formación de productos de reacción asociados a la disociación del SiC y favoreciendo simultáneamente la densificación del material [35,45,51]. En este sentido, FAST/SPS resulta particularmente atractivo para el sistema Fe–SiC debido a sus altas velocidades de calentamiento y reducidos tiempos de mantenimiento, que disminuyen la exposición térmica y el tiempo disponible para el desarrollo de reacciones interfaciales. Asimismo, la aplicación simultánea de presión y corriente pulsada favorece el contacto entre partículas y puede contribuir a la ruptura de películas superficiales de óxido, promoviendo la consolidación mediante ciclos de procesamiento más cortos. Bajo esta premisa, se propone desarrollar cermets Fe–50 %p/p SiC mediante prensado en caliente (Hot Pressing, HP) y FAST/SPS, evaluando sistemáticamente la influencia de los parámetros de procesamiento sobre la densificación, evolución microestructural,

estabilidad interfacial, propiedades mecánicas y comportamiento tribológico del sistema.

Finalmente, más allá de la optimización de parámetros de sinterización, esta investigación busca establecer una comprensión de las relaciones existentes entre procesamiento, estabilidad interfacial, formación de fases, propiedades mecánicas, mecanismos de daño y resistencia al desgaste en cermets Fe–SiC altamente reactivos. De esta manera, se pretende contribuir al desarrollo de una nueva generación de materiales antidesgaste basados en elementos abundantes y económicamente accesibles, capaces de constituir una alternativa tecnológica viable frente a los sistemas convencionales basados en WC–Co para aplicaciones industriales sometidas a condiciones extremas de abrasión y erosión.

Capítulo 1 Estado del arte sobre cermets, definición, aplicaciones y desafíos.

Este capítulo presenta el marco conceptual que sustenta el desarrollo de la presente tesis doctoral. Se aborda, en primer lugar, la problemática tecnológica del desgaste y su impacto económico, energético y ambiental; a continuación, se revisan los materiales resistentes al desgaste y los fundamentos científicos de la pulvimetalurgia y de las técnicas de sinterización asistidas por presión (Hot Pressing) y por campo eléctrico (Spark Plasma Sintering); posteriormente, se sintetiza el estado del arte específico del sistema Fe–SiC en términos de microestructura, interfaz, densificación, propiedades mecánicas y comportamiento al desgaste; y, finalmente, a partir de las brechas de conocimiento identificadas, se formulan la hipótesis, el objetivo general y los objetivos específicos que guían el desarrollo experimental descrito en los capítulos siguientes.

1.1 Cermets definición

Los cermets son materiales compuestos de tipo metal-cerámico cuya principal fortaleza radica en la combinación de propiedades que rara vez coexisten en materiales monofásicos: una fase cerámica que aporta dureza, resistencia al desgaste y estabilidad química, junto con una fase metálica que confiere tenacidad y capacidad de absorción de energía [52–55]. Esta combinación ha permitido su empleo en herramientas de corte, recubrimientos resistentes a la corrosión y erosión, componentes aeroespaciales y sistemas de energía avanzada [40,53,54,56–60]. La Figura 1-1 esquematiza los arreglos de fases posibles en un cermet: (a) fase cerámica continua, (b) fase metálica continua como aglutinante, y (c) el cermet resultante de la interconexión de ambas fases [61]. No obstante, la consolidación tecnológica de estos materiales enfrenta desafíos asociados al procesado, la densificación y la formación de fases intermetálicas frágiles, lo que ha motivado un creciente número de investigaciones orientadas a mejorar su microestructura y desempeño.

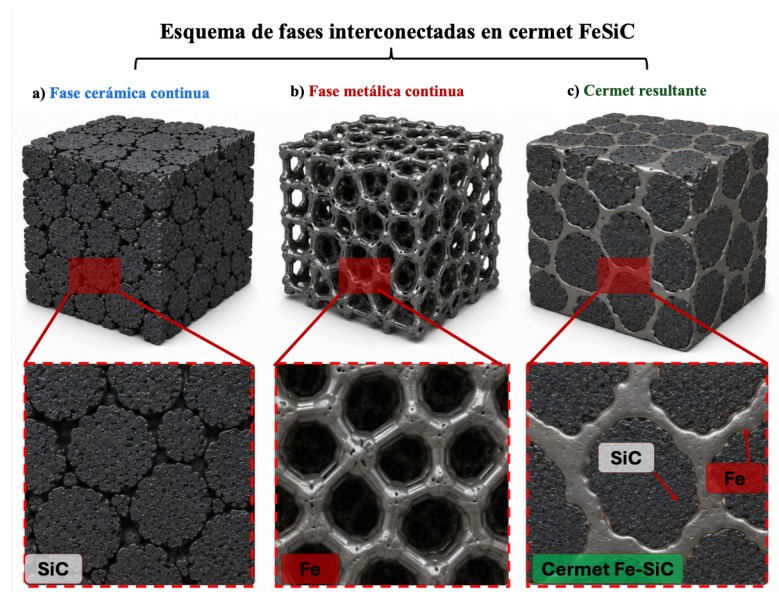


Fig. 1-1 Esquema de fases interconectadas metal–cerámica en cermets: (a) fase cerámica continua, (b) fase metálica continua como fase aglutinante, y (c) cermet resultante de la interconexión de ambas fases. Elaborado por el autor a partir de [61].

1.1.1 Carburos cementados WC-Co: Ventajas y limitaciones

Los carburos cementados constituyen uno de los grupos de cermets más exitosos y ampliamente utilizados a nivel industrial, debido a su excelente combinación de dureza, tenacidad y resistencia al desgaste [62]. Entre ellos, los sistemas basados en WC–Co se han consolidado como el estándar para herramientas de corte, componentes de perforación, equipos de minería y aplicaciones sometidas a condiciones severas de desgaste abrasivo y erosivo [30,63]. Con el propósito de ajustar el equilibrio entre dureza, tenacidad, resistencia al desgaste y estabilidad química, se han desarrollado diferentes composiciones basadas en carburos de tungsteno, carburos de titanio y carbonitruros, empleando aglutinantes metálicos como Co, Ni, Fe, Mo y sus aleaciones [29,64]. La fracción de fase cerámica en los materiales WC–Co puede variar aproximadamente entre 70 y 95 % p/p dependiendo de los requerimientos de cada aplicación. Mayores contenidos de WC favorecen la dureza y la resistencia al desgaste, mientras que mayores contenidos de aglutinante incrementan la tenacidad del material [65]. Por su parte, la Figura 1-2 muestra la relación entre el tamaño de grano, la dureza y diferentes campos de aplicación de los carburos cementados WC–Co. La incorporación de elementos como Cr en sistemas WC–CoCr permite además mejorar la resistencia a la corrosión y controlar el crecimiento de grano durante la sinterización,

ampliando su rango de aplicaciones industriales [63]. Estos materiales son ampliamente utilizados en la producción de herramientas de corte y perforación, así como en revestimientos aplicados mediante técnicas de hardfacing [64].

Sin embargo, la sinterización de estos materiales es costosa debido al alto valor del polvo de WC y a la limitada disponibilidad global del Co [66]. Dada su importancia económica y el riesgo de suministro, tanto el tungsteno (W) como el cobalto (Co) han sido incluidos en la lista de materias primas críticas (CRM), lo que impulsa a la industria a desarrollar materiales duros con aglutinantes y carburos alternativos que los reemplacen [32,33].

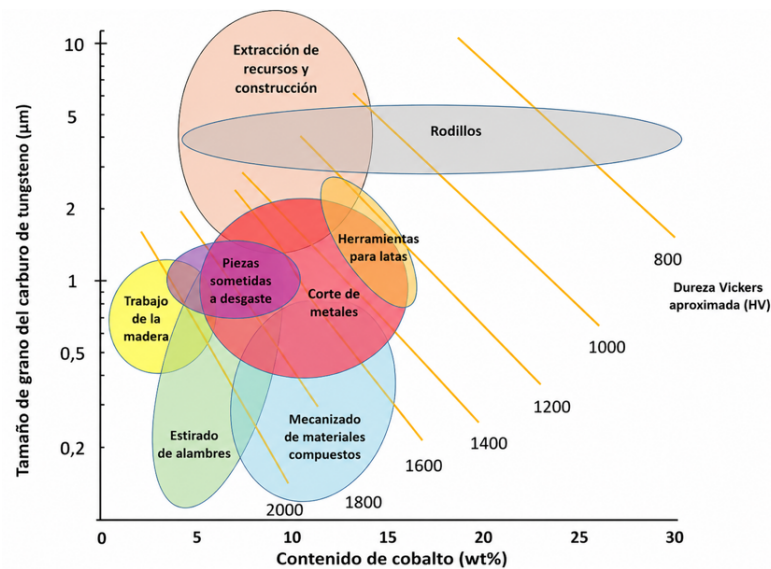


Fig. 1-2 Aplicaciones de los carburos cementados (WC-Co) según el tamaño de grano de Co y WC. Las líneas diagonales indican la dureza HV aproximada del material. Elaborado por el autor a partir de [65].

1.1.2 Cermets alternativos basados en Fe

Los cermets con aleaciones de Fe han sido propuestos como una alternativa a los aglutinantes convencionales basados en Co y Ni, principalmente debido a su menor costo, amplia disponibilidad y menor criticidad de suministro [65]. Desde el punto de vista de salud y seguridad, el empleo de Fe también puede reducir algunas de las preocupaciones asociadas al uso de Co y Ni, ambos sujetos a restricciones y clasificaciones específicas en normativas internacionales [32–34,67]. Adicionalmente, las aleaciones de Fe ofrecen la posibilidad de modificar sus propiedades mediante tratamientos térmicos, como temple y revenido, permitiendo ajustar propiedades relevantes para aplicaciones tribológicas, entre ellas la resistencia mecánica y la

tenacidad a la fractura [24,68–70]. Sin embargo, su utilización como fase metálica también presenta desafíos relacionados con la estabilidad de fases, la reactividad con los refuerzos cerámicos y el control microestructural durante el procesamiento. Por tanto, el potencial de los sistemas basados en Fe como alternativa a los aglutinantes de Co y Ni depende de la composición, la microestructura desarrollada y las condiciones de procesamiento [24].

En las últimas dos décadas se han investigado diferentes sistemas de cermets con aleaciones de Fe, evidenciándose que su evolución microestructural depende de variables como la velocidad de procesamiento, la temperatura de sinterización y el contenido de carbono, que influyen sobre la formación de fases secundarias, el tamaño de grano, la porosidad y las propiedades mecánicas. Maurya et al.[71] mostraron que, en la fabricación aditiva de cermets TiC–Fe, la velocidad de depósito durante el precalentamiento modifica las dislocaciones, las tensiones internas y la ductilidad del material. En cermets Ti(C,N)–FeCrMo, el contenido de Mo modifica la humectabilidad y el tamaño de grano de Ti(C,N), mientras que el incremento de la temperatura de sinterización favorece su crecimiento [72]. Asimismo, un mayor contenido de carbono promueve la precipitación de carburos M_7C_3 en sistemas TiC–FeCrMo [73], mientras que el tipo de carburo y el contenido de nitrógeno influyen sobre la porosidad en sistemas TiC–Fe, ZrC–Fe, HfC–Fe y Ti(C,N)–Fe [74]. Estos antecedentes muestran que el empleo de aleaciones de Fe como fase metálica presenta tanto posibilidades de ajuste microestructural como desafíos asociados a la formación de fases secundarias, la porosidad y la interacción con el refuerzo cerámico. Por tanto, su utilización requiere controlar conjuntamente la composición y las condiciones de procesamiento para alcanzar el balance de propiedades requerido para cada aplicación.

1.1.3 Justificación del uso de SiC como refuerzo.

El carburo de silicio (SiC) es uno de los materiales cerámicos más abundantes del planeta y destaca por su alta dureza, la cual varía en función de los distintos polimorfismos que presenta [75,76]. Frente al WC, el SiC ofrece una dureza comparable o superior, pero con una tenacidad a la fractura considerablemente menor, dado su carácter covalente y su mayor fragilidad intrínseca; esta combinación de alta dureza y baja tenacidad es, precisamente, la que motiva su uso como fase de refuerzo

dentro de una matriz metálica dúctil capaz de compensar dicha fragilidad, en lugar de emplearlo como material monolítico. Por esta razón, el SiC ha sido estudiado como una fase cerámica alternativa al WC en el desarrollo de cermets, y numerosos estudios han explorado su incorporación en materiales compuestos para modificar sus propiedades en función de la aplicación específica. De manera consistente, estos trabajos muestran que el aumento del contenido de fase cerámica o de fases metálicas secundarias en compuestos base SiC incrementa simultáneamente la dureza y el módulo elástico, y en varios casos también la conductividad eléctrica, sin deteriorar significativamente la tenacidad a la fractura. Así, Fides et al. [77] observaron en compuestos SiC/TiNbC que, al aumentar el contenido de TiNbC (30, 40 y 50 % en peso), se incrementan la dureza y el módulo de Young, mientras que la tenacidad a la fractura se mantiene constante y la conductividad eléctrica supera ampliamente a la de las cerámicas convencionales de SiC. De modo similar, la incorporación de fases metálicas (Ti y Nb) en cermets base SiC preparados por reacción in situ aumenta significativamente la conductividad eléctrica, debido al dopado de los granos de SiC por difusión de componentes metálicos[78]; y los cermets SiC–B4C con incorporaciones de Si y Al, procesados mediante Spark Plasma Sintering (SPS), muestran mejoras en densidad, microdureza y resistencia al desgaste, junto con una resistencia mejorada a la oxidación por la formación de una capa protectora de SiO₂ [79]. Considerando estas diferencias, la Tabla 1-1 compara las principales propiedades físicas y mecánicas de los constituyentes de los sistemas Fe–SiC y WC–Co, junto con sus precios de referencia.

Tabla 1-1 Comparación de las propiedades físicas, mecánicas y precios de referencias de los constituyentes en los sistemas Fe-SiC y WC-Co [80–91].

Propiedad	SiC	WC	Fe	Co
Densidad ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	3,0–3,20	15,25–15,88	7,86–7,88	8,80
Dureza (HV)	2000–3000	1730–3670*	≈ 150	≈ 253
Tenacidad a la fractura, KIC ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	3,5–7,0	2,0–3,8	25-60	8-56
Módulo elástico (GPa)	400–450	600–707	≈ 200	≈ 211
Precio de referencia ($\text{US}\$ \cdot \text{kg}^{-1}$)	1–3	20–35	0,6–1,5	55–58

Más allá de sus prestaciones mecánicas, la menor densidad del SiC respecto al WC introduce diferencias relevantes desde al punto de vista del diseño y procesamiento [92,93]. Su densidad ($\approx 3,2 \text{ g/cm}^3$) es casi cinco veces menor que la del

WC ($\approx 15,6 \text{ g/cm}^3$). Dado que el Fe ($\approx 7,9 \text{ g/cm}^3$) también es sustancialmente menos denso que el Co ($\approx 8,9 \text{ g/cm}^3$) o que el propio WC, un cermet Fe–SiC resulta considerablemente más liviano que un WC–Co de igual volumen como se muestra en la Figura 1-3. En términos prácticos, esto significa que, para un mismo componente (por ejemplo, un revestimiento o una pieza de desgaste de geometría fija), el sistema Fe–SiC permite reducir la masa del componente para un mismo volumen, en sentido inverso, que para una misma masa disponible de material se puede fabricar un volumen considerablemente mayor de componente en Fe–SiC que en WC–Co, lo que puede resultar favorables en equipos rotativos o de manipulación donde la masa en movimiento incide en el consumo energético y en la carga sobre rodamientos y estructuras de soporte [94]. A esta ventaja volumétrica se suma que tanto el Si como el C que componen el SiC son elementos abundantes y de bajo costo, al igual que el Fe.

La combinación de una matriz de Fe, caracterizada por su bajo costo, amplia disponibilidad y posibilidad de tratamiento térmico, con un refuerzo de SiC de alta dureza, baja densidad y elevada abundancia, constituye una alternativa potencial a los cermets WC–Co. Estas características permiten reducir el costo, el peso y la dependencia de materias primas críticas, justificando el estudio del sistema Fe–SiC para aplicaciones sometidas a condiciones de desgaste severo. Adicionalmente, el sistema Fe–SiC presenta una elevada reactividad química y buena mojabilidad entre ambas fases, lo que permite alcanzar procesos de consolidación en el rango de 900–1100 °C, temperaturas considerablemente inferiores a las requeridas por los sistemas de carburos cementados convencionales[35,36]. Estas ventajas han motivado numerosos estudios orientados a desarrollar materiales Fe–SiC para aplicaciones estructurales y tribológicas [35–37,39–41,95,96].

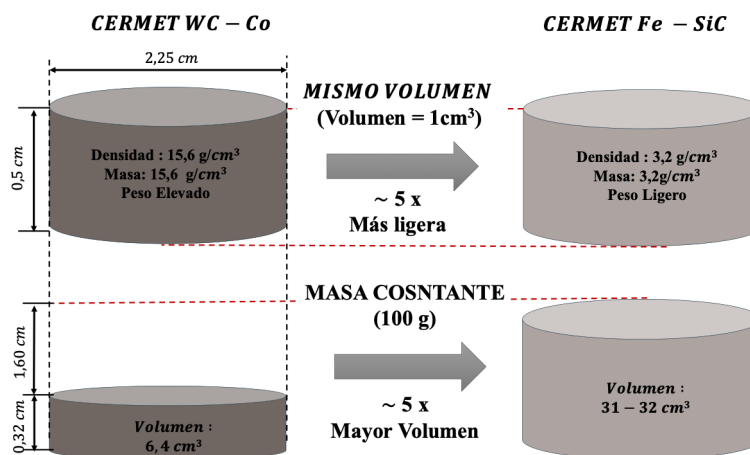


Fig. 1-3 Comparación esquemática de las ventajas volumétricas y de densidad entre los sistemas WC-Co y Fe-SiC.

No obstante, la misma reactividad que hace atractivo al sistema Fe-SiC constituye también su principal desafío científico y tecnológico, el cual se examina en detalle en la sección 1.4 de este capítulo.

1.2 Fundamentos científicos

1.2.1 Pulvimetalurgia

La pulvimetalurgia (PM) constituye una ruta de procesamiento de materiales en estado sólido, basada en la síntesis, consolidación y conformado de polvos metálicos para la fabricación de componentes estructurales y funcionales con propiedades específicas. A diferencia de los métodos convencionales de fusión y colada, la PM permite un mayor control de la microestructura mediante la selección de la composición, el tamaño y la distribución granulométrica de los polvos, así como las condiciones de consolidación y sinterización, una reducción significativa del desperdicio de material y la posibilidad de obtener geometrías cercanas a la neta (near-net-shape), lo que se traduce en ventajas económicas y tecnológicas [97]. El proceso pulvimetalúrgico convencional, esquematizado en la Fig. 1-4, involucra cuatro etapas principales: (a) producción de polvos metálicos mediante rutas físicas, químicas o mecánicas; (b) mezclado y acondicionamiento para asegurar la homogeneidad de composición; (c) compactación de los polvos bajo presión uniaxial o isostática, en frío o en caliente; y (d) sinterización, usualmente en atmósferas controladas o en vacío, para promover la difusión atómica y la consolidación de los compactos.

Adicionalmente, pueden aplicarse tratamientos posteriores como prensado isostático en caliente (HIP), deformación plástica severa o tratamientos termomecánicos, con el objetivo de alcanzar densificaciones casi totales y microestructuras refinadas [98,99].

Una de las principales ventajas de la PM radica en su capacidad para producir materiales que no es posible obtener mediante técnicas de fusión convencionales: el procesamiento en estado sólido permite combinar matrices metálicas con refuerzos cerámicos o intermetálicos, posibilitando materiales compuestos con propiedades sinérgicas: elevada dureza, resistencia al desgaste abrasivo y erosivo, alta tenacidad a la fractura y estabilidad térmica, lo que explica su creciente utilización en el desarrollo de aleaciones refractarias, superaleaciones, cermetes y compuestos de matriz metálica [97,100].

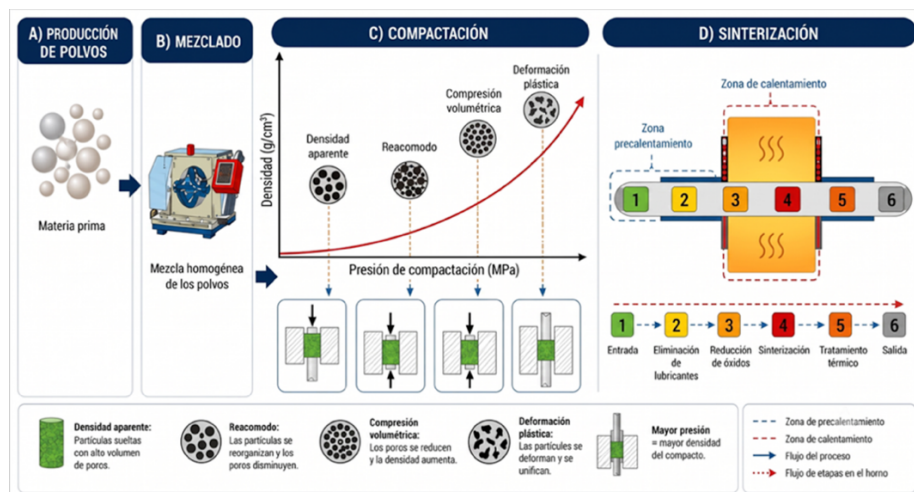


Fig. 1-4 Etapas del proceso de press and sinter

La tecnología pulvimetalúrgica convencional presenta también ciertas limitaciones: (i) la dificultad de procesar piezas de gran tamaño o de geometría extremadamente compleja, debido a las restricciones inherentes al flujo de polvos; (ii) los costos elevados de algunos polvos metálicos, en particular de metales reactivos como el titanio; y (iii) la necesidad de un control estricto de los parámetros de compactación, sinterización y atmósfera, a fin de evitar defectos como porosidad residual, heterogeneidades composicionales no deseadas o reacciones interfaciales perjudiciales [101]. En términos de aplicaciones, la PM ha demostrado ser altamente competitiva en sectores de elevada exigencia tecnológica: en la industria aeronáutica y aeroespacial, para componentes ligeros de titanio y superaleaciones [102–104]; en

la automoción, para piezas sometidas a desgaste y fricción como engranajes, cojinetes y válvulas [104–109] ; en el sector biomédico, para implantes y prótesis con elevada biocompatibilidad [110–116]; en aplicaciones energéticas y nucleares, para materiales refractarios con alta estabilidad dimensional y resistencia a la corrosión [117–122]; y en minería, para herramientas de corte, perforación y molienda que deben soportar condiciones extremas de abrasión, impacto y erosión, extendiendo la vida útil de equipos críticos [123–125].

1.2.2 Prensado en caliente (HP) y Spark Plasma Sintering (SPS)

Dentro del procesamiento pulvimetalúrgico, la sinterización constituye la etapa fundamental para consolidar los compactos verdes y conferirles las propiedades finales deseadas. Este proceso, basado en la difusión atómica y en la reducción progresiva de la porosidad, determina de manera directa la densificación, la microestructura y, en consecuencia, el desempeño mecánico y funcional de los materiales obtenidos. En función del tipo de aplicación y de las limitaciones tecnológicas, se han desarrollado diversos métodos de sinterización, que van desde técnicas convencionales en horno bajo atmósferas controladas hasta procedimientos avanzados de alta eficiencia energética, como la sinterización asistida por corriente eléctrica o presión [126–128]. La elección del método adecuado no solo impacta el costo y la escalabilidad del proceso, sino también la posibilidad de controlar reacciones interfaciales y fases indeseadas, aspectos críticos en la producción de materiales compuestos y cermets.

Entre los métodos de sinterización asistida por presión, el Hot Pressing (HP) y el Spark Plasma Sintering (SPS) constituyen las rutas más empleadas para la consolidación de materiales avanzados. En el HP, la densificación se logra mediante la aplicación simultánea de temperatura y presión uniaxial sobre un compacto de polvos contenido en una matriz refractaria, generalmente de grafito o alúmina, lo que favorece los mecanismos de difusión en estado sólido y reduce la porosidad residual[129,130]. El SPS, también referido como Field-Assisted Sintering Technology (FAST), ha despertado un interés creciente en las últimas décadas debido a su capacidad para promover una rápida densificación mediante la aplicación simultánea de presión uniaxial y corriente eléctrica pulsada [47–50] . Esta técnica incorpora el paso de corriente eléctrica pulsada de alta densidad (típicamente 1000–

10000 A) a través del sistema polvo–molde, generando un calentamiento interno por efecto Joule que acelera la cinética de difusión, permite alcanzar tasas de calentamiento entre 100 y 1000 K/min y reduce los tiempos de sinterización a 3–10 min [131–134]. Estas diferencias en los mecanismos de transferencia de energía se traducen en un mejor control microestructural, limitando el crecimiento de grano y mejorando las propiedades finales del material [135–137].

1.2.3 Relación procesamiento, microestructura, propiedades y mecanismos de densificación

1.2.3.1 Prensado en caliente (HP)

La Figura 1-5 a, resume los principales mecanismos de transporte de masa que intervienen durante la sinterización y evidencia que únicamente la difusión por límite de grano y la difusión volumétrica contribuyen al acercamiento de los centros de las partículas y, por consiguiente, a la densificación del compacto, mientras que la evaporación–condensación y la difusión superficial favorecen principalmente el crecimiento de los cuellos de sinterización sin producir una reducción significativa de la porosidad [138–140]. En consecuencia, la evolución microestructural durante la sinterización resulta de la competencia entre los mecanismos que favorecen la densificación y aquellos que promueven el engrosamiento microestructural (coarsening), incluido el crecimiento de grano. En procesos asistidos simultáneamente por presión y temperatura, como el HP, la deformación plástica de la fase metálica puede además favorecer fenómenos de recuperación y recristalización cuando se alcanzan las condiciones térmicas y mecánicas necesarias, donde el predominio de los mecanismos de densificación frente al engrosamiento permite obtener materiales con menor porosidad residual [141].

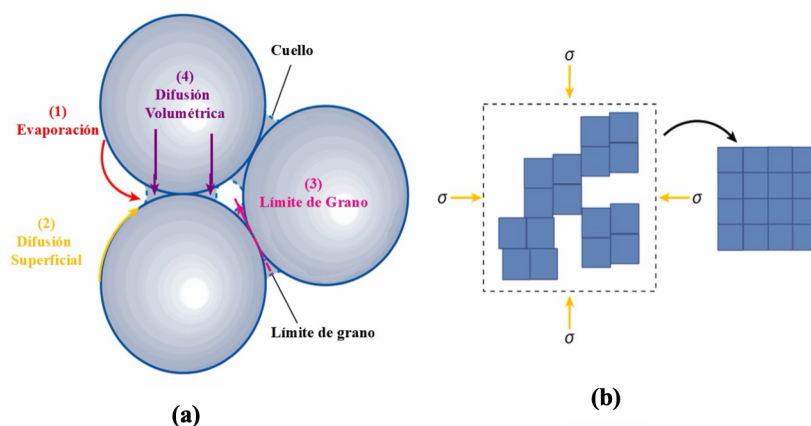


Fig. 1-5 a): Mecanismos de transporte de masa que intervienen en la sinterización; b): Esquema del mecanismo de reordenamiento de partículas o cristalitos causado por las presiones aplicadas. Elaborado por el autor a partir de [138].

En este contexto, la Figura 1-5b ilustra el mecanismo de reordenamiento de partículas inducido por la presión aplicada, característico de las técnicas de sinterización asistidas. La aplicación de una tensión compresiva (σ) favorece el desplazamiento y la reorganización de las partículas, incrementando el número de contactos entre ellas y reduciendo el volumen de poros. Este reordenamiento facilita posteriormente la actuación de los mecanismos difusivos responsables de la densificación y, cuando la tensión aplicada supera el límite elástico a compresión del material, puede complementarse con deformación plástica, acelerando aún más la consolidación del compacto[142,143]

En el Hot Pressing, la densificación evoluciona de manera secuencial aunque parcialmente solapada desde una etapa inicial dominada por el reacomodo geométrico de partículas bajo presión, hacia etapas intermedias y finales controladas por deformación plástica localizada, creep y difusión atómica [142,143] como se observa en la Figura 1-6. Durante el reacomodo inicial, la presión aplicada induce deslizamiento, rotación y reacomodo de las partículas, reduciendo la porosidad abierta mediante compactación puramente mecánica, en un proceso que responde al principio general de empaquetamiento de partículas de distinta granulometría, donde las partículas finas actúan como relleno entre partículas de mayor tamaño[144,145].

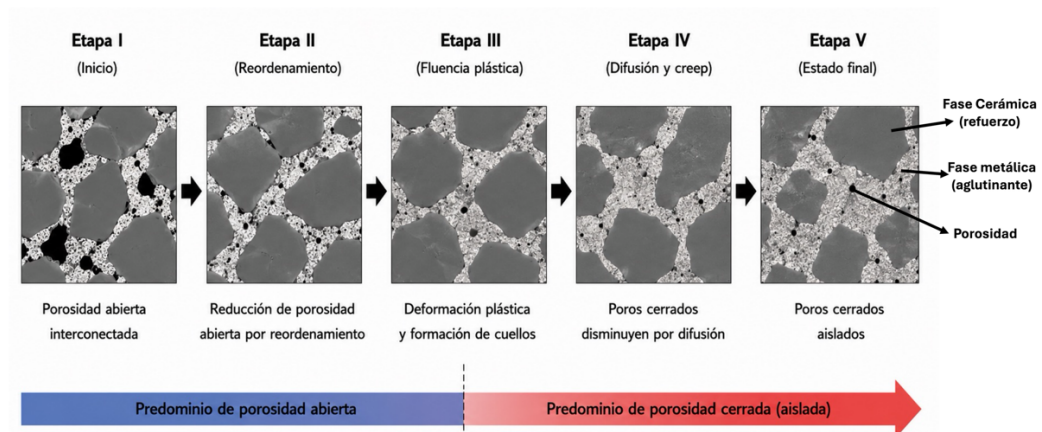


Fig. 1-6 Evolución de la porosidad durante la densificación en HP transición desde la porosidad abierta interconectada hacia la porosidad cerrada aislada.

Al incrementarse la temperatura, la resistencia mecánica de la fase metálica disminuye, facilitando su deformación bajo la presión aplicada. De acuerdo con el modelo de Helle, Easterling y Ashby, las tensiones efectivas en los contactos entre partículas se amplifican respecto a la presión macroscópica mediante un factor $F = 1/(1-D)^2$, donde D corresponde a la densidad relativa del compacto (Figura. 1-7). Como consecuencia, las tensiones locales pueden superar el límite elástico del material, activando la deformación plástica en los contactos interpartícula y acelerando el proceso de consolidación.[143–146] . Dado que F crece de forma pronunciada a medida que D se aproxima a 1, pequeñas variaciones de densidad durante las etapas finales de la sinterización generan incrementos importantes en la tensión localizada sobre los cuellos interpartícula.

En etapas más avanzadas, la densificación deja de estar controlada por deformación plástica instantánea y pasa a depender de mecanismos de creep y difusión atómica, mientras la porosidad abierta evoluciona hacia una red de poros cerrados aislados cuya eliminación requiere transporte difusivo sostenido Figura 1-7 [142,147,148]. Esta cinética puede describirse mediante la ley general de Norton–Herring–Bailey (Ec. 1.1), que relaciona la tasa de deformación efectiva con la

tensión aplicada y la energía de activación para la difusión volumétrica [35,36].

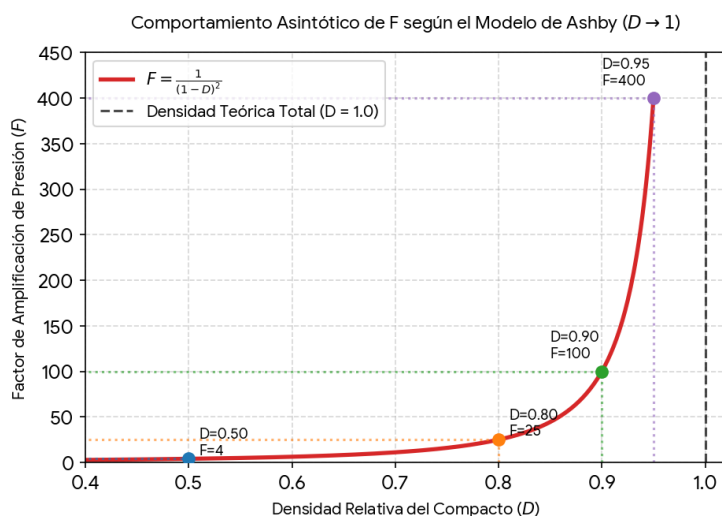


Fig. 1-7 Evolución del factor de amplificación de presión F en función de la densidad relativa del compacto según el modelo de Helle, Easterling y Ashby. Elaborado por el autor a partir [143].

La velocidad de deformación efectiva puede describirse mediante la ley general de Norton–Herring–Bailey en la fase metálica:

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp(-Q/RT) \quad (1.1)$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la tasa de deformación efectiva, σ la tensión equivalente de von Mises, n el exponente de sensibilidad al esfuerzo, Q la energía de activación asociada al mecanismo de difusión dominante y A un factor preexponencial que engloba las propiedades difusivas y microestructurales del material, incluyendo el coeficiente de autodifusión, el cual sigue una dependencia de tipo Arrhenius, $D = D_0 \exp(-Q/RT)$ [35,36]. En consecuencia, la velocidad de deformación aumenta con la temperatura y con la tensión aplicada, mientras que la magnitud de los parámetros A , n y Q depende de la naturaleza del material, su estructura cristalina, el tamaño de grano y el mecanismo de transporte de masa predominante. Estas variables determinan la eficiencia del proceso de densificación y la evolución de la porosidad durante el prensado en caliente [149,150].

En esta región predominan simultáneamente diversos mecanismos de densificación, los cuales actúan de manera complementaria para favorecer el transporte de masa, el crecimiento de los cuellos entre partículas y la reducción progresiva de la porosidad residual. La contribución relativa de cada mecanismo depende principalmente de la temperatura homologada, la presión aplicada, el tamaño

de partícula, el tamaño de grano y las características microestructurales del material, tal como se ilustra en la Figura 1-8 [151,152]

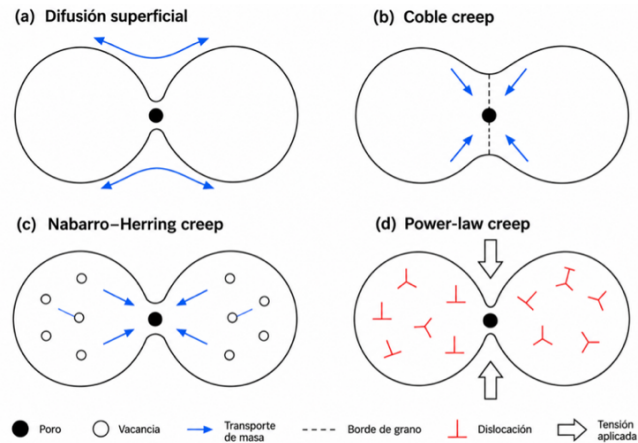


Fig. 1-8 Representación esquemática de los principales mecanismos de transporte de masa durante la densificación en prensado en caliente (HP).

El primer mecanismo corresponde al power-law creep, asociado al movimiento de dislocaciones bajo la acción de la tensión aplicada. La deformación ocurre mediante el deslizamiento de dislocaciones y, a temperaturas elevadas, puede estar asistida por el trepado de dislocaciones controlado por difusión, que permite superar obstáculos al deslizamiento. Este proceso favorece el flujo plástico del material y el colapso progresivo de los poros cerrados. El mecanismo adquiere especial relevancia a temperaturas elevadas y bajo altas tensiones efectivas en los contactos entre partículas, donde la velocidad de deformación depende tanto de la temperatura como de la tensión aplicada. En la Figura 1-8 (d) se representa esquemáticamente la presencia de dislocaciones en las partículas sometidas a compresión uniaxial.

El mecanismo de Nabarro–Herring creep está controlado por la difusión volumétrica, es decir, por el transporte de vacancias y átomos a través del interior de la red cristalina. Bajo gradientes locales de tensión, los átomos migran desde regiones sometidas a compresión hacia zonas de menor tensión, favoreciendo una deformación lenta y homogénea del material. Este mecanismo predomina a temperaturas elevadas y en materiales con tamaños de grano relativamente grandes, ya que el transporte de masa ocurre a través del volumen cristalino [151,152]. En la Figura 1-8 (c) este comportamiento se representa mediante la difusión atómica a través del interior de los granos.

Por su parte, el Coble creep está gobernado por la difusión a lo largo de los bordes de grano, los cuales constituyen caminos preferenciales para el transporte de masa debido a su mayor energía y menor barrera de difusión. Como consecuencia, este mecanismo puede activarse a temperaturas inferiores a las requeridas para la difusión volumétrica y adquiere mayor importancia en materiales con tamaño de grano fino o elevada área interfacial. En la Figura 1-8 (b) este proceso se ilustra mediante el transporte de átomos a lo largo de los límites de grano.

A diferencia de los mecanismos anteriores, la difusión superficial interviene principalmente en el crecimiento inicial de los cuellos entre partículas mediante el transporte de átomos sobre la superficie libre. Si bien este proceso reduce la energía superficial del sistema y favorece el establecimiento del contacto entre partículas, su contribución a la densificación es limitada, ya que no produce una reducción significativa del volumen de poros [151,152]. Este comportamiento se representa esquemáticamente en la Figura 1-8 (a) mediante la difusión de átomos sobre la superficie de las partículas.

La contribución relativa de cada mecanismo depende de la temperatura, el tamaño de grano, la presión aplicada y la densidad relativa del compacto. En general, a bajas temperaturas predominan la difusión superficial y la difusión por borde de grano, mientras que al aumentar la temperatura adquieren mayor relevancia la difusión volumétrica y los mecanismos de fluencia plástica, como se representa cualitativamente en la Figura 1-9. Las regiones mostradas indican tendencias en la predominancia relativa de los mecanismos y no establecen una relación cuantitativa directa entre temperatura homóloga y densidad relativa alcanzable.

A medida que avanza la densificación, la reducción de la porosidad modifica las rutas disponibles para el transporte de masa y favorece la transición entre los distintos mecanismos dominantes. Durante las etapas iniciales, la elevada energía superficial impulsa la formación y crecimiento de cuellos entre partículas, mientras que en las etapas intermedia y final predominan los mecanismos responsables del cierre de la porosidad remanente y de la deformación del compacto. La eficiencia de estos procesos depende de la movilidad atómica, de la capacidad de deformación del material y de la evolución microestructural durante el tratamiento térmico [45,153]

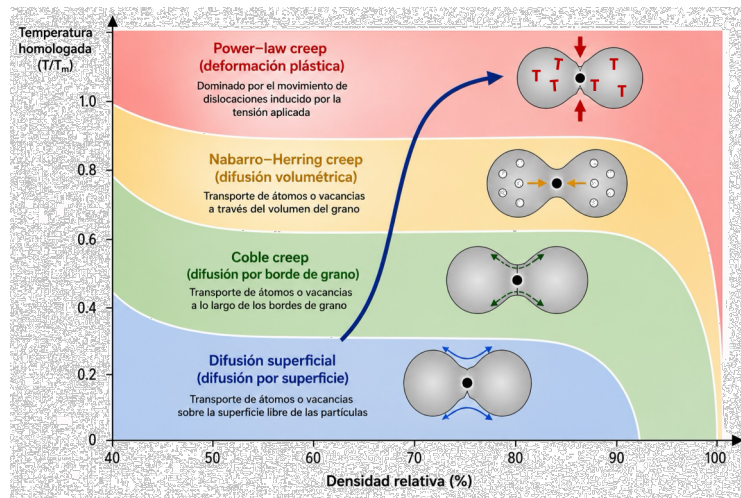


Fig. 1-9 Representación esquemática de los principales mecanismos de transporte de masa durante la densificación en prensado en caliente (HP).

En materiales donde coexisten diferentes fases o interfaces, el incremento de la temperatura puede activar procesos de difusión química y reacciones interfaciales que modifican la composición y la microestructura del sistema. Dependiendo de la naturaleza de los materiales involucrados, estas transformaciones pueden favorecer la consolidación mediante la formación de uniones más resistentes entre partículas o, por el contrario, originar nuevas fases, zonas frágiles o defectos que afecten negativamente las propiedades finales del material [45,153]

Por ello, el control de la cinética de difusión y de la evolución microestructural constituye un aspecto fundamental para optimizar los procesos de prensado en caliente, ya que determina simultáneamente el grado de densificación, el crecimiento de grano, la estabilidad de las interfaces y, en consecuencia, las propiedades mecánicas y funcionales del material consolidado [154,155].

1.2.3.2 Limitaciones intrínsecas del prensado en caliente (HP)

El prensado en caliente convencional emplea tasas de calentamiento relativamente moderadas y tiempos prolongados de mantenimiento térmico, condiciones que favorecen la difusión atómica, el crecimiento de grano y la evolución microestructural hacia estados cercanos al equilibrio termodinámico [142,143,156]

Aunque estas características permiten obtener materiales con elevados niveles de consolidación, también pueden favorecer fenómenos no deseados, como el crecimiento excesivo de grano, la aparición de reacciones interfaciales, la formación

de nuevas fases o cambios microestructurales que deterioren las propiedades mecánicas y funcionales del material, dependiendo de la naturaleza del sistema estudiado [45,157].

Asimismo, dado que el calentamiento se realiza principalmente por conducción desde el exterior del molde, pueden generarse gradientes de temperatura dentro del compacto, especialmente en componentes de gran espesor o geometría compleja. Estas diferencias térmicas pueden traducirse en velocidades de densificación no uniformes y en heterogeneidades microestructurales locales [45,157].

1.2.4 Spark Plasma Sintering (SPS)

A diferencia del HP, en el SPS la energía térmica no se transfiere desde una fuente externa, sino que se disipa internamente en el volumen del polvo y de los punzones de grafito por calentamiento resistivo (efecto Joule), lo que habilita mecanismos físicos adicionales ver Figura 1-10. En primer lugar, el calentamiento Joule se localiza preferentemente en los cuellos interpartícula: la densidad de potencia disipada, $Q = j^2\rho$ (con j la densidad de corriente y ρ la resistividad eléctrica local), se concentra en las regiones de mayor resistencia eléctrica del sistema, generando temperaturas locales que pueden superar en cientos de grados a la temperatura promedio del polvo y acelerando la difusión justo donde se requiere para la sinterización[133,158,159] . En segundo lugar, el paso de corriente continua induce electromigración: una fuerza adicional sobre los átomos cargados o polarizables que se superpone al gradiente químico de la difusión fickiana convencional, fenómeno formalizado por Huntington y Grone [152] y revisado en el contexto del SPS por Olevsky y colaboradores [147,160] ; en sistemas con interfases conductoras–aislantes, este efecto acelera la reacción interfacial y contribuye a una mayor uniformidad microestructural [35,37] En tercer lugar, cuando el refuerzo cerámico posee una resistividad eléctrica considerablemente mayor que la de la matriz metálica, la corriente se redistribuye espacialmente y genera picos locales de densidad de corriente de 3 a 5 veces superiores al promedio en la fracción metálica adyacente al refuerzo, produciendo un calentamiento Joule preferencial en torno a las partículas cerámicas y favoreciendo la densificación local de la matriz[133,161]. En cuarto lugar, la operación en régimen pulsado con tiempos característicos de milisegundos ON/OFF modula la evolución

térmica del sistema; independientemente de la existencia de microplasmas en los huecos interpartícula, hipótesis propuesta por Tokita [132,134] aún debatida en la literatura, está bien establecido que la razón ON/OFF controla la temperatura de cresta en los cuellos, la cinética de crecimiento de grano y la fracción de fases de descomposición [133,162]. Finalmente, la atmósfera de sinterización constituye un parámetro crítico: la presión parcial residual de oxígeno en vacío puede oxidar la superficie de la fase metálica durante el ciclo térmico, formando óxidos no conductores que actúan como barrera a la densificación y degradan la tenacidad a la fractura, mientras que el reemplazo del vacío por argón de alta pureza elimina esta limitación y favorece densificaciones más completas [163]

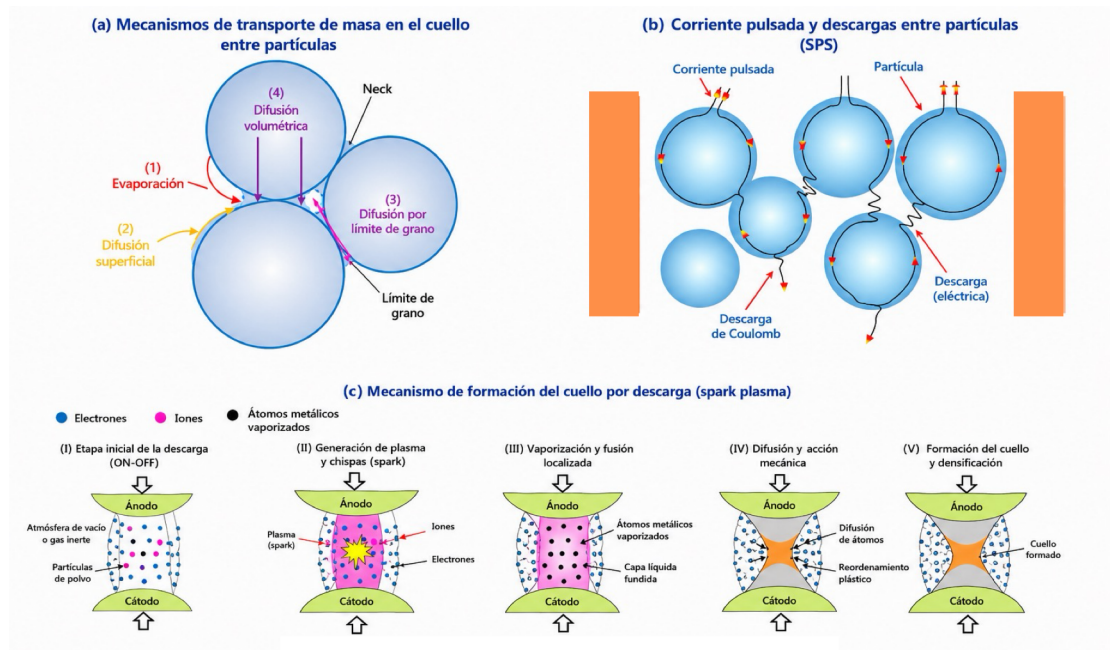


Fig. 1-10 Representación esquemática de los mecanismos asociados a la sinterización por SPS: (a) mecanismos de transporte de masa durante la formación y crecimiento del cuello entre partículas; (b) circulación de corriente pulsada y descargas eléctricas entre partículas; y (c) etapas propuestas para la formación y crecimiento del cuello por efecto de la descarga eléctrica, el transporte de masa y la acción de la presión aplicada. Adaptado de [131]

Estas particularidades explican por qué el SPS permite, en general, alcanzar mayores densidades relativas, microestructuras más finas y mejor control de las reacciones interfaciales que el HP convencional, en tiempos de procesamiento sensiblemente menores [135–137]. La Tabla 1-2 sintetiza, a partir de la literatura, los

parámetros característicos y los mecanismos dominantes de densificación reportados para ambas técnicas [24,35,78] Estos fundamentos transporte de masa, mecanismos de creep, calentamiento Joule volumétrico y electromigración constituyen el marco conceptual sobre el cual se interpreta, en la sección siguiente, el comportamiento específico del sistema Fe–SiC durante su consolidación por HP y SPS.

Tabla 1-2 Parámetros de sinterización por HP vs SPS

Parámetro / mecanismo	Hot Pressing (HP)	Spark Plasma Sintering (SPS)
Fuente de calor	Resistencias externas; conducción	Joule volumétrico (interno)
Tasa de calentamiento	5–15 K/min	100–1000 K/min
Tiempo de mantenimiento	30–180 min	3–10 min
Presión uniaxial	30–60 MPa	30–80 MPa
Mecanismo dominante	Difusión + creep (Norton)	Joule + electromigración
Atmósfera habitual	Vacío o argón	Vacío o argón de alta pureza
Disociación de fases reactivas	Significativa a tiempos prolongados	Reducida por tiempo de proceso corto

1.3 Desgaste por abrasión y erosión.

La motivación tecnológica desarrollada en la introducción y en el apartado 1.1 sitúa al desgaste como el principal mecanismo de degradación de los componentes mecánicos en minería, procesamiento de minerales y manejo de pulpas. Comprender los modos físicos de desgaste relevantes al sistema Fe–SiC es imprescindible para diseñar los ensayos, interpretar las superficies desgastadas y articular el vínculo procesamiento, microestructura y desempeño. Esta tesis evalúa el comportamiento tribológico mediante dos ensayos normalizados de amplia aceptación en la industria minera: el método ASTM G75 (Miller slurry abrasion) y el ensayo de erosión por pulpa rotativa, comúnmente denominado Slurry Pot Test (SPT) [164–167] . Ambos métodos reproducen, a escala de laboratorio, regímenes de carga característicos de la operación industrial: el primero, abrasión sostenida a baja energía con desplazamiento alternativo; el segundo, erosión-abrasión con componente de impacto oblicuo sobre la superficie del material.

1.3.1 Clasificación general del desgaste

Conforme a la clasificación canónica de Hutchings y Shipway [168] y de Stachowiak y Batchelor [136], los mecanismos de desgaste se agrupan en cinco familias: (I) desgaste abrasivo, (II) desgaste erosivo, (III) desgaste adhesivo, (IV) desgaste por fatiga superficial y (V) desgaste triboquímico como se muestra en la Figura 1-11. En condiciones de pulpa abrasiva, los modos abrasivo y erosivo dominan la pérdida de masa, mientras que la fatiga superficial y la triboquímica modulan la evolución a largo plazo.

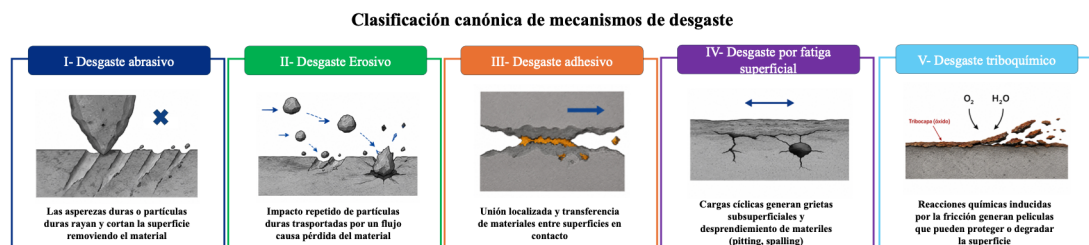


Fig. 1-11 Clasificación canónica de mecanismos de desgaste

El desgaste abrasivo se subdivide en abrasión a dos cuerpos, donde las asperezas duras de un contracuerpo surcan la superficie, y abrasión a tres cuerpos, en la que partículas duras interpuestas ruedan y deslizan entre las superficies en contacto. Esta segunda categoría es la que rige el ensayo ASTM G75 [164].

El desgaste erosivo, por su parte, resulta del impacto repetitivo de partículas sólidas transportadas por un fluido. Su severidad depende del ángulo de incidencia, la velocidad relativa, la concentración volumétrica de sólidos y la dureza relativa partícula/superficie [168,169].

En materiales dúctiles dominan el microcorte y la deformación plástica con tasa máxima de pérdida a ángulos bajos (15–30°); en materiales frágiles predomina la fractura por fatiga de impacto y el chipping, con máximo a ángulos altos (75–90°) [170]. Los cermets, al combinar matriz dúctil (Fe) y refuerzo frágil (SiC), exhiben un comportamiento mixto cuya proporción depende de la fracción volumétrica de la fase cerámica, de la calidad de la interfaz Fe/SiC y de la densificación alcanzada [170,171] como se muestra en la Figura 1-12.

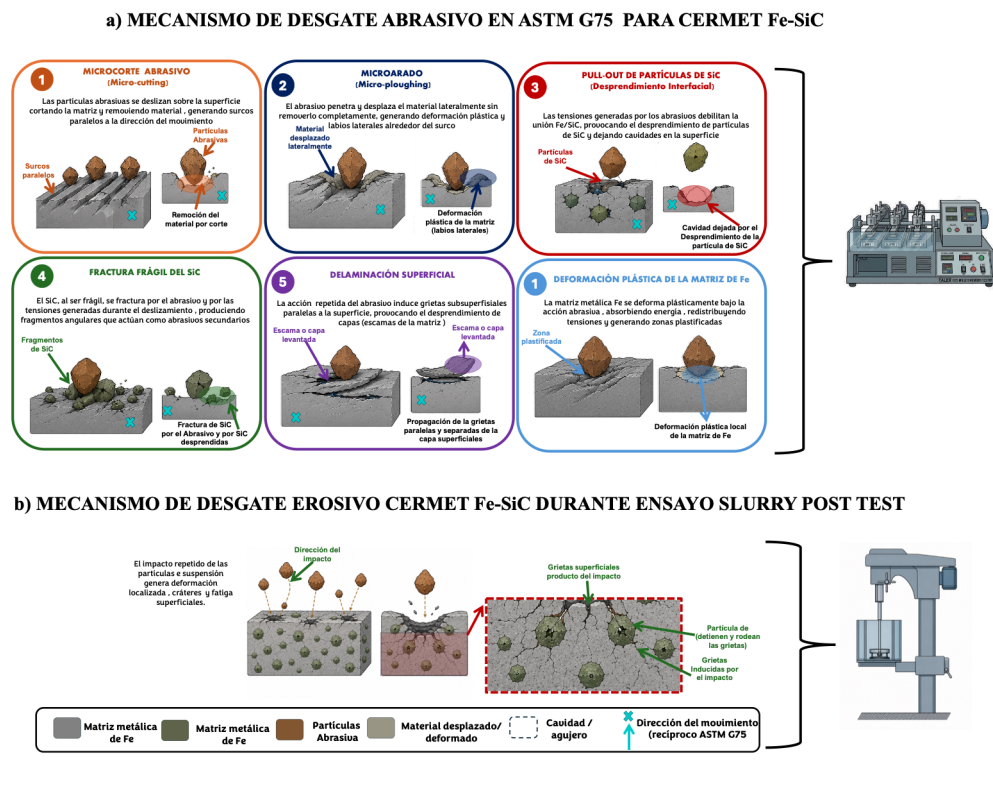


Fig. 1-12 Mecanismos de desgaste: a) Ensayo ASTM G75; b) Ensayo del SPT

1.3.2 Ensayo ASTM G75

El ensayo ASTM G75 [164] está específicamente desarrollado para evaluar la resistencia relativa de materiales sometidos a abrasión por pulpa de baja concentración. La probeta, de geometría prismática ($\sim 25 \times 12 \times 6$ mm), se monta sobre un brazo oscilante que la desliza, en contacto con una lámina elastomérica de neopreno (durómetro 60 Shore A), dentro de una bandeja que contiene 100 g de pulpa abrasiva renovada cada hora. La frecuencia nominal es 48 ciclos por minuto, con carrera de 203 mm, durante un total de tres periodos de dos hora. La pérdida de masa acumulada se reporta como índice Miller (Miller Number) y permite clasificar el material en una escala normalizada relativa a una probeta de referencia de bronce como se muestra en la Figura 1-13.

ASTM G75 – Slurry abrasion (Miller test)

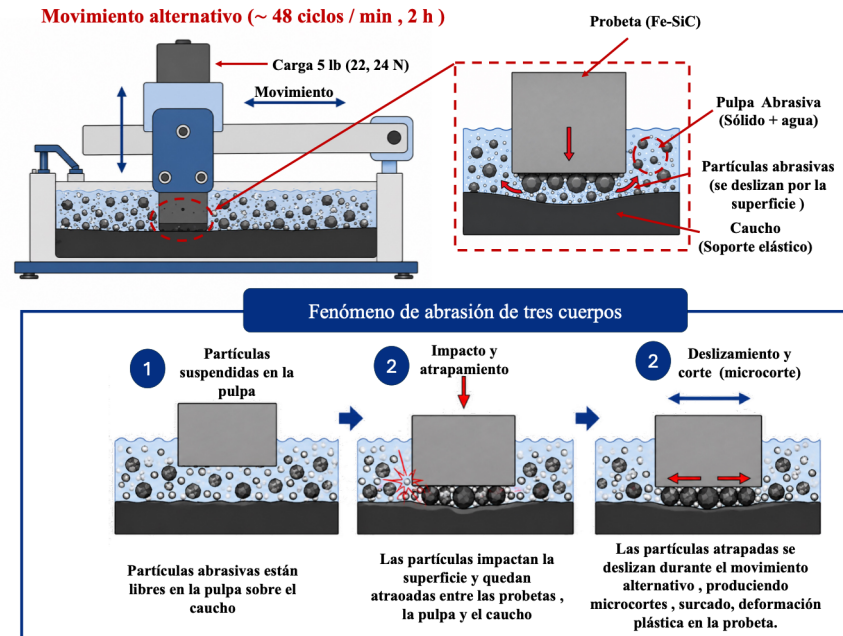


Fig. 1-13 Esquema del ensayo ASTM G75

El mecanismo dominante es la abrasión a tres cuerpos en régimen de baja energía. Las partículas abrasivas atrapadas entre el neopreno y la probeta describen trayectorias deslizantes con componentes rodantes intermitentes, generando surcos paralelos al sentido de desplazamiento. En metales y cermetes dúctiles, la remoción de material ocurre principalmente por microcorte y surcado (microploughing), con redistribución plástica de material hacia los bordes del surco que posteriormente se desprende por fatiga de bajo número de ciclos [17,172]. Cuando la matriz contiene refuerzos frágiles, se añaden los modos de microfractura del SiC, pull-out de partículas y delaminación interfacial bajo carga de cizallamiento tangencial [173]. La pérdida de masa total es, por tanto, la suma de las contribuciones de la matriz metálica y del refuerzo, ponderadas por la fracción volumétrica y la calidad de la unión Fe/SiC.

En este trabajo, el ensayo ASTM G75 se realiza con dos medios abrasivos: alúmina sintética malla 400 (Al_2O_3 angular, distribución estrecha monomodal centrada en $\sim 50 \mu\text{m}$) y pulpa mineral real procedente del proceso industrial de molienda (distribución multimodal con $D_{10} \approx 3.75 \mu\text{m}$ y $D_{90} \approx 80 \mu\text{m}$). La diferencia granulométrica controla la severidad: la fracción fina de la pulpa real penetra la porosidad superficial residual del cermet y activa mecanismos de remoción localizada en la matriz Fe, mientras que la fracción gruesa transfiere carga sobre las partículas de

SiC e induce fractura y pull-out. Esta dualidad permite discriminar experimentalmente la contribución de la densificación frente a la calidad interfacial sobre la resistencia tribológica.

1.3.3 Ensayo Slurry Pot Test (SPT) o erosión por pulpa rotativa

El ensayo de erosión por pulpa rotativa, también conocido como “slurry pot test” en la industria minera chilena, complementa al ASTM G75 al introducir una componente centrífuga e impactante. Consiste en suspender una serie de probetas (típicamente cuatro) desde un eje rotor que gira a velocidades entre 600 y 1500 rpm dentro de un recipiente cilíndrico cargado con pulpa abrasiva (Figura 1-14). La velocidad relativa partícula/probeta produce impactos oblicuos con ángulo medio entre 20° y 45°, configurando un régimen erosivo-abrasivo. El protocolo no posee una norma ASTM dedicada, pero su uso está estandarizado mediante guías de práctica derivadas de ASTM G119 [174] y de los procedimientos publicados por Clark y colaboradores [175,176]

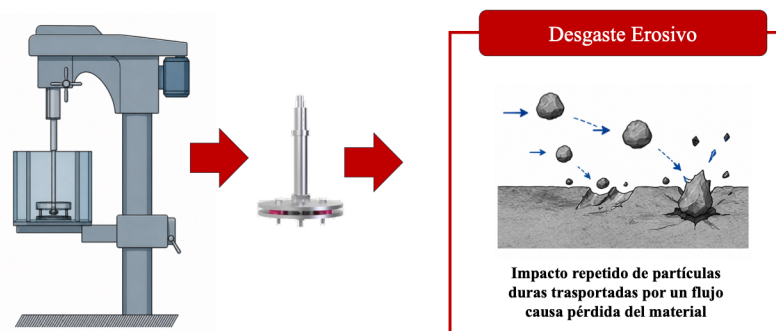


Fig. 1-14 Esquema del ensayo SPT

Los mecanismos físicos que operan en este ensayo difieren cualitativamente de los de la abrasión Miller. El impacto repetitivo de las partículas produce, en la matriz metálica, deformación plástica acumulativa, formación de labios de extrusión y endurecimiento por trabajo en frío. Bajo carga sostenida, estos labios se fracturan por fatiga de bajo ciclo y generan debris. En las partículas cerámicas, el impacto induce microagrietamiento que evoluciona hacia chipping y pull-out cuando la rigidez interfacial es insuficiente para distribuir la carga. La severidad escala con el cubo de la velocidad de impacto y con la densidad de la pulpa [136,138]. En el régimen estudiado en esta tesis (≈ 900 rpm, 30 % sólidos en peso) coexisten ambos modos en proporción variable con la rigidez del cermet.

La complementariedad de los dos ensayos abrasión sostenida ASTM G75 y erosión por impacto SPT permite separar experimentalmente la contribución de la dureza absoluta, la integridad interfacial y la capacidad de la matriz metálica para redistribuir tensiones bajo cargas tangenciales y normales. Esta separación es esencial para evaluar si la mejora microestructural lograda por las distintas rutas de sinterización (HP, SPS, FAST/SPS) se traduce efectivamente en mejor desempeño tribológico bajo los regímenes específicos de la aplicación minera.

1.4 Estado del arte de los Cermets Fe-SiC

1.4.1 Microestructura e interfaz Fe-SiC

A diferencia de lo que ocurre en muchos materiales compuestos convencionales, donde el refuerzo cerámico permanece relativamente estable durante la consolidación [44], la consolidación del sistema Fe-SiC se caracteriza por una elevada reactividad química en la interfaz metal-cerámico, cuya comprensión resulta indispensable para interpretar la evolución microestructural de estos cermets. Los fenómenos difusivos presentes en la unión metalúrgica Fe-SiC se originan principalmente en la difusión atómica del carbono (C) desde las partículas de SiC hacia el aglutinante metálico a temperaturas superiores a 900 °C, habiéndose reportado, bajo determinadas condiciones de procesamiento, la presencia de γ -Fe (austenita) y Fe_5Si_3 en la interfaz Fe-SiC, junto con precipitados de carburo de silicio en forma de agujas en la matriz, junto con precipitados de carburo de silicio en forma de agujas en la matriz [51,177] (Figura 1-15). En ambiente de vacío y a alta temperatura, el SiC se descompone y el carbono liberado se incorpora en la matriz de hierro, mientras que otros estudios han reportado la formación de Fe_3Si y α -Fe (ferrita) bajo sus respectivas condiciones de procesamiento [178].

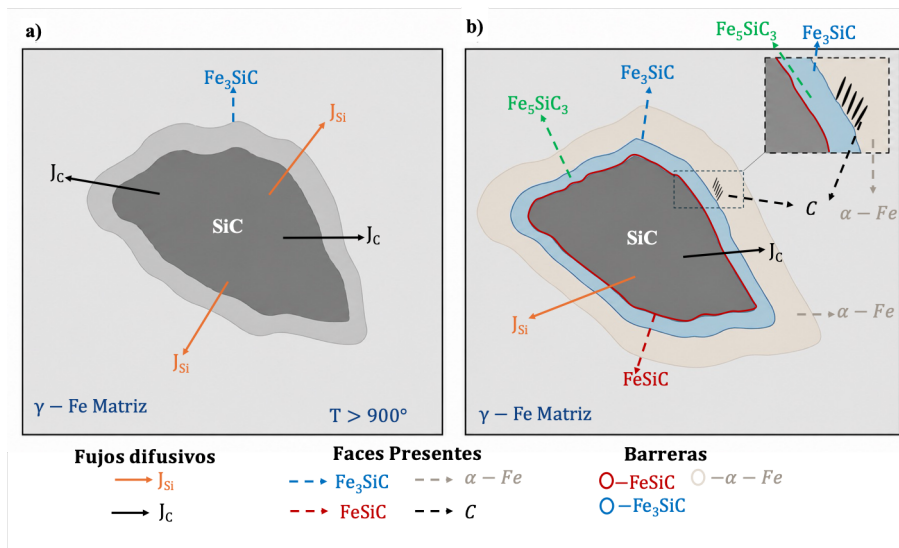


Fig. 1-15 Interacciones en las interfases Fe-SiC, elaborado según la literatura consultada.

Fuente: Elaborado por el autor a partir de [45,150,154,155,157,177]

La cinética de esta interacción está gobernada por la diferencia de movilidad entre los elementos difusivos: el carbono se difunde con mayor facilidad que el silicio, por lo que actúa como el principal elemento móvil en las etapas iniciales de la reacción, acumulándose en las proximidades de la capa de Fe_3Si [179]. Sin embargo, la ferrita que se forma en torno al SiC posee una baja solubilidad de carbono y se satura rápidamente; una vez alcanzada dicha saturación, el exceso de carbono precipita en forma de grafito, lo que a su vez inhibe la difusión adicional de carbono hacia la matriz.

Esta inhibición favorece la difusión del silicio hacia la frontera del Fe_3Si , y al alcanzarse cierta concentración de Si se desencadenan reacciones adicionales que culminan en la formación de $FeSi$. La capa de $FeSi$ resultante desempeña un papel dual en la evolución de la interfaz: por un lado, limita la difusión posterior de Fe y C, reduciendo la disponibilidad de átomos de Fe para reacciones adicionales y retardando la formación de perlita en la matriz [35,45,51] por otro, si el proceso de sinterización continúa más allá de este punto, la matriz metálica alcanza su saturación y se favorece la nucleación de nódulos de grafito [157].

La Figura. 1-16 resume el conjunto de interacciones interfaciales documentadas en la literatura para el sistema Fe-SiC.

En procesos con bajo contenido de SiC, la descomposición cerámica permite que el silicio se disuelva en la matriz mientras el carbono se presenta como grafito en la

interfaz, rodeado de una fase α -Fe estabilizada por la disolución del Si; a medida que aumenta el contenido de SiC, aumenta también la proporción de Si en solución sólida, favoreciendo la transformación de Fe_3Si en FeSi .

El conjunto de fenómenos anteriores define, más que una lista independiente de limitaciones, un balance entre efectos beneficiosos y perjudiciales para las propiedades del cermet, cuyo control determina la calidad final de la interfaz. Por encima de 900 °C, el SiC tiende a descomponerse liberando C y Si, favoreciendo la formación de compuestos intermetálicos como Fe_5Si_3 y Fe_3Si en las interfaces (Figura. 1-16 a,b); un crecimiento controlado de estas fases favorece el anclaje mecánico entre matriz y refuerzo, mejorando la transferencia de carga, mientras que su crecimiento excesivo particularmente cuando el proceso se prolonga o se llevan las temperaturas por encima de aproximadamente 1100 °C compromete la continuidad metálica, genera zonas frágiles y promueve la nucleación de nódulos de grafito, deteriorando la resistencia al desgaste del material (Figura. 1-16 f) [45,51,79,179].

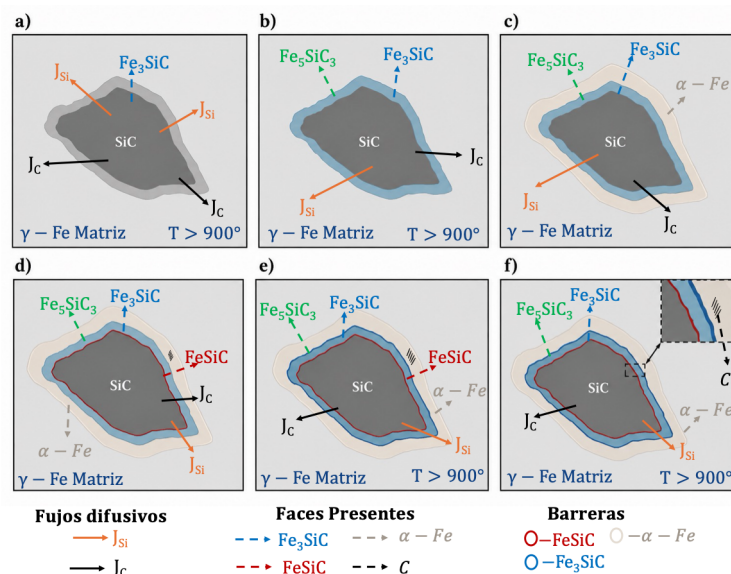


Fig. 1-16 Evolución microestructural y fenómenos difusivos en el sistema Fe-SiC: a) Descomposición de SiC >900°C; b) Formación de fases frágiles Fe_5Si_3 - Fe_3Si ; c) Difusión limitada del Si; d) Barrera de C en la interfaz; e) Control de la capa FeSiC ; f) Inestabilidad microestructural (Nódulo de Grafito)

La capa de FeSi que se forma en la interfaz (Figura. 1-16e) ejerce igualmente un efecto dual: limita el crecimiento indiscriminado de la zona de reacción, pero también restringe la difusión posterior de Fe y C, lo que puede favorecer la saturación del

aglutinante y la formación de grafito si el proceso no se controla adecuadamente. La comprensión y el control de estas interacciones interfaciales resultan, en consecuencia, determinantes para el diseño de cermetes Fe–SiC con propiedades óptimas, lo que hace imprescindible considerar las técnicas de sinterización empleadas en su fabricación por rutas pulvimetalúrgicas descritas en la sección 1.2

1.5 Principales estudios sobre el sistema Fe–SiC, del descubrimiento de su reactividad a las rutas de consolidación contemporáneas

La consolidación del sistema Fe–SiC ha sido objeto de investigación durante más de tres décadas ver ANEXO 1, con un crecimiento sostenido del número de publicaciones en los últimos cinco años. La presente sección sintetiza los aportes de diecisiete trabajos relevantes publicados entre 1989 y 2026, identificados mediante búsqueda sistemática en Web of Science y Scopus restringida a revistas Q1 del JCR. Los estudios se organizan en cuatro generaciones temáticas que reflejan la evolución del conocimiento: (i) caracterización fundamental del par Fe/SiC (1989–1995); (ii) reacción interfacial y autolubricación a baja fracción cerámica (2014–2020); (iii) procesamiento avanzado (SLM, SPS, FAST) a fracciones intermedias (2020–2024); y (iv) sistematización a alta fracción cerámica (2024–2026), donde se inscribe la novedad de la presente tesis. La figura 1-17 muestra la evolución de la fracción de SiC procesable en sistemas Fe–SiC cubierto por la literatura y delimita explícitamente las generaciones y aplicaciones por cada uno de los años .

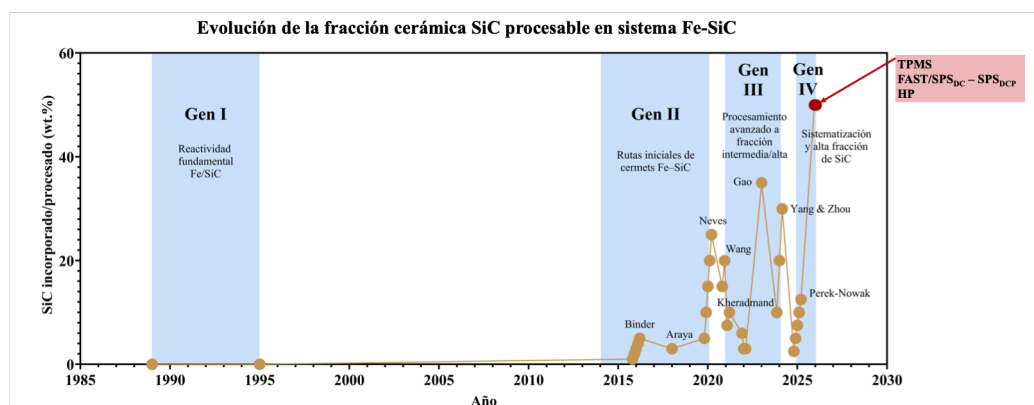


Fig. 1-17 Evolución de la fracción cerámica SiC procesable en sistemas Fe-SiC. Análisis por generaciones

1.5.1 Generación I: Reactividad fundamental Fe/SiC (1989–1995)

Los trabajos fundacionales del sistema Fe-SiC corresponden a Karmann et al. [46] y a Kalogeropoulou et al. [177]. Karmanne et al. caracterizaron por primera vez las constantes elásticas y piezoeléctricas del 4H y 6H-SiC monocristalino a temperaturas entre 4 y 320 K, estableciendo las propiedades de referencia del refuerzo cerámico que se emplea en los cermets contemporáneos. Su aporte (factor de calidad $Q = 20,000$ – $100,000$; C_{33} del 4H-SiC un 10 % superior al 6H; coeficiente de acoplamiento electromecánico $k_{31} \approx 0.03$) constituye la base de datos cristalográfica y elástica que se utiliza en los modelos de elementos finitos posteriores. Kalogeropoulou et al. documentaron por primera vez la termodinámica de mojado del sistema Fe/SiC mediante el ensayo sessile drop a 1633 K en alto vacío (10^{-5} – 10^{-4} Pa). Identificaron una fuerte reactividad caracterizada por disociación del SiC, precipitación de grafito lamelar en la zona reactiva (~ 0.6 mm de profundidad) y ángulo de contacto de $\sim 60^\circ$. La adición de Si al Fe líquido (33,33 at wt% y 66,67 at wt%) redujo la reactividad y suprimió la formación de grafito. Este trabajo estableció el marco termodinámico de referencia para todos los estudios posteriores de sinterización Fe-SiC y aún hoy se cita como evidencia primaria de la reactividad del sistema.

1.5.2 Generación II: Cermets autolubricantes de baja fracción cerámica (2014–2020)

La segunda generación de estudios explotó la disociación controlada del SiC para generar cermets autolubricantes de matriz ferrítica. Song et al. [180] demostraron la viabilidad de procesar Fe-2,2 wt% SiC mediante Selective Laser Melting (SLM) en atmósfera de Ar con $O_2 < 0.2$ %, obteniendo refinamiento de grano y disociación parcial del SiC con incremento sustancial de la resistencia mecánica. Binder et al. [157] sistematizaron la dependencia microestructura-propiedades del sistema Fe-0.6C-x SiC ($x = 0$ – 5 wt%) procesado por PIM+PADS (Plasma Assisted Debinding and Sintering) en plasma de H_2 a 133 Pa y 1100–1200 °C. Sus resultados (dureza 1.47–2.94 GPa, formación inicial de nódulos de grafito a 3 wt% SiC, estabilización de ferrita por Si) establecieron el rango óptimo de fracción cerámica para aplicaciones autolubricantes y aún sustentan el diseño de aceros autolubricantes comerciales.

Araya et al. [150] extendieron este marco al estudiar la disociación del SiC en matrices Fe y Fe-0,8C-x SiC ($x = 3\text{--}5$ wt%) sinterizadas por die pressing convencional a 1150–1250 °C en atmósfera Ar+5% H_2 . Documentaron la influencia del tamaño de partícula del SiC sobre la cinética de disociación, mostrando que partículas mayores a 25 μm permanecen estables incluso a 1150 °C. Neves et al. [45], del mismo grupo, formalizaron este comportamiento mediante cálculos termodinámicos semi-empíricos del modelo de Miedema, prediciendo umbrales de disociación consistentes con la evidencia experimental hasta 25 wt% SiC. En paralelo, Li et al. [181] abordaron el problema desde principios fundamentales calculando por DFT la energía de adhesión de las interfaces 3C-SiC/Fe con terminación en C y en Si. Un hallazgo particularmente relevante fue que la terminación en C presenta un trabajo de adhesión (Wad) de 11,77 J/m², significativamente superior al de la terminación en Si (4,91 J/m²). Además, exhibe una resistencia ideal de 23,10 GPa y una mayor acumulación de densidad electrónica en la interfaz. Estos resultados proporcionan una base electrónica para explicar la formación preferencial de determinadas interfaces y complementan directamente los hallazgos macroscópicos obtenidos en esta tesis

1.5.3 Generación III: Procesamiento avanzado a fracción cerámica intermedia (2021–2024)

La tercera generación incorpora rutas de procesamiento no convencionales (FRS, SPS, RMI) y aborda fracciones cerámicas intermedias (10–55 % p/p). Wang et al. [182] fabricaron compuestos Fe-15 vol% SiC y Fe-20 vol % (SiC+Ti₃AlC₂) mediante Fast Resistance Sintering (FRS) en estado semi-fundido (>763 °C), alcanzando densidades de ~95–99 %. La principal limitación reportada fue la débil interfaz Fe/SiC con predominio del mecanismo de pull-out, indicio de la necesidad de optimizar el control interfacial cuando se eleva la fracción cerámica. Sun et al. [154] abordaron explícitamente el régimen de alta fracción (45–55 wt% SiC) por vacuum hot pressing a 1000 °C, pero sus densidades permanecieron en 73–76 %, ilustrando la dificultad intrínseca de densificar el sistema Fe-SiC en este rango sin asistencia eléctrica.

Kheradmand et al. [43] exploraron el sistema Fe-Cu-SiC-grafito-BaSO₄ por cold pressing + sintering + hot pressing en argón a 1000 °C, alcanzando 4,07 GPa de dureza y documentando mecanismos de desgaste abrasivo dominantes con fatiga térmica e

intergranulares. Gao et al. [42] trabajaron con Cu-Fe-SiC en vacuum hot pressing a 900 °C, identificando uniones principalmente mecánicas Fe/SiC con desgaste por ploughing y cutting. Yang et al. [183] sistematizaron Fe-x SiC ($x = 10\text{--}30$ wt%) por hot pressing en el rango 900–1100 °C y caracterizaron el inicio de la reacción interfacial y la formación de siliciuros. Wu et al. [39] abordaron el sistema desde una perspectiva de difusión sólida en vacío 5×10^{-4} Pa entre 800 y 950 °C, identificando explícitamente que el umbral térmico para la activación de la reacción Fe/SiC se sitúa entre 550 y 650 °C y documentando la formación de fracturas tipo Kirkendall a temperaturas elevadas.

Xue et al. [184] representan un caso límite interesante: estudiaron compuestos grafito/SiC con fracciones de SiC entre 47 y 82 vol %, procesados por Reactive Melting Infiltration (RMI) a 1550 °C en vacío, alcanzando porosidades inferiores a 0.5 % y fractotenacidades de $2.8\text{--}4.5$ MPa $\cdot\sqrt{\text{m}}$. Aunque su sistema no es propiamente Fe-SiC, sus resultados sobre la influencia de la fracción de grafito en el coeficiente de fricción (reducción del COF con aumento del contenido de grafito) son directamente extrapolables al comportamiento tribológico del Fe-SiC con disociación controlada. Liu et al. [185] aportaron el marco mecánico mediante un modelo FEM acoplado a ensayos en SiC-Ti-MGMC, demostrando la transición de modo splitting a shear cuando la fracción de SiC supera el 30 vol %.

1.5.4 Generación IV Cermet Fe-SiC de alta fracción SiC 50 % p/p, procesamiento y caracterización (2025–actualidad)

La cuarta generación corresponde a los estudios más recientes que sistematizan el procesamiento por SPS y FAST/SPS en el régimen de alta fracción cerámica. Perek et al. [38] (2025) publicaron una sistematización del Fe-x SiC ($x = 2,5\text{--}12,5$ % p/p) y de Distaloy SA-SiC consolidado por SPS a 1000 °C en vacío, alcanzando densidades de 92–96 % y durezas de 1,67–3,35 GPa. Este trabajo, contemporáneo a la tesis, confirma la viabilidad del SPS como ruta para Fe-SiC pero permanece limitado a fracciones bajas y, por tanto, no aborda los fenómenos que dominan a partir de la percolación cerámica.

La sistematización publicada por Oropesa et al. [37] constituye el antecedente directo de la presente tesis y cubre por primera vez de manera sistemática el sistema

binario Fe-50 wt% SiC procesado por FAST/SPS bajo argón ultrapuro (99.99 %) a 1100 °C, 50 MPa y tiempos de 5–10 min con corriente continua y pulsada. Sus resultados —densidad relativa de 99,93 %, microdureza superior a 7,5 GPa, fractotenacidad superior a 11 MPa·√m, nanodureza interfacial de 14–19 GPa y módulo elástico interfacial de 120–140 GPa— establecen un punto de referencia inalcanzable hasta ahora para el sistema binario sin elementos secundarios. Este trabajo identifica las condiciones de operación que permiten reconciliar alta densidad, baja disociación del SiC y elevada fractotenacidad en una misma muestra. La presente tesis amplía esta sistematización al incluir la ruta HP convencional y SPS pulsado en condiciones contrastantes, permitiendo articular el cuadro comparativo HP- FAST/SPS que la literatura previa no había documentado.

1.5.5 Influencia de la temperatura, fracción y tamaño de SiC sobre la densificación de cermets Fe-SiC

La Figura 1-18 permite identificar de manera integral la influencia de la temperatura de sinterización, la fracción de SiC y el tamaño de partícula cerámica sobre la densificación de cermets Fe-SiC reportados en la literatura. En conjunto, los resultados evidencian que la densificación del sistema no depende únicamente de la temperatura aplicada, sino también de la combinación entre contenido cerámico, tamaño de partícula y técnica de consolidación empleada.

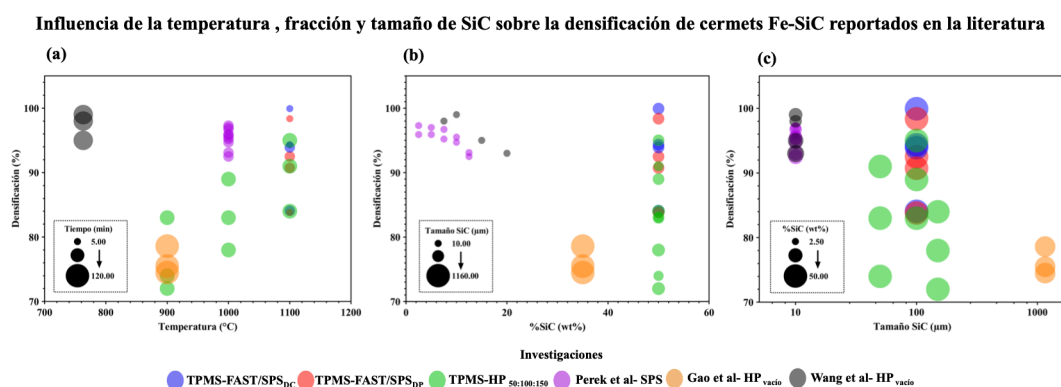


Fig. 1-18 Influencias de a) temperatura (°C); b) fracción (% p/p SiC) y tamaño (μm) SiC sobre la densificación de cermets Fe-SiC reportado en la literatura.

En la figura 1-18 (a) se observa la relación entre temperatura de sinterización y densificación relativa. Los estudios procesados mediante técnicas convencionales, principalmente HP y sinterización en vacío, muestran una tendencia a alcanzar

densificaciones moderadas incluso al incrementar la temperatura. Esto se aprecia particularmente en los resultados de Gao et al. [42], donde las densidades permanecen cercanas a 74–79 % a aproximadamente 900 °C. En contraste, las rutas asistidas eléctricamente, como SPS y FAST/SPS, logran densificaciones superiores al 90 % en un rango similar de temperatura, evidenciando una mayor eficiencia de consolidación. Asimismo, los resultados obtenidos en esta investigación mediante FAST/SPS muestran densificaciones cercanas al 95–100 %, destacando el efecto positivo de la activación eléctrica y del uso de mezclas bimodales de Fe sobre la compactación del sistema Fe–50 % p/p SiC.

La Figura 1-18 (b) muestra que la mayoría de las investigaciones se concentran en composiciones inferiores a 25 wt% SiC, donde las densificaciones obtenidas son relativamente altas y presentan menor dispersión. Sin embargo, al aumentar la fracción cerámica hacia valores cercanos al 50 wt%, la dispersión de resultados aumenta considerablemente, evidenciando las dificultades asociadas a la consolidación de sistemas con alta carga cerámica. A pesar de ello, las técnicas SPS y FAST/SPS continúan alcanzando densificaciones superiores al 90 %, mientras que las rutas convencionales muestran una reducción significativa de la densidad relativa. Esta tendencia confirma que el aumento del contenido de SiC limita la continuidad metálica y dificulta los mecanismos de transporte de masa durante la sinterización.

Por otra parte, la Figura 1-18 (c) evidencia la influencia crítica del tamaño de partícula de SiC. Los sistemas que emplean partículas gruesas, particularmente superiores a 100 μm , presentan una mayor dispersión en densificación y una tendencia a menores valores de consolidación, especialmente cuando se utilizan métodos convencionales. Esto puede asociarse a la disminución del área interfacial efectiva y a la formación de poros residuales entre partículas cerámicas de gran tamaño.

1.6 Brechas de la literatura y fundamentos de la presente investigación.

El análisis integrado de las cuatro generaciones de estudios revisados permite identificar tres aspectos fundamentales que sustentan la pertinencia y novedad de la presente investigación en el desarrollo de materiales resistentes al desgaste abrasivo y erosivo. En primer lugar, la literatura ha establecido de manera consistente el

comportamiento termodinámico y cinético del sistema Fe–SiC en composiciones con baja fracción cerámica (< 25 wt%), donde el interés principal se ha centrado en la obtención de microestructuras autolubricantes y en la mejora de propiedades superficiales. Sin embargo, la extrapolación de estos resultados hacia sistemas con elevada fracción de SiC, orientados a aplicaciones sometidas a condiciones severas de abrasión y erosión, continúa siendo limitada y carece de evidencia experimental sistemática.

En segundo lugar, los escasos estudios desarrollados en composiciones cercanas al 50 wt% SiC emplean principalmente rutas de consolidación convencionales, alcanzando densificaciones en el rango de 73–79 %, valores insuficientes para aplicaciones tribológicas de alta exigencia, donde la presencia de porosidad residual favorece mecanismos de degradación como microfractura, pull-out de partículas cerámicas y propagación acelerada del desgaste.

Finalmente, las técnicas de sinterización asistidas eléctricamente, particularmente FAST/SPS, han demostrado un elevado potencial para incrementar la densificación, refinar la microestructura y mejorar la integridad interfacial del sistema Fe–SiC, factores críticos para el desempeño frente al desgaste abrasivo y erosivo. No obstante, su aplicación específica al sistema binario Fe–50 wt% SiC, bajo condiciones controladas y comparables con técnicas convencionales, ha sido escasamente reportada en la literatura.

En este contexto, la presente tesis propone, por primera vez, una evaluación comparativa sistemática entre las rutas Hot Pressing (HP) y Spark Plasma Sintering (SPS/FAST-SPS) para el desarrollo de cermets Fe–50 wt% SiC destinados a aplicaciones sometidas a desgaste severo. Para ello, se integran análisis de densificación, evolución microestructural, formación de fases, propiedades mecánicas y comportamiento tribológico frente a medios abrasivos sintéticos (Al_2O_3) y pulpas minerales reales, con el objetivo de establecer la relación entre procesamiento, microestructura y mecanismos de degradación. Sobre esta base, se formulan las hipótesis y objetivos que estructuran el desarrollo experimental de la investigación.

HIPOTESIS Y OBJETIVOS

En esta sección se presentan las hipótesis que sustentan el desarrollo del presente trabajo doctoral. Estas se formulan a partir del análisis teórico de los mecanismos de transporte de masa en la sinterización por plasma de chispas (FAST/SPS), así como del estudio de los procesos de reacción interfacial entre el hierro y el carburo de silicio reportados en la literatura. Ambas hipótesis, una de carácter científico y otra tecnológica, se orientan a validar los fundamentos fisicoquímicos y las implicaciones prácticas del uso del SPS como método no convencional para la consolidación de cermets del sistema Fe–SiC.

Hipótesis Científica:

I-La densificación y la evolución de la interfaz Fe–SiC en cermets Fe–50 %p/p SiC están determinadas por la distribución granulométrica del Fe y los parámetros de procesamiento, incluyendo temperatura <1000 °C, tiempo de mantenimiento, presión y modo de corriente pulsada en SPS. El control conjunto de estas variables favorece densificaciones superiores al 90 %, preservando la continuidad de la matriz metálica y limitando la disociación del SiC y la formación de productos de reacción interfacial.

Hipótesis Tecnológica:

II-Mediante la sinterización de CERMET vía Spark Plasma Sintering (Fast/SPS) se reduce la disociación de SiC en la matriz ferrosa, obteniéndose materiales con distribución homogénea de las fases metal–cerámico, porosidad menor a 10% y mayor resistencia al desgaste abrasivo y erosivo, así como mayor fractotenacidad que los obtenidos por sinterización vía Hot Pressing (HP).

Objetivo general:

Desarrollar un cermet Fe-50SiC %p/p vía Spark Plasma Sintering (Fast/SPS) a temperaturas inferiores a los 1000°C que posea valores de densificación superiores al 90% y mayores valores de fractotenacidad y resistencia al desgaste abrasivo y erosivo que los obtenidos por sinterización vía Hot Pressing (HP).

Objetivos específicos:

1. Evaluar el efecto de los parámetros de sinterización por Hot Pressing (HP) sobre la densificación, evolución microestructural, libre camino medio y propiedades mecánicas de cermets Fe–50 %p/p SiC.
2. Analizar la influencia de los parámetros de sinterización por SPS sobre la densificación, evolución microestructural, propiedades mecánicas y disociación del SiC en cermets Fe–50 %p/p SiC, correlacionando la formación de grafito y fases Fe_xSi_y .
3. Evaluar el comportamiento tribológico de condiciones representativas de cermets Fe–50 %p/p SiC procesados mediante HP y SPS a temperaturas inferiores a 1000 °C, correlacionando los mecanismos de desgaste abrasivo y erosivo con su microestructura y propiedades mecánicas

Capítulo 2 Metodología experimental

La metodología experimental desarrollada en esta investigación se estructuró en tres etapas complementarias con el propósito de establecer la relación entre los parámetros de procesamiento, la evolución microestructural, las propiedades mecánicas y el comportamiento tribológico de los cermetes Fe–50 % p/p SiC. En la primera etapa se estudió el procesamiento mediante (HP), evaluando la influencia de las principales variables de sinterización sobre la densificación, la formación de fases, la microestructura y las propiedades mecánicas del material. Posteriormente, en la segunda etapa, se analizó el efecto de la ruta de consolidación mediante (SPS) a través de un diseño experimental de cribado y una etapa de optimización, con el fin de identificar las condiciones de procesamiento que promovieran una mayor densificación y un mejor desempeño del sistema Fe–SiC. Finalmente, la tercera etapa estuvo orientada a evaluar el comportamiento tribológico de los materiales obtenidos mediante ambas rutas de sinterización, integrando ensayos de desgaste abrasivo y erosivo, caracterización topográfica de las huellas de desgaste y nanoindentación de la interfaz Fe–SiC, permitiendo correlacionar el procesamiento con la evolución microestructural, las propiedades mecánicas y los mecanismos responsables del desempeño frente al desgaste.

2.1 Etapa 1: Procesamiento y caracterización de cermetes Fe- SiC sinterizados por HP

La metodología experimental de esta etapa se estructuró de manera secuencial para estudiar el procesamiento y comportamiento de cermetes Fe–50 %p/p SiC obtenidos mediante HP como se muestra en la Figura 2.1. Como materiales de partida se emplearon polvos de hierro de distinta distribución granulométrica y carburo de silicio, formulándose cuatro mezclas (M_1 – M_4) con una fracción constante de 50 % p/p de SiC y variaciones controladas en la proporción de hierro fino y grueso. Las mezclas fueron homogeneizadas mediante mezclador TURBULA y posteriormente sometidas a un diseño experimental de cribado progresivo orientado a evaluar la influencia de la composición granulométrica, temperatura, tiempo de sinterización y modo de compactación sobre la densificación y las propiedades del material. La consolidación se realizó mediante HP bajo atmósfera inerte de argón y presión uniaxial controlada.

Finalmente, las muestras obtenidas fueron caracterizadas mediante análisis de densificación, microscopía óptica y electrónica, difracción de rayos X, determinación del libre camino medio y evaluación de propiedades mecánicas como microdureza, macrodureza y fractoténacidad, permitiendo correlacionar las variables de procesamiento con la evolución microestructural y el desempeño mecánico de los cermet Fe–SiC

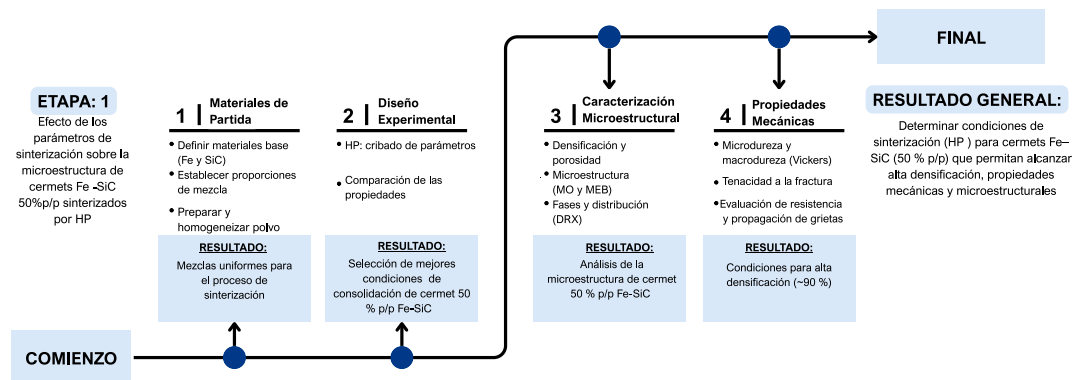


Fig. 2-1 Esquema general de la metodología experimental para el procesamiento y caracterización de cermet Fe-50 %p/p SiC.

2.1.1 Materias primas

Como material de partida se emplearon polvos de Fe puro ($\geq 99\%$, $< 10\ \mu\text{m}$, designado Fe_G) y Fe puro ($\geq 99\%$, $1\text{--}6\ \mu\text{m}$, designado Fe-P) de Merck S.A, junto con SiC puro ($\geq 99\%$, $100\ \mu\text{m}$; Nanografi) los cuales se muestran en la Figura 2-2

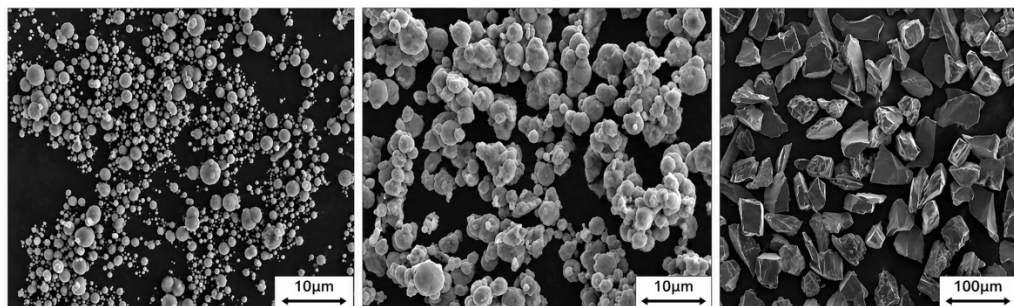


Fig. 2-2 SEM de los polvos de partida: (a) Fe $1\text{--}6\ \mu\text{m}$; (b) Fe $< 10\ \mu\text{m}$ (Merck, $\geq 99\%$); y (c) SiC $\sim 100\ \mu\text{m}$ (Nanografi, $\geq 99\%$)

La preparación consistió en cuatro formulaciones (M1–M4) las cuales fueron normalizadas al 100% p/p con la finalidad de que el resultado sea independiente de la geometría o del volumen de las probetas. En cada formulación se mantuvo fija la

fracción de SiC en un 50 % p/p, mientras que la porción metálica restante (50 % p/p) se distribuyó entre hierro grande (Fe_G , $< 10 \mu\text{m}$) y hierro pequeño (Fe_P , $1\text{--}6 \mu\text{m}$) según las siguientes proporciones: M_1 (100 % Fe_G / 0 % Fe_P), M_2 (75 % Fe_G / 25 % Fe_P), M_3 (50 % Fe_G / 50 % Fe_P) y M_4 (25 % Fe_G / 75 % Fe_P). Todos los polvos se pesaron con precisión de $\pm 0,001 \text{ mg}$ en relación porcentual, y a continuación se homogeneizaron durante 30 min en un mezclador TURBULA garantizando así una distribución completamente uniforme de las fases metálicas y cerámicas previos a la sinterización. La Figura 2.3 muestra el diagrama de las mezclas M_1 a M_4 respecto a la proporción de Fe_G y Fe_P manteniendo constante la fracción de SiC.

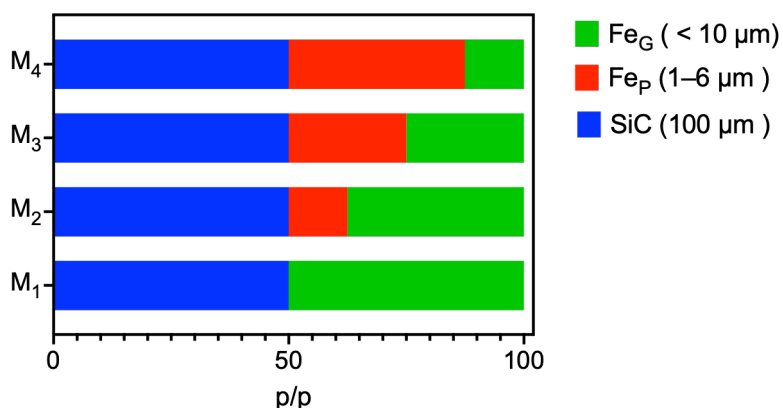


Fig. 2-3 Composición en % p/p de las cuatro variantes de mezclas

2.1.2 Diseño experimental del proceso de sinterización de cermets Fe–SiC

En una primera etapa, se empleó un diseño de cribado con el objetivo de determinar las condiciones de procesamiento por (HP) que permitieran alcanzar niveles de densificación cercanos al 90 %. Esta etapa tuvo como finalidad seleccionar una condición de referencia para comparar posteriormente la influencia de la ruta de sinterización sobre las propiedades de los cermets procesados por SPS. Para ello, se evaluaron de manera secuencial las principales variables del proceso, manteniendo constantes los demás parámetros en cada serie experimental.

En particular, se analizó el efecto de la composición granulométrica del hierro, considerando fracciones de 100, 75, 50 y 25 % de hierro grueso ($G \approx 10 \mu\text{m}$), a una temperatura de $900 \text{ }^\circ\text{C}$, un tiempo de mantenimiento de 30 minutos y una presión de 50 MPa. A partir de este análisis se seleccionó una composición intermedia como condición representativa.

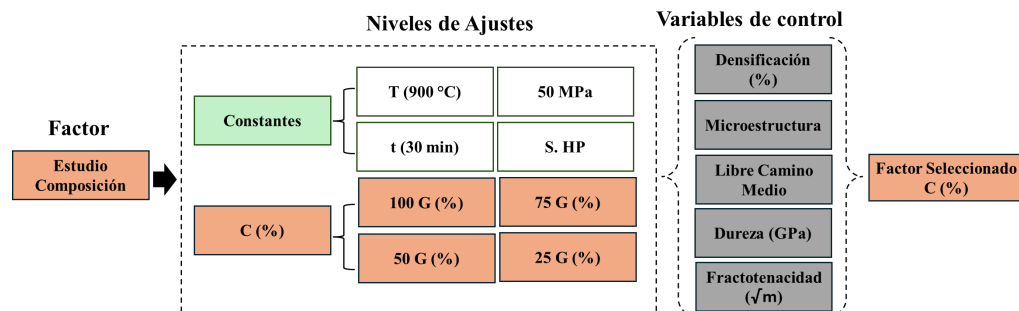


Fig. 2-4 Diseño experimental de la etapa de cribado composicional por Hot Pressing.

Posteriormente, se estudió la influencia del tiempo de sinterización, comparando tiempos de 30 y 180 minutos, manteniendo fija la composición previamente seleccionada y la temperatura de 900 °C. De manera análoga, se evaluó el efecto del modo de compactación, contrastando la compactación directa en caliente con la compactación en verde seguida de HP como se muestra en la Figura 2-5.

Finalmente, se analizó la influencia de la temperatura de sinterización, considerando valores de 700, 800 y 900 °C, manteniendo constantes el tiempo, la presión y la composición. La selección de la condición de procesamiento se realizó considerando como criterio principal la obtención de niveles de densificación cercanos al 90 %, ya que este valor se estableció como referencia para la comparación posterior con los materiales procesados por SPS. Bajo este criterio, se seleccionó la condición de HP correspondiente a un 50 % de hierro grueso, 30 minutos de sinterización, 900 °C, una presión de 50 MPa y compactación directa en caliente, la cual fue utilizada como condición de referencia en los estudios posteriores.

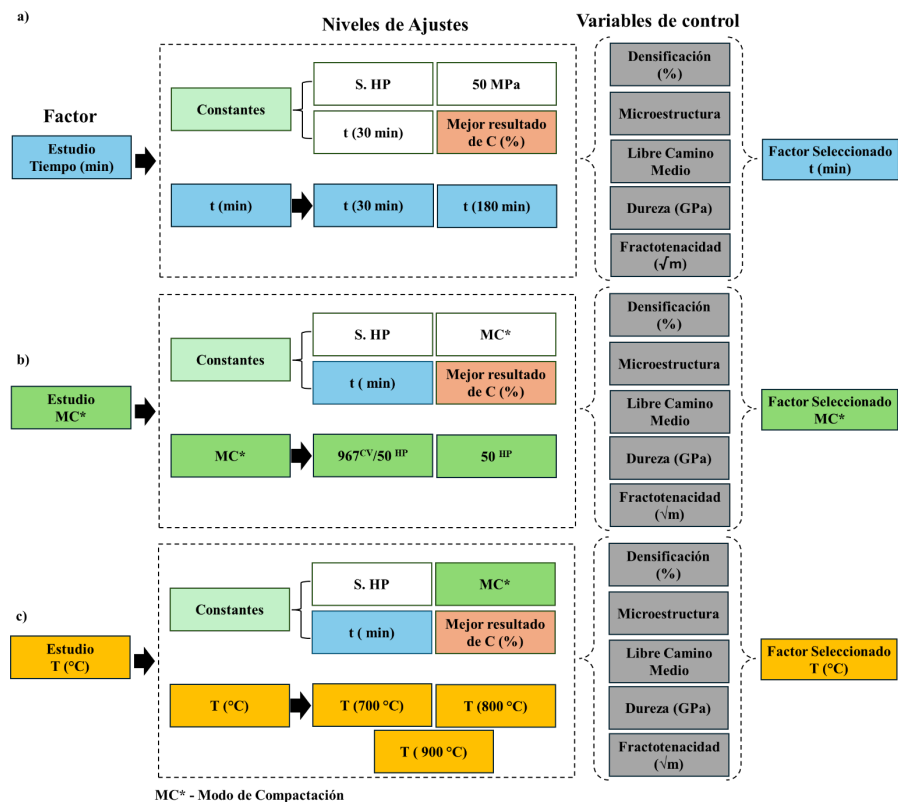


Fig. 2-5 Esquema del cribado secuencial de parámetros de proceso (tiempo, modo de compactación y temperatura) mediante HP

2.1.3 Sinterización por prensado en caliente (HP)

La sinterización por prensado en caliente se realizó en un equipo HP-20 (Thermal Technology Systems, USA), equipado con un horno de grafito capaz de operar bajo atmósfera inerte de argón y aplicar presión uniaxial controlada.

Se utilizaron matrices de grafito de 25,4 mm de diámetro interno, recubiertas con una suspensión al 15 % p/p de nitruro de boro (BN) en etanol, homogeneizada mediante agitación ultrasónica durante 20 min. El recubrimiento se aplicó por pincelado y se dejó secar a temperatura ambiente, formando una película delgada que evitó la adhesión del material al molde y facilitó el desmoldeo.

Las nueve muestras se consolidaron aplicando una presión de 50 MPa en atmósfera de argón como se muestra en la Tabla 2-1. Las probetas obtenidas presentaron un diámetro de 25,4 mm (1in) y una altura aproximada de 5 mm, dimensiones adoptadas como referencia para el estudio.

Tabla 2-1 Parámetros de sinterización por HP.

Muestra	Composición (% p/p Fe _G)	Temperatura (°C)	Presión (MPa)	Tiempo (min)	Nomenclatura
1	100	900	50	30	HP100 _{G10} Fe ₃₀ 900
2	75	900	50	30	HP75 _{G10} Fe ₃₀ 900
3	50	900	50	30	HP50 _{G10} Fe ₃₀ 900
4	25	900	50	30	HP25 _{G10} Fe ₃₀ 900
5	50	900	50	180	HP50 _{G10} Fe ₁₈₀ 900
6	50	900	50	30	HP50 _{G40} Fe ₃₀ 900
7*	50	900	967 ^{CV} /50 ^{HP}	30	CV/HP50 _{G40} Fe ₃₀ 900
8	50	700	50	30	HP50 _{G10} Fe ₃₀ 700
9	50	800	50	30	HP50 _{G10} Fe ₃₀ 800

* Esta muestra fue compactada en verde a 967 MPa y posteriormente sinterizada por HP a 50 MPa.

2.1.4 Caracterización microestructural y propiedades mecánicas

2.1.4.1 Densificación

Para el estudio de la densificación de las muestras se consideraron tres métodos: el método geométrico, el método de Arquímedes y el análisis de imágenes.

La densidad teórica fue calculada mediante la regla de las mezclas, considerando la composición del material. Finalmente, la densificación relativa se expresó como la relación entre la densidad experimental y la densidad teórica, lo que permitió evaluar el grado de compactación alcanzado y la porosidad residual en las muestras.

La densidad experimental fue evaluada mediante el método geométrico, a partir de las dimensiones y la masa de las muestras sinterizadas. Adicionalmente, se empleó el método de Arquímedes, conforme a la norma ASTM B962, el cual se basa en la medición de la masa de la muestra en aire y su masa aparente en agua, permitiendo determinar su volumen.

Por otra parte, el análisis de imágenes se utilizó para estimar la fracción de porosidad presente en la microestructura, mediante el procesamiento de micrografías obtenidas por MO. Para ello, se analizaron un total de 20 imágenes representativas a lo largo de toda la muestra, con un aumento de 100 X, empleando el software ImageJ v1.54g. Este procedimiento permitió cuantificar la distribución, forma y cantidad de poros, complementando la evaluación de la densificación.

2.1.4.2 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de las muestras obtenidas fueron evaluadas mediante ensayos de microdureza, macrodureza y tenacidad a la fractura. Estos ensayos permitieron analizar el comportamiento del material frente a la deformación plástica localizada, su resistencia a la penetración y su capacidad para resistir la propagación de grietas. En particular, la microdureza se empleó para caracterizar fases individuales o regiones específicas de la microestructura, mientras que la macrodureza proporcionó una medida global de la resistencia mecánica del material. Por su parte, la tenacidad a la fractura permitió estimar la resistencia del material frente a la iniciación y propagación de fallas. A continuación, se describen en detalle las metodologías empleadas para cada uno de estos ensayos.

2.1.4.3 Microdureza, macrodureza y fractotenacidad.

El análisis de dureza superficial se realizó utilizando el equipo Microhardness Test LM300AT de LECO mediante escala Vickers (HV). Para cada condición experimental se efectuó un total de 34 indentaciones distribuidas sobre la superficie de la muestra, de las cuales 17 correspondieron a ensayos de macrodureza con una carga de 1000 g (HV_1) y las 17 restantes a ensayos de microdureza con una carga de 25 g ($HV_{0.025}$). Las indentaciones fueron ubicadas aleatoriamente en regiones representativas del área superficial, como se muestra en la micrografía de la Figura 2-8a. La Figura 2-8b presenta una representación esquemática de la distribución espacial de las indentaciones, ilustrando el patrón empleado para asegurar una cobertura homogénea de la superficie analizada.

Con el propósito de visualizar gráficamente la distribución espacial de la dureza, se generó un mapa interpolado empleando OriginPro 2026b (Figura 2-6c), en el cual las zonas no indentadas fueron estimadas a partir de los valores promedio de las regiones circundantes.

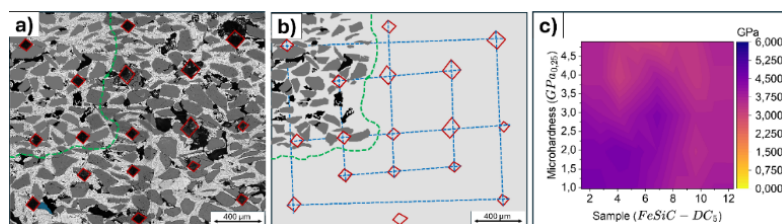


Fig. 2-6 Distribución y mapeo en muestras de cermet Fe–SiC: (a) indentaciones de microdureza ($HV_{0.25}$) observadas en muestras reales de cermet Fe–SiC; (b)

representación esquemática de la distribución de las indentaciones HV_{0.25} en un cermet Fe–SiC; (c) distribución de los valores de microdureza HV_{0.25} en la superficie del cermet Fe–SiC.

El procedimiento descrito en la figura 2-6 permitió obtener una representación continua y aproximada del gradiente de dureza sobre la superficie del cermet, facilitando la identificación de heterogeneidades microestructurales y zonas localizadas con diferente resistencia mecánica. De forma complementaria, se realizaron otras 17 mediciones con una carga reducida de 25 g (HV_{0.025}), dirigidas exclusivamente a la fase metálica de hierro, siguiendo la misma estrategia de distribución descrita anteriormente. Esta diferenciación permitió evaluar con mayor precisión la contribución individual de la fase metálica a la dureza global del material.

2.1.4.4 Fractotenacidad

La fractotenacidad, parámetro clave en la evaluación mecánica de cermets, puede determinarse mediante el método de Palmqvist, que relaciona las grietas generadas por indentación Vickers con la resistencia a la propagación de fisuras en materiales duros y frágiles [186,187].

Se calcularon los valores de fractotenacidad de las muestras utilizando las ecuaciones (1) y (2). Se realizaron 8 indentaciones en cada muestra aplicando una carga de 30 kg. Posteriormente se realizó una medición del largo de las grietas producidas en los extremos de la pirámide de indentación.

$$W_G = \frac{P}{T} \quad (N \text{ mm}^{-1}) \quad (2.1)$$

$$W_K = A\sqrt{HV}\sqrt{W_G} \quad (MN \text{ m}^{-3/2}) \quad (2.2)$$

P: Carga (N)

T: Largo total de la grieta (mm)

A: Constante 0,0028

HV: Dureza Vickers (Nmm-2)

2.1.4.5 Microscopía Electronica de Barrido (MEB)

La caracterización morfológica y el análisis elemental de las muestras se llevaron a cabo mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), utilizando un equipo VEGA3 SBU EASYPROBE (TESCAN), equipado con una sonda de espectroscopía

de energía dispersiva de rayos X (EDS). Esta técnica se empleó con el propósito de evaluar la porosidad, la continuidad y la distribución de las fases presentes, así como la topografía superficial de las muestras. El análisis por EDS se utilizó para realizar la identificación cualitativa y semicuantitativa de los elementos químicos y su distribución en distintas zonas representativas.

2.1.4.6 Libre camino medio

El libre camino medio entre las partículas de SiC se determinó mediante un algoritmo desarrollado en Python 3.14.4, empleando las bibliotecas OpenCV (cv2), NumPy, Pillow (PIL) y SciPy para el procesamiento y análisis digital de imágenes. El algoritmo incluyó la conversión de las micrografías a escala de grises, el filtrado de ruido mediante un filtro de mediana, la segmentación automática utilizando el método de Otsu y la aplicación de la transformada de distancia euclidiana (Euclidean Distance Transform, EDT). A partir de esta última se calculó el valor medio de las distancias dentro de la fase segmentada, utilizado como medida del libre camino medio entre las partículas de SiC. El análisis se realizó sobre un total de 20 micrografías obtenidas a lo largo de cada muestra con un aumento de 100X, permitiendo evaluar la distribución espacial y la homogeneidad de las partículas en la microestructura

2.1.4.7 Microscopia electrónica de barrido

Las muestras para el análisis microestructural y propiedades mecánicas fueron seccionadas con una cortadora BUEHLER IsoMet 1000 equipada con un disco de diamante IsoMet Blade 15HC de 6 pulgadas, operando a 500 rpm y 500 g de carga. La preparación metalográfica incluyó un proceso de lijado mecánico en la pulidora Struers LaboPol-5, utilizando discos abrasivos CAMEO DISK PLATINUM 3 y 4 (LECO) de granulometrías 400 y 600 respectivamente, seguido de un pulido mecánico con suspensiones de diamante LECO de 6 μm , 3 μm y 1 μm . Se tomaron micrografías de las muestras a magnificaciones 100 X en el microscopio Leica DMi8 M.

2.1.4.8 Metodología de análisis digital de imágenes para la cuantificación de grafito en la interfaz Fe/SiC

El estudio de la disociación del carbono desde el carburo de silicio hacia la matriz Fe se realizó mediante análisis digital de imágenes utilizando el software ImageJ v1.54g [188]. Para cada condición de procesamiento se adquirieron tres micrografías

SEM de la interfaz Fe/SiC utilizando un microscopio electrónico de barrido TESCAN VEGA3, con una magnificación de 30 000×, un voltaje de aceleración de 25 kV y una distancia de trabajo aproximada 12 mm. Todas las micrografías se adquirieron utilizando los mismos parámetros de operación del SEM y los mismos ajustes de brillo y contraste, garantizando la comparabilidad entre las imágenes.

Las imágenes originales se procesaron en formato de 16 bits para preservar el rango dinámico de intensidades. Posteriormente, se definió una región de interés (ROI) correspondiente a la interfaz Fe/SiC y se aplicó el algoritmo de umbralización automática de Otsu [189], el cual determina el umbral óptimo maximizando la varianza entre clases del histograma de niveles de gris. Debido a su carácter objetivo y a su amplia utilización en el análisis cuantitativo de imágenes científicas, este método se empleó para segmentar las regiones de menor intensidad. La fracción de área de las regiones segmentadas se determinó mediante las herramientas Threshold y Analyze Particles dentro del mismo software ver Figura 2-7..

La asignación de las regiones segmentadas al grafito se realizó considerando conjuntamente su menor intensidad en las micrografías SEM, su localización en la interfaz Fe/SiC y la evidencia complementaria obtenida mediante SEM-EDS y espectroscopía Raman. La fracción de área atribuida al grafito se calculó como la relación porcentual entre el área segmentada correspondiente al grafito A_g y el área total de la región de interés analizada A_{ROI} , de acuerdo con:

$$f_g(\%) = \frac{A_g}{A_{ROI}} \quad (2.3)$$

donde f_g corresponde a la fracción de área atribuida al grafito (%), A_g al área segmentada atribuida al grafito (μm^2) y A_{ROI} al área total de la región de interés analizada (μm^2). Para cada condición de procesamiento, el valor de fracción de grafito reportado correspondió al promedio de las tres micrografías analizadas ($n=3$), calculado mediante:

$$\bar{f}_g(\%) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n f_{g,i} \quad (2.4)$$

donde $\bar{f}_g$ representa la fracción media de área atribuida al grafito para cada condición y $f_{g,i}$ corresponde a la fracción de área determinada en cada micrografía. La

fracción media de grafito se empleó como un indicador indirecto del grado de disociación del SiC durante el proceso de sinterización.

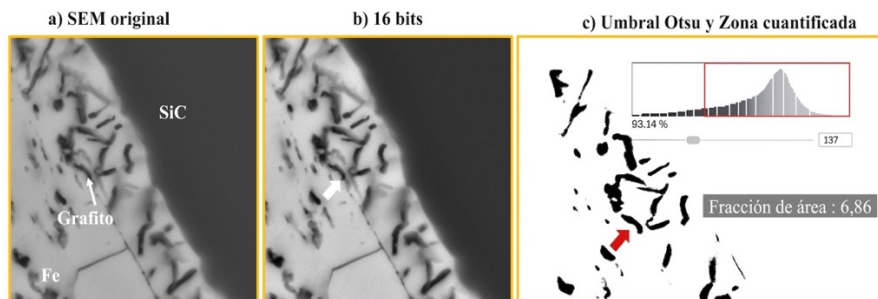


Fig. 2-7 Metodología empleada para el análisis digital y cuantificación de grafito en la interfaz Fe/SiC mediante micrografías SEM procesadas con ImageJ v1.54g

2.1.4.9 Difracción de DRX

Las fases cristalinas se identificaron mediante difracción de rayos X (DRX) utilizando un difractómetro D4 Endeavor (Bruker AXS, Karlsruhe, Alemania), empleando radiación $\text{CuK}\alpha 1$ ($\lambda = 0,15406 \text{ nm}$) y un tamaño de paso de $0,02^\circ/\text{s}$. El barrido se registró en el intervalo de 2θ comprendido entre 20° y 90° , operando a 40 kV y 20 mA. Las muestras para esta caracterización fueron seccionadas en forma rectangular, con dimensiones de 12,5 mm de largo, 0,5 mm de ancho y 0,2 mm de espesor, utilizando un disco de corte de precisión de nitruro de boro cúbico (CBN) de alta concentración (HC), de 7 pulgadas (178 mm) de diámetro y 0,6 mm de espesor.

2.1.4.10 Caracterización mediante espectroscopía Raman

La caracterización estructural de las fases carbonosas se realizó mediante espectroscopía Raman utilizando un espectrómetro LabRAM HR Evolution (Horiba Scientific), equipado con un detector CCD refrigerado (Synapse OE). Los espectros se adquirieron empleando un láser de 633 nm, un objetivo 100 $\times$, una red de difracción de 600 líneas mm^{-1} y un filtro de densidad neutra del 50 %. Para cada medición se realizaron 15 acumulaciones, manteniendo constantes todos los parámetros instrumentales durante la adquisición con el fin de garantizar la reproducibilidad y comparabilidad entre las diferentes condiciones experimentales.

La caracterización se efectuó sobre las superficies metalográficamente pulidas de las muestras sinterizadas, previamente utilizadas para la caracterización mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM). Esta preparación permitió localizar con precisión las regiones interfaciales Fe–SiC previamente

identificadas mediante SEM y realizar las mediciones Raman sobre zonas equivalentes en todas las muestras.

Aunque la caracterización Raman sobre superficies obtenidas mediante fractura criogénica en nitrógeno líquido ha sido utilizada para preservar el estado original de las fases carbonosas y minimizar posibles modificaciones superficiales durante la preparación metalográfica [36], en el presente trabajo se optó por realizar las mediciones sobre superficies pulidas, debido a que el objetivo principal fue comparar de manera sistemática la naturaleza estructural del carbono formado durante la sinterización bajo las distintas condiciones de procesamiento y no analizar los mecanismos locales de fractura. La utilización de superficies de fractura habría dificultado la localización reproducible de las regiones de reacción Fe–SiC debido a su elevada rugosidad e irregularidad superficial.

Asimismo, todas las muestras fueron preparadas mediante el mismo procedimiento metalográfico y analizadas bajo idénticas condiciones instrumentales, garantizando que cualquier posible efecto asociado a la preparación superficial fuera sistemático para todas las condiciones evaluadas. En consecuencia, las diferencias observadas entre los espectros Raman pueden atribuirse a las condiciones de procesamiento y no al procedimiento de preparación de las muestras. Esta estrategia permitió realizar una comparación directa y reproducible de la estructura del carbono precipitado en la interfaz Fe–SiC.

2.2 Etapa 2: Estudio de la evolución microestructural y mecánica de cermets Fe-SiC procesados por SPS.

La segunda etapa experimental de la investigación tuvo como objetivo analizar la influencia de los parámetros de sinterización mediante SPS sobre la densificación, la formación de fases, la evolución microestructural y las propiedades del material en cermets Fe–50 % p/p SiC, estableciendo posteriormente una comparación con los materiales obtenidos mediante HP. Como se muestra esquemáticamente en la Figura 2-8, esta etapa comprendió el procesamiento de los materiales, el diseño experimental, la caracterización microestructural y la evaluación de sus propiedades, con el propósito de identificar las condiciones de sinterización que promovieran una mayor densificación y un mejor desempeño del sistema Fe–SiC. Con este propósito, el estudio

se estructuró en dos fases experimentales complementarias. La primera correspondió al cribado sistemático de los principales parámetros de sinterización mediante un diseño factorial fraccionado $2^{(4-1)}$ con punto central, mientras que la segunda consistió en una etapa de optimización experimental orientada a ampliar el rango de condiciones de sinterización y profundizar en la comprensión de los mecanismos responsables de la densificación, la formación de fases y la evolución microestructural del sistema.

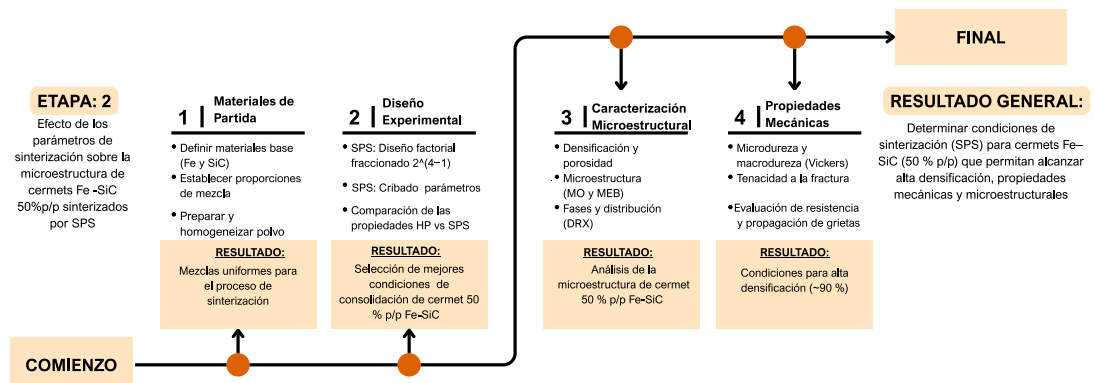


Fig. 2-8 Esquema metodológico de la segunda etapa para el estudio del efecto de los parámetros de sinterización SPS sobre la microestructura y propiedades mecánicas de cermetes Fe-SiC, y su comparación con materiales procesados mediante HP

2.2.1 Procesamiento y diseño experimental mediante Spark Plasma Sintering (SPS)

Todas las muestras fueron procesadas mediante SPS utilizando un sistema Dr. SINTER Lab Series SPS-1050 (SPS Syntex Inc., Japón). Los polvos previamente mezclados se colocaron en una matriz cilíndrica de grafito con un diámetro interno de 20 mm y una altura de 5 mm. Para minimizar la fricción, evitar la adhesión del material a la matriz y favorecer una distribución homogénea de la corriente eléctrica y del flujo térmico, tanto las paredes internas del molde como los punzones fueron recubiertos con láminas de grafito de 0,02 mm de espesor.

Durante la sinterización, el calentamiento se produjo mediante el paso directo de corriente eléctrica pulsada a través del conjunto matriz-muestra, promoviendo una rápida transferencia de calor y la activación de los mecanismos de densificación característicos del proceso SPS. Simultáneamente, se aplicó una presión uniaxial cuya magnitud, junto con la temperatura máxima de sinterización, el tiempo de mantenimiento y el modo de corriente pulsada (On/Off), se definieron de acuerdo con

el diseño experimental establecido para cada fase del estudio, el cual se describe a continuación.

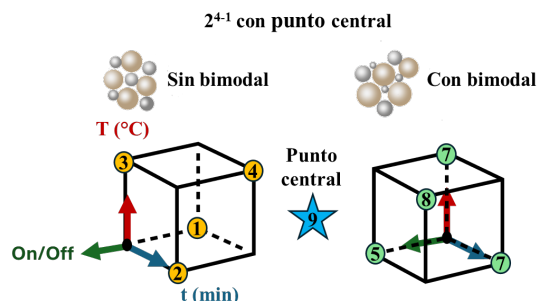


Fig. 2-9 Esquema del diseño experimental factorial 2⁽⁴⁻¹⁾ para el estudio de parámetros de Spark Plasma Sintering (SPS)

En una primera fase se implementó un diseño factorial fraccionado 2⁽⁴⁻¹⁾ con punto central, con el objetivo de evaluar de manera sistemática la influencia de los principales parámetros de sinterización sobre la densificación, la formación de fases y la evolución microestructural del sistema Fe–SiC. Para ello se consideraron como factores experimentales la distribución granulométrica del hierro (monomodal y bimodal), la temperatura de sinterización (700 y 900 °C), el tiempo de mantenimiento (1 y 5 min) y el modo de corriente pulsada (On/Off). Adicionalmente, se incorporó un punto central correspondiente a 800 °C y 3 min de mantenimiento, con el fin de evaluar posibles efectos no lineales y verificar la robustez del diseño experimental. Las condiciones experimentales correspondientes a esta primera fase se presentan en la Tabla 2-2

Tabla 2-2 Parámetros de sinterización por SPS.

Muestra	Composición (% p/p FeG)	Temperatura (°C)	Presión (MPa)	Tiempo (min)	Modo Corriente (On/Off)	Nomenclatura
1	0	700	50	1	1/1	SPS-Fe ₁ 700 _{1/1}
2	0	700	50	5	1/9	SPS-Fe ₅ 700 _{1/9}
3	0	900	50	1	1/9	SPS-Fe ₁ 900 _{1/9}
4	0	900	50	5	1/1	SPS-Fe ₅ 900 _{1/1}
5	50	700	50	1	1/9	SPS-50 _{G10} Fe ₁ 700 _{1/9}
6	50	700	50	5	1/1	SPS-50 _{G10} Fe ₅ 700 _{1/1}
7	50	900	50	1	1/1	SPS-50 _{G10} Fe ₁ 900 _{1/1}
8	50	900	50	5	1/9	SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900 _{1/9}
9	50	800	50	3	1/5	SPS-50 _{G10} Fe ₃ 800 _{1/5}

El análisis de esta primera fase permitió identificar las tendencias de densificación y evolución microestructural del sistema Fe–SiC, así como establecer la influencia de los principales parámetros de sinterización y de sus interacciones. No obstante, algunas combinaciones de variables no permitieron alcanzar los niveles de densificación esperados, lo que evidenció la necesidad de ampliar el estudio mediante una segunda fase experimental. A diferencia de la etapa inicial, esta fase no respondió a un diseño factorial formal, sino a una estrategia de optimización basada en la modificación sistemática de parámetros característicos del proceso SPS que, de acuerdo con los resultados obtenidos y los antecedentes reportados en la literatura, podían influir significativamente en la densificación, la formación de fases y la evolución microestructural del material. Con este objetivo, se evaluaron distintas estrategias de aplicación de la presión, variaciones en el régimen de corriente pulsada (On/Off), la velocidad de calentamiento, el incremento de la temperatura máxima de sinterización hasta 1000 y 1100 °C, así como diferentes configuraciones del sistema SPS y atmósferas de procesamiento, como se muestra en la Figura 2-10.

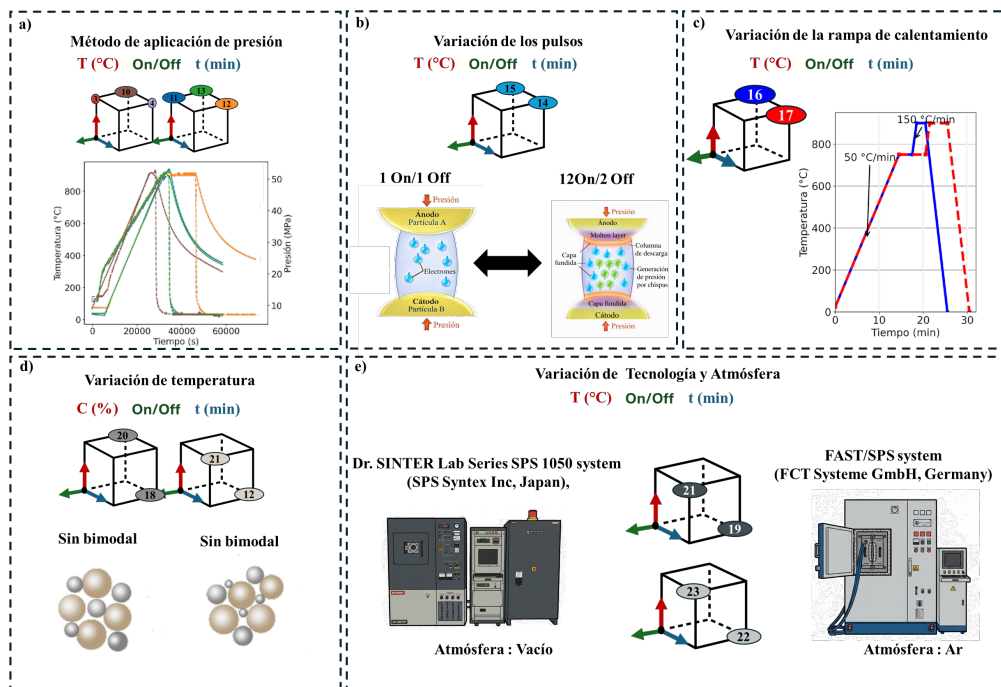


Fig. 2-10 Análisis del efecto de variaciones en los parámetros de sinterización SPS sobre la densificación del sistema Fe–SiC

Como resultado de esta estrategia de optimización, se definió un segundo grupo experimental (muestras 10–22), diseñado para estudiar de forma sistemática distintas

combinaciones de temperatura de sinterización, presión aplicada, tiempo de mantenimiento, modo de corriente pulsada (On/Off) y configuración del proceso. Asimismo, se incorporaron dos estrategias de presión escalonada (SPS-I y SPS-II), basadas en una etapa inicial de precompactación seguida de dos rampas térmicas con incremento progresivo de la presión hasta 60 MPa, diferenciadas únicamente por los tiempos de mantenimiento empleados en cada etapa del ciclo de sinterización. Adicionalmente, se comparó el procesamiento en distintos equipos SPS y bajo diferentes atmósferas de trabajo con el fin de determinar su influencia sobre la densificación, la formación de fases, la evolución microestructural y las propiedades del material. Las condiciones experimentales correspondientes a esta segunda fase se presentan en la Tabla 2-3.

Tabla 2-3 Parámetros de sinterización por SPS correspondientes a la segunda fase experimental.

Muestra	Temperatura (°C)	Presión (MPa)	Tiempo (min)	Modo de Corriente (On/Off)	Nomenclatura
10	900	50	1	1/1	SPS-Fe ₁ 900 _{1/1}
11	900	50	5	1/9	20*-SPS-Fe ₅ 900 _{1/1}
12	900	50	1	1/1	20*-SPS-Fe ₁ 900 _{1/1}
13	900	50	5	12/2	SPS-Fe ₅ 900 _{12/2}
14	900	50	10	12/2	SPS-Fe ₁₀ 900 _{12/2}
15	900	40/60	3/2	12/2	SPS -I*
16	900	40/60	6/4	12/2	SPS -II*
17	1000	50	5	1/1	SPS-Fe ₅ 1000 _{1/1}
18	1100	50	5	1/1	SPS-Fe ₅ 1100 _{1/1}
19	1000	50	5	1/9	SPS-50G ₁₀ Fe ₅ 1000 _{1/9}
20	1100	50	5	1/9	SPS-50G ₁₀ Fe ₅ 1100 _{1/9}
21	1100	50	5	1/1	SPS*-Fe ₅ 1100 _{1/1}
22	1100	50	5	1/1	SPS*-50G ₁₀ Fe ₅ 1100 _{1/1}

Finalmente, todas las muestras procesadas mediante SPS fueron caracterizadas empleando las mismas metodologías descritas previamente para los materiales obtenidos por HP. La utilización de procedimientos experimentales equivalentes permitió realizar una comparación directa entre ambas rutas de procesamiento y analizar de manera consistente la influencia de la ruta de sinterización sobre la

densificación, la formación de fases, la evolución microestructural y las propiedades de los cermetes Fe–SiC.

2.3 Etapa 3: Efectos de los parámetros de sinterización sobre los mecanismos de desgaste abrasivos y erosivos en cermet Fe-SiC50% p/p.

La Etapa 3 de la investigación estuvo enfocada en el análisis del comportamiento tribológico de los cermetes Fe–SiC procesados mediante HP y SPS, con el objetivo de establecer la relación entre los parámetros de sinterización, la microestructura y los mecanismos de desgaste, tal como se muestra en la Figura 2-11. Para ello, se integraron ensayos de desgaste abrasivo bajo la norma ASTM G75 y ensayos erosivos tipo SPT, permitiendo cuantificar la pérdida de material y comparar la resistencia al desgaste de las distintas condiciones de procesamiento.

Asimismo, las huellas de desgaste fueron caracterizadas mediante microscopía confocal LSM780 y procesadas utilizando los softwares ZEISS ZEN y MountainsMap® Digital Surf, v11, con el fin de evaluar parámetros topográficos y el volumen de material removido. Complementariamente, se realizaron ensayos de nanoindentación en la interfaz Fe/SiC para analizar las variaciones locales de dureza y módulo elástico asociadas a los mecanismos de degradación superficial.

La integración de estas metodologías permitió comparar directamente el desempeño tribológico de los materiales obtenidos mediante HP y SPS, estableciendo la influencia del procesamiento sobre la resistencia al desgaste y la evolución microestructural del sistema Fe–SiC.

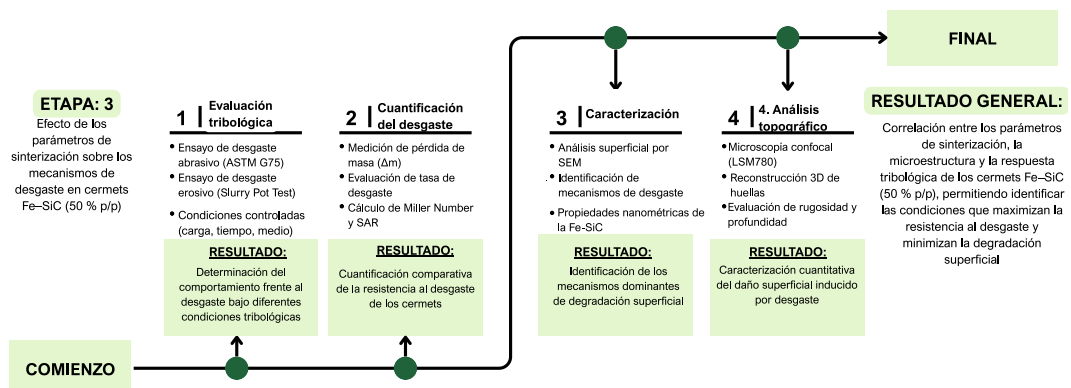


Fig. 2-11 Esquema metodológico para la evolución del comportamiento tribológico y mecanismos de desgaste en cermetes Fe-SiC procesados mediante HP y SPS

2.3.1 Ensayos tribológicos

2.3.1.1 Ensayo de desgaste abrasivo bajo la norma ASTM G75

El ensayo de abrasión en medio húmedo se desarrolló en base a la norma ASTM G75 [164] la cual establece el procedimiento estándar para determinar tanto la abrasividad de una suspensión sólida (Miller Number) como la respuesta abrasiva de materiales sólidos en dicha suspensión (SAR Number). Conforme a esta metodología, los especímenes se sometieron a un movimiento recíproco controlado sobre una lámina de neopreno, bajo una carga normal constante de 22,24 N, con un recorrido de 203, mm y una frecuencia aproximada de 48 ciclos/min.

Previo al ensayo, las probetas se prepararon, limpiaron y pesaron siguiendo los pasos fundamentales indicados en la norma, y cada cubeta de ensayo fue equipada con una lámina de neopreno MIL-R-6855C y cargada con una suspensión abrasiva fresca, usualmente preparada al 50% en masa de sólidos, concentración recomendada por el estándar para garantizar comparabilidad y estabilidad del sistema de ensayo. El procedimiento se ejecutó en tres ciclos consecutivos de 2 h, totalizando 6 h de exposición, retirando y pesando cada probeta al finalizar cada intervalo, lo que permite obtener una curva acumulativa de pérdida de masa.

Finalmente, la pérdida de masa registrada se utilizó para calcular la tasa instantánea de desgaste a las 2 h, parámetro base para derivar tanto el Miller Number como el SAR Number, según las ecuaciones y factores de normalización especificados en la norma. De esta forma, el uso de la metodología ASTM G75-15 permitió evaluar de manera estandarizada el comportamiento tribológico de los materiales estudiados en condiciones de abrasión en lodo.

2.3.1.2 Ensayo de desgaste erosivo SPT

La resistencia al desgaste erosivo de las muestras fue evaluada mediante un ensayo de erosión por pulpa tipo SPT, una metodología ampliamente utilizada para evaluar el comportamiento de materiales sometidos a la acción de partículas abrasivas suspendidas en un medio líquido [175,176]. Para ello, las probetas fueron fijadas a un

eje rotatorio e inmersas en un recipiente cilíndrico de aproximadamente 2 L de capacidad, que contenía una pulpa abrasiva.

El medio abrasivo estuvo compuesto por 600 g de Al_2O_3 (mesh 400) y 600 g de agua destilada, estableciendo una relación sólida/líquido de 1:1 en masa. El ensayo se llevó a cabo durante 6 horas a una velocidad de rotación de 600 rpm, utilizando un disco IAA4560 como elemento de interacción dentro del sistema.

Durante el ensayo, la rotación del eje promovió el impacto continuo de las partículas abrasivas en suspensión sobre la superficie de las muestras, generando mecanismos de desgaste dominados por erosión y microcorte, lo que condujo a la remoción progresiva de material.

Finalizado el ensayo, las muestras fueron limpiadas, secadas y pesadas con una balanza de alta precisión. La variable de respuesta empleada fue la pérdida de masa, determinada a partir de la diferencia de peso antes y después del ensayo, lo que permitió cuantificar comparativamente la resistencia al desgaste erosivo de los cermets evaluados.

2.3.1.3 Caracterización topográfica de las huellas de desgaste por microscopía confocal

El análisis topográfico de las superficies desgastadas se realizó mediante microscopía confocal LSM780. Las imágenes obtenidas fueron procesadas inicialmente en el software ZEISS ZEN para la generación de mapas de altura y reconstrucciones tridimensionales de las huellas de desgaste. Posteriormente, los datos fueron analizados mediante el software MountainsMap® Digital Surf, v11, lo que permitió una evaluación cuantitativa de la superficie. A partir de este procesamiento, se determinaron parámetros de rugosidad, morfología superficial y volumen de material removido, permitiendo cuantificar el daño inducido por el desgaste.

2.3.2 Estudio de interfases mediante nanoindentación

Se realizó un análisis de nanoindentación con el objetivo de estudiar la región interfacial entre Fe y SiC. Se obtuvieron perfiles de indentación estática utilizando un nanoindentador Hysitron TI Premier (Bruker, EE. UU.), aplicando una carga máxima de 10 000 μN y tiempos de carga, mantenimiento y descarga de 5 s. Las mediciones

se llevaron a cabo a lo largo de un perfil que abarca desde la matriz de Fe hasta la partícula de SiC.

Se adquirieron imágenes de la superficie antes y después de la indentación mediante la retroalimentación entre el escáner piezoeléctrico del software TriboScan y el eje del indentador del transductor, con el fin de mapear la superficie de la muestra utilizando la sonda del nanoindentador. Para ello, se empleó una fuerza de contacto de 2 μN y una frecuencia de escaneo de 1 Hz.

Las curvas de carga-desplazamiento (curvas p-h) obtenidas se procesaron mediante el método de Oliver-Pharr para determinar la dureza y el módulo elástico a partir del módulo efectivo [38]:

$$\frac{1}{E_f} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (2.5)$$

donde E_f es el módulo elástico efectivo obtenido de la medición, E y ν corresponden al módulo elástico y la relación de Poisson de la muestra, respectivamente, y E_i y ν_i son las propiedades del indentador.

Se consideraron valores de la relación de Poisson de $\nu \approx 0,29$ para Fe y $\nu \approx 0,212$ para 6H-SiC. Además, se utilizó un valor efectivo de $\nu \approx 0,245$ para las indentaciones en la región interfacial, estimado mediante una regla de mezclas ponderada. Para el indentador, se emplearon valores de $\nu_i = 0,07$ y $E_i = 1140$ GPa.

Capítulo 3 Resultados y discusión

En este capítulo se presentan y discuten los resultados obtenidos durante la investigación, con el propósito de establecer la relación entre las condiciones de procesamiento, la evolución microestructural y el comportamiento mecánico y tribológico de los cermetes Fe–50 %p SiC. En primer lugar, se analizan los materiales procesados mediante (HP), evaluando la influencia de los parámetros de sinterización sobre la densificación, las propiedades mecánicas, la microestructura y las transformaciones interfaciales. Posteriormente, se estudian los cermetes obtenidos mediante (SPS), considerando tanto la etapa de cribado factorial como la fase de optimización del proceso. Finalmente, se realiza un análisis comparativo entre ambas rutas de procesamiento y se relacionan las características microestructurales con el comportamiento tribológico mediante ensayos de desgaste, caracterización topográfica y nanoindentación, con el fin de identificar los mecanismos responsables del desempeño de los cermetes y definir las condiciones de procesamiento más favorables.

3.1 Morfología y mezcla de polvos

Con el fin de evaluar la interacción entre las partículas de Fe y SiC después del proceso de mezclado, se analizaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) las mezclas de polvos obtenidas. Las mezclas M₁ (100 % Fe_G / 0 % Fe_P) y M₃ (50 % Fe_G / 50 % Fe_P), representativas de las distribuciones granulométricas monomodal y bimodal, respectivamente, se presentan en la Figura 3-1 para facilitar la comparación entre ambas condiciones. Las mezclas M₂ (75 % Fe_G / 25 % Fe_P) y M₄ (25 % Fe_G / 75 % Fe_P) mostraron la misma tendencia en cuanto al recubrimiento superficial de las partículas de SiC por Fe; por ello, sus micrografías, junto con una micrografía de referencia de la mezcla de polvos y ampliaciones adicionales de las diferentes formulaciones, se presentan en el Anexo 2 como información complementaria.

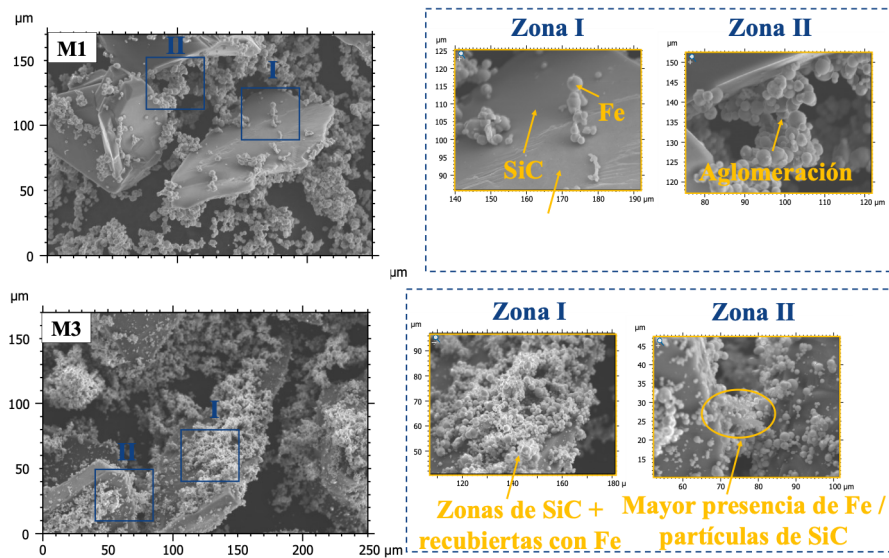


Fig. 3-1 Micrografías SEM representativas de las mezclas de polvos M₁ (100 % Fe_G / 0 % Fe_P) y M₃ (50 % Fe_G / 50 % Fe_P) antes de la compactación. Las ampliaciones muestran regiones donde se observa el cobertura parcial de las partículas de SiC por partículas de Fe tras el proceso de mezclado. Las micrografías correspondientes a las mezclas M₂ (75 % Fe_G / 25 % Fe_P) y M₄ (25 % Fe_G / 75 % Fe_P)

En la mezcla M₁ se observa una cobertura parcial de la superficie de las partículas de SiC por partículas de Fe, coexistiendo regiones con mayor y menor grado de cobertura del refuerzo cerámico. En contraste, la mezcla M₃ presenta una mayor cobertura de partículas finas de Fe sobre la superficie del SiC, lo que es consistente con la incorporación de la fracción fina de hierro (Fe_P). Las micrografías correspondientes a las mezclas M₂ y M₄, incluidas en el Anexo 2, muestran la misma tendencia general, respaldando que este comportamiento es representativo de las diferentes formulaciones evaluadas.

Debe señalarse que las micrografías SEM muestran únicamente la disposición superficial de las partículas durante la preparación de la muestra para su observación. En consecuencia, estas imágenes no permiten establecer conclusiones acerca de la continuidad de la fase metálica ni de la distribución tridimensional de las partículas antes de la compactación. Por tanto, el principal resultado de esta caracterización consiste en evidenciar la tendencia de las partículas de Fe a recubrir parcialmente la superficie del SiC tras el proceso de mezclado. La influencia de esta disposición inicial sobre la densificación, las propiedades mecánicas y la evolución microestructural será analizada en las secciones siguientes.

3.2 Resultados del diseño de cribado mediante HP.

Con el propósito de evaluar la influencia de los principales parámetros de procesamiento sobre la densificación y las propiedades mecánicas de los cermets Fe–50 %p SiC obtenidos mediante HP, se analizó el efecto de la distribución granulométrica del Fe, el tiempo de mantenimiento, la ruta de compactación y la temperatura de sinterización, manteniendo constantes la presión uniaxial de 50 MPa y la fracción cerámica (50 %p/p de SiC). La Figura 3-2 resume la densidad relativa determinada mediante el método de Arquímedes y las propiedades mecánicas obtenidas para cada condición experimental. Aunque la densificación también fue determinada mediante el método geométrico y análisis de imágenes, la discusión se basa en los resultados obtenidos por Arquímedes debido a que este método proporciona una estimación más representativa del grado de consolidación del material, al determinar el volumen real de la probeta independientemente de pequeñas variaciones en la geometría externa y en el acabado superficial introducidas durante el procesamiento. Esta elección permite, además, establecer un criterio uniforme para la comparación entre los materiales obtenidos mediante HP y SPS, evitando que diferencias geométricas propias de cada ruta de procesamiento influyan en la interpretación de la densificación. Los resultados correspondientes a las tres metodologías empleadas para determinar la densificación (geométrica, Arquímedes y análisis de imágenes), así como el resto de las propiedades físicas y mecánicas evaluadas, se presentan en el Anexo 3 con el fin de respaldar la consistencia de las tendencias observadas y facilitar la consulta de los datos experimentales completos.

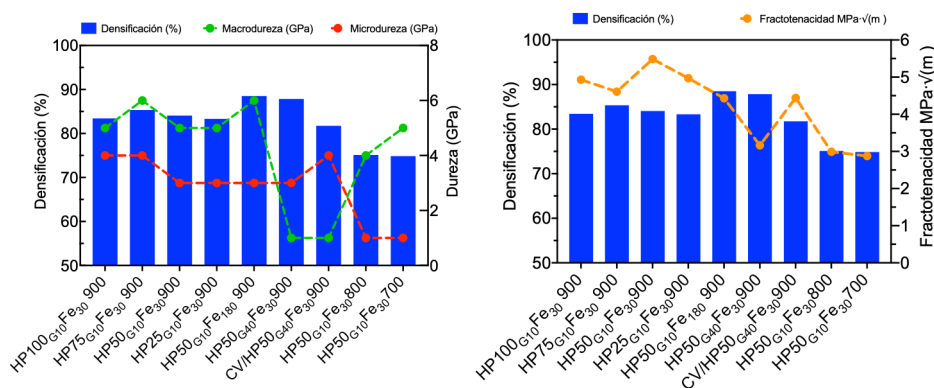


Fig. 3-2 Influencia de los parámetros del procesamiento mediante HP sobre la densificación y las propiedades mecánicas de los cermets Fe-50 p/p SiC.

En términos generales, la densificación por Arquímedes presentó valores comprendidos entre aproximadamente 74,85 y 88,51 %, evidenciando que las variaciones en los parámetros de procesamiento modifican de forma apreciable el grado de consolidación del material. Las mayores densificaciones se alcanzaron para las muestras procesadas a 900 °C, particularmente cuando se empleó una distribución granulométrica bimodal del hierro y tiempos de mantenimiento prolongados, mientras que las menores correspondieron a las condiciones de 700 °C, donde la energía térmica disponible resulta insuficiente para promover un cierre eficiente de la porosidad.

Las propiedades mecánicas mostraron una respuesta dependiente de las condiciones de sinterización, aunque no siempre siguieron una relación lineal con la densificación. La dureza y la resistencia a la fractura tendieron a incrementarse en las condiciones de mayor consolidación, alcanzando sus valores más elevados en las muestras procesadas a 900 °C. Sin embargo, algunas condiciones con densificaciones similares exhibieron diferencias apreciables en sus propiedades mecánicas, lo que indica que el comportamiento del material no depende únicamente del porcentaje de densificación alcanzado, sino también de los cambios microestructurales inducidos durante la sinterización, tales como la continuidad de la matriz metálica, el grado de unión en la interfaz Fe/SiC y la formación de nuevas fases.

En contraste, las muestras sinterizadas a 700 °C presentaron simultáneamente una menor densificación y un deterioro de las propiedades mecánicas, comportamiento consistente con una consolidación incompleta y una mayor fracción de poros residuales. Estos resultados evidencian que la temperatura de sinterización constituye el parámetro de procesamiento con mayor influencia sobre la respuesta global de los cermets procesados mediante HP, mientras que la distribución granulométrica del hierro y el tiempo de mantenimiento actúan como variables complementarias que permiten optimizar el grado de consolidación alcanzado.

Con el fin de facilitar la interpretación de los resultados, en los epígrafes siguientes se analiza de manera independiente el efecto de los parámetros de procesamiento sobre cada una de las propiedades evaluadas. En primer lugar, se examina el comportamiento de la densificación como indicador del grado de consolidación alcanzado durante la sinterización. Posteriormente, se analizan las propiedades mecánicas en función de las

condiciones de sinterización, finalmente, se discuten las características microestructurales y los mecanismos responsables de las tendencias observadas, estableciendo la relación entre procesamiento, microestructura y propiedades de los cermets Fe–50 %p SiC obtenidos mediante HP.

3.2.1 Densificación de las muestras sinterizadas mediante HP

La densificación por Arquímedes mostró una tendencia cuasi parabólica con la distribución granulométrica del hierro, alcanzando los mayores valores para las composiciones intermedias HP75_{G10}Fe30 y HP50_{G10}Fe30, mientras que las composiciones extremas presentaron una ligera disminución. Este comportamiento indica que una distribución granulométrica balanceada favorece un empaquetamiento inicial más eficiente, incrementando el número de contactos entre partículas de Fe y reduciendo el volumen inicial de poros. Como consecuencia, durante el prensado en caliente se facilita la consolidación de la matriz metálica, obteniéndose mayores niveles de densificación.

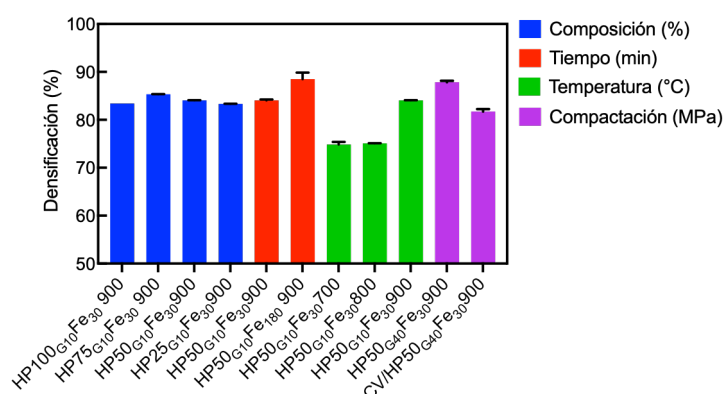


Fig. 3-3 Influencia de los parámetros de procesamiento mediante Hot Pressing sobre la densificación por Arquímedes de los cermets Fe–50 %p SiC.

Este comportamiento es consistente con lo reportado por Sun et al. [190], quienes indican que la densificación de cermets Fe–SiC consolidados por HP al vacío depende del equilibrio entre la fracción cerámica y la distribución interparticular de la fase metálica. De manera similar, Gao et al. [42] observaron en cermets Cu–Fe–SiC que el incremento del contenido de Fe favorece el aumento de la densidad debido a la formación de interfaces Fe/SiC con mayor adherencia, promoviendo una consolidación más eficiente.

Como se observa en la Figura 3-3, el incremento del tiempo de mantención de las muestras de 30 a 180 min produjo un aumento de la densificación de aproximadamente 4,44 %. Este comportamiento es característico de la cinética de sinterización en estado sólido, donde un mayor tiempo favorece el crecimiento de los cuellos entre partículas, la difusión de masa y el cierre progresivo de la porosidad.

La temperatura de sinterización fue el parámetro que ejerció la mayor influencia sobre la densificación. Al disminuir la temperatura desde 900 hasta 800 y 700 °C se observó una reducción significativa de la densificación, evidenciando que la energía térmica disponible resulta insuficiente para promover una difusión efectiva del hierro y la eliminación de la porosidad. Wu et al. [39], mediante experimentos de difusión en estado sólido entre Fe, Ni y Co y monocristales de 4H-SiC, identificaron que la reacción interfacial metal/SiC se activa en el intervalo de 550–650 °C. No obstante, aunque en las condiciones del presente estudio ($T \geq 700$ °C) la reacción interfacial es termodinámicamente posible, la cinética de difusión continúa siendo limitada a 700 y 800 °C, restringiendo el grado de consolidación alcanzado.

Finalmente, la incorporación de una etapa de compactación previa mediante compactación en frío CV a 967 MPa antes del HP incrementó la densificación respecto al procesamiento directo por HP. Este comportamiento se atribuye al mejor empaquetamiento inicial de las partículas y a la reducción del volumen de poros presentes en el compacto verde, facilitando su eliminación durante la sinterización. En este sentido, Gao et al. [42] reportaron una tendencia similar en cermets Cu-Fe-SiC procesados por Hot Pressing, donde una mayor participación del Fe favoreció la formación de interfaces reactivas Fe/SiC y produjo un incremento progresivo de la densidad.

3.2.2 Análisis de dureza y fractotenacidad de las muestras sinterizadas mediante HP.

3.2.2.1 Análisis de la dureza

Una vez analizada la influencia de los parámetros de procesamiento sobre la densificación, resulta pertinente evaluar su efecto sobre la dureza Vickers de los cermets Fe-50 %p SiC. En materiales obtenidos por pulvimetalurgia, la dureza está estrechamente relacionada con el grado de densificación alcanzado durante la

sinterización, ya que la reducción de la porosidad y el aumento del contacto efectivo entre partículas incrementan la resistencia del material frente a la deformación por indentación [191] . La Figura 3-4 resume el efecto de la distribución granulométrica del Fe, el tiempo de mantenimiento, la temperatura de sinterización y la ruta de compactación sobre la dureza de los cermets procesados mediante HP.

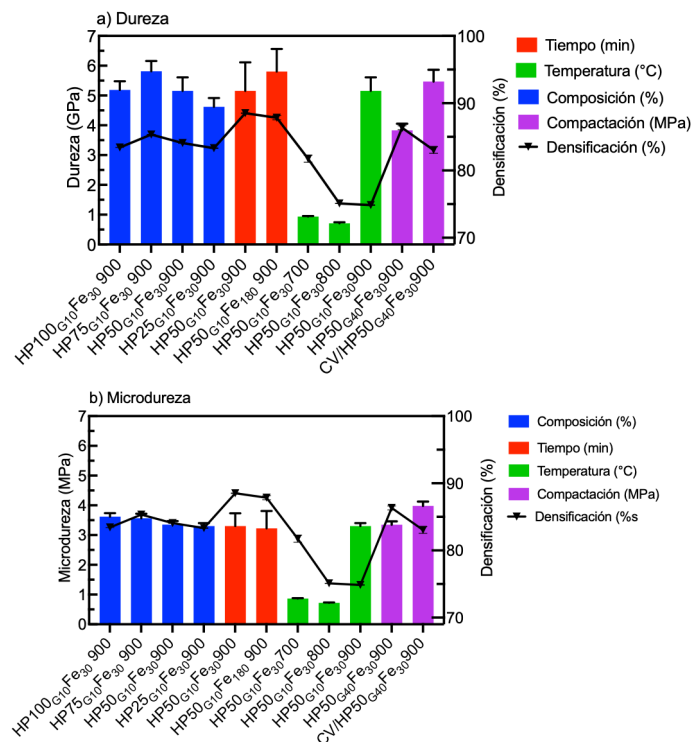


Fig. 3-4 Efecto de los parámetros de procesamiento por HP sobre la dureza Vickers de los cermets Fe-50 %p SiC: (a) distribución granulométrica del Fe, (b) tiempo de sinterización, (c) temperatura de sinterización y (d) ruta de compactación en función de la densificación.

La Figura 3-4 muestra que la dureza reproduce la misma tendencia observada para la densificación (Figura 3-3). En todos los casos, la temperatura de sinterización fue el parámetro que produjo el mayor incremento tanto en la densificación como en la dureza, seguida de la ruta de compactación. En contraste, la distribución granulométrica del Fe y el tiempo de mantenimiento ejercieron una influencia relativamente menor sobre ambas propiedades. Esta correspondencia confirma que, para las condiciones evaluadas, la respuesta mecánica estuvo gobernada principalmente por el grado de densificación alcanzado durante la sinterización.

La dureza varió entre 0,72 y 3,98 GPa Figura 3-4 (a). En concordancia con el comportamiento observado para la densificación, la temperatura de sinterización constituyó el factor de mayor influencia. A 700 °C se obtuvieron valores cercanos a 0,87 GPa, consistentes con los bajos niveles de densificación alcanzados bajo estas condiciones. Al incrementar la temperatura hasta 900 °C, la dureza aumentó hasta 3,35 GPa, reflejando el efecto del mayor grado de densificación alcanzado durante la sinterización.

La ruta de compactación también mostró un efecto significativo sobre la respuesta mecánica. La compactación previa mediante CV+HP incrementó la dureza desde 3,35 hasta 3,98 GPa, en concordancia con el aumento de la densificación obtenido mediante esta ruta de procesamiento. Este comportamiento indica que una mayor densidad en verde favorece el desarrollo de un material más consolidado tras la sinterización, permitiendo alcanzar una mayor resistencia frente a la deformación por indentación. Por el contrario, las variaciones asociadas al tamaño de partícula del Fe y al tiempo de mantenimiento fueron reducidas, coherentes con la escasa influencia que estas variables ejercieron previamente sobre la densificación.

Como referencia comparativa, Yang et al. [183] reportaron una microdureza de 239,97 HV0,5 ($\approx$ 2,35 GPa) para un compuesto Fe–10 %p SiC reforzado con partículas Cu/SiC consolidado mediante HP. Gao et al. [42] obtuvieron valores comprendidos entre 250,32 y 333,15 HV ($\approx$ 2,45–3,27 GPa) en cermets Cu–Fe–SiC con un 35 %p de SiC. Los valores alcanzados en el presente trabajo, de hasta 3,98 GPa, se sitúan en el límite superior e incluso superan los reportados para estos sistemas, lo que resulta consistente con el mayor grado de densificación alcanzado bajo las condiciones óptimas de procesamiento. Por su parte, Sun et al. [190] estudiaron cermets con matriz multicomponente Fe–Co–Cu–Sn procesados al vacío mediante HP; aunque la comparación cuantitativa directa no resulta apropiada debido a las diferencias en la composición de la matriz, sus resultados coinciden en señalar que la temperatura de sinterización y el grado de consolidación constituyen factores determinantes en el desarrollo de las propiedades mecánicas.

3.2.2.2 Análisis de la fractotenacidad

La fractotenacidad de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante HP varió aproximadamente entre 2,8 y 5,5 MPa·√m, evidenciando una marcada influencia de las condiciones de procesamiento Figura 3-5. Los mayores valores se obtuvieron bajo las mismas condiciones que promovieron una mayor densificación y un incremento de la dureza, confirmando la estrecha relación existente entre estas propiedades. Los gráficos individuales correspondientes a cada variable de procesamiento, así como la correlación entre dureza y fractotenacidad, se presentan en el Anexo 4 como información complementaria.

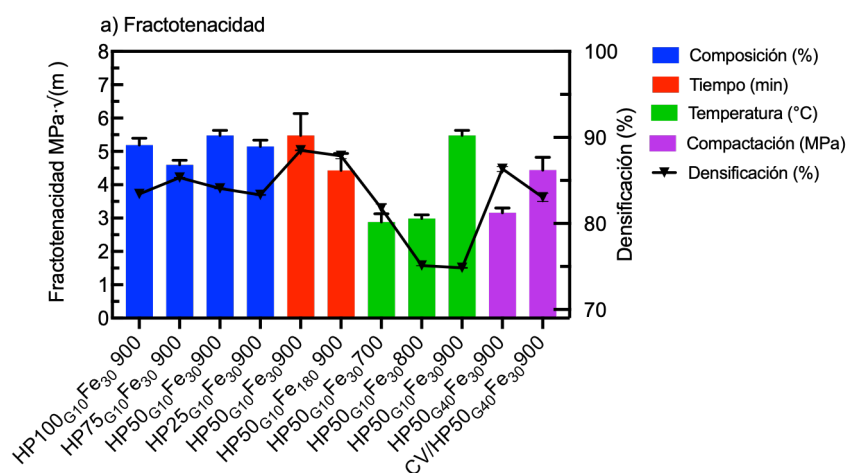


Fig. 3-5 Influencia de los parámetros de HP sobre la tenacidad a la fractura y la densificación.

La temperatura de sinterización fue el parámetro de mayor influencia sobre la fractotenacidad. A 700 y 800 °C se obtuvieron valores cercanos a 3 MPa·√m, mientras que a 900 °C la fractotenacidad aumentó hasta aproximadamente 5,5 MPa·√m. Esta tendencia coincide con la observada previamente para la densificación y la dureza, indicando que un mayor grado de consolidación favorece la resistencia del material frente a la propagación de grietas.

La distribución granulométrica del Fe produjo variaciones moderadas en la fractotenacidad. Las mezclas con distribución bimodal presentaron valores ligeramente superiores a los obtenidos con la distribución monomodal, comportamiento consistente con el ligero incremento de densificación observado para estas condiciones.

El tiempo de mantenimiento presentó una tendencia diferente. Aunque el incremento del tiempo de sinterización desde 30 hasta 180 min produjo una ligera

mejora en la densificación, la fractotenacidad disminuyó desde aproximadamente 5,5 hasta 4,4 MPa·√m. Este resultado indica que, una vez alcanzado un elevado grado de densificación, la resistencia a la fractura deja de depender exclusivamente de este parámetro y comienza a estar influenciada por la evolución de la microestructura durante tiempos prolongados de permanencia a alta temperatura.

La compactación previa también incrementó la fractotenacidad respecto al procesamiento mediante HP directo, pasando de aproximadamente 3,2 a 4,4 MPa·√m. Esta tendencia es consistente con el aumento de la densificación obtenido mediante esta ruta de procesamiento, confirmando que una mayor densidad en verde favorece la consolidación del material y mejora su resistencia a la propagación de grietas.

Con el propósito de complementar el análisis de la fractotenacidad, la Figura 3-6 presenta micrografías representativas de las grietas generadas durante el ensayo de indentación Vickers para medir la tenacidad a la fractura.

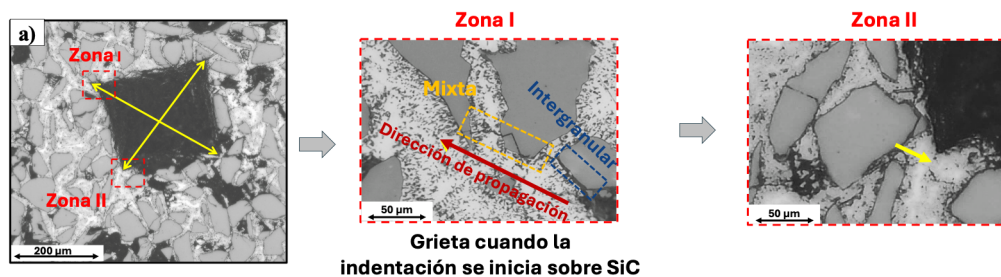


Fig. 3-6 Mecanismo de iniciación y propagación de grietas durante el ensayo de Fractotenacidad a la fractura en los cermetes Fe-50% p/p procesados mediante HP.

La Zona I corresponde a una grieta iniciada sobre una partícula de SiC. En esta región, la grieta se propaga inicialmente a través de la fase cerámica y posteriormente modifica su trayectoria al interactuar con la interfaz Fe–SiC. Se observa una propagación de carácter mixto, con trayectorias tanto transgranulares como intergranulares, indicando que el avance de la grieta no ocurre de forma completamente rectilínea.

En contraste, la Zona II muestra que la grieta pierde continuidad al aproximarse a la matriz metálica, sin evidenciar una propagación apreciable dentro de esta fase. Este comportamiento sugiere que la trayectoria de la grieta se ve modificada por las características microestructurales del material, limitando su propagación.

Las diferencias observadas entre ambas regiones indican que la respuesta frente a la propagación de grietas no depende únicamente del grado de densificación alcanzado durante el procesamiento. La evolución de la microestructura y de la interfaz Fe–SiC también desempeña un papel importante en este comportamiento. Estos aspectos serán analizados en detalle en la siguiente sección mediante la caracterización microestructural, con el objetivo de establecer la relación entre la evolución de la interfaz, la posible disociación del SiC y las propiedades mecánicas de los cermets procesados mediante HP.

3.2.3 Análisis microestructural de las muestras sinterizadas mediante HP

3.2.3.1 Microscopía óptica de las muestras procesadas mediante HP

Las diferencias observadas previamente en la densificación y las propiedades mecánicas sugieren que los parámetros de procesamiento modifican significativamente la evolución microestructural de los cermets Fe–50 %p SiC. Para analizar este comportamiento, se realizó una caracterización mediante microscopía óptica, evaluando la distribución de las partículas de SiC, la continuidad general de la matriz metálica y la porosidad residual. Las Figuras 3-7 y 3-8 presentan las microestructuras representativas obtenidas para las diferentes condiciones de procesamiento, mientras que los mapas de segmentación empleados para la cuantificación de la porosidad superficial y la identificación de fases se incluyen en los Anexos 5 y 6 como información complementaria

Las micrografías de la Figura 3-7 muestran que las partículas de SiC conservan su integridad geométrica durante el proceso de HP, sin evidenciar fragmentación significativa del refuerzo cerámico. Asimismo, se observan diferencias en la distribución de la matriz metálica y en la porosidad residual asociadas a la distribución granulométrica del Fe. Las composiciones intermedias HP75_{G10}Fe30 y HP50_{G10}Fe30 presentan una distribución más homogénea de las partículas de SiC y una menor porosidad superficial que las composiciones extremas HP100_{G10}Fe30 y HP25_{G10}Fe30.

Este comportamiento puede atribuirse al efecto del empaquetamiento inicial de los polvos. La incorporación de partículas finas de Fe incrementa el número de

contactos entre partículas y favorece una distribución más eficiente de la fase metálica alrededor del refuerzo cerámico [143,191]. Como consecuencia, durante el prensado en caliente se incrementa el área efectiva de difusión, se acelera el crecimiento de los cuellos de sinterización y se facilita el cierre de la porosidad residual. Estos mecanismos conducen a una consolidación más homogénea del material, consistente con el incremento de la densificación y de las propiedades mecánicas discutidas en las secciones anteriores.

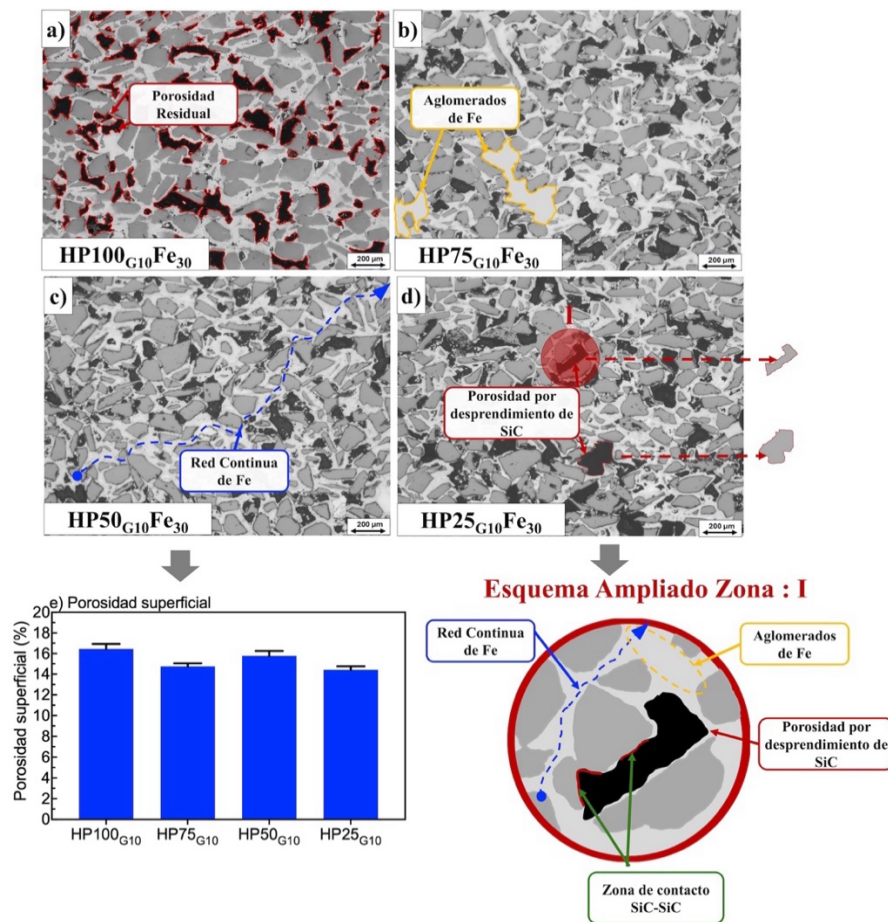


Fig. 3-7 Microestructuras representativas de los cermets Fe-50 % p/p procesados mediante HP a 900 °C, 50 MPa y 30 min con diferentes distribuciones de granulometría de Fe.

La cuantificación de la porosidad superficial, presentada en la Figura 3-7e, respalda estas observaciones. Aunque las diferencias entre composiciones son relativamente moderadas, las formulaciones intermedias presentan menores niveles de porosidad superficial que las composiciones extremas. Los mapas de segmentación utilizados para esta cuantificación se presentan en el Anexo 5.

El esquema ampliado de la Zona I Figura 3-7f resume las principales características microestructurales identificadas durante el análisis, ilustrando la coexistencia de la red continua de Fe, la interfaz de contacto SiC–Fe, los aglomerados de Fe y los poros generados por el desprendimiento de partículas de SiC. Este esquema facilita la interpretación de los mecanismos microestructurales responsables de las diferencias observadas entre las distintas formulaciones procesadas mediante HP y sirve como referencia para la discusión de los mecanismos de fractura y desgaste desarrollada en las secciones posteriores.

Además de la distribución granulométrica del Fe, la ruta de compactación, el tiempo de mantenimiento y la temperatura de sinterización modifican la evolución microestructural de los cermets Fe–50 %p SiC. Las micrografías de la Figura 3-8 permiten analizar el efecto de cada uno de estos parámetros sobre la continuidad de la fase metálica y la porosidad residual.

La comparación entre las condiciones HP y CV/HP (Figuras 3-8a y 3-8b) muestra que la compactación previa mediante prensado en verde incrementa la densidad inicial del compacto, reduciendo el volumen de poros que debe eliminarse durante la sinterización. Como consecuencia, la condición CV/HP presenta una distribución más uniforme de la fase metálica y una menor porosidad residual, lo que resulta consistente con el incremento de la densificación y de la dureza observado para esta condición. El incremento del tiempo de mantenimiento de 30 a 180 min (Figuras 3-8c y 3-8d) favorece la continuidad de los procesos difusivos y el crecimiento de los cuellos de sinterización entre partículas de Fe, produciendo una ligera disminución de la porosidad residual. Sin embargo, las diferencias microestructurales entre ambas condiciones son moderadas, lo que concuerda con la limitada variación de la densificación y explica por qué el aumento del tiempo de mantenimiento no produjo una mejora significativa de las propiedades mecánicas.

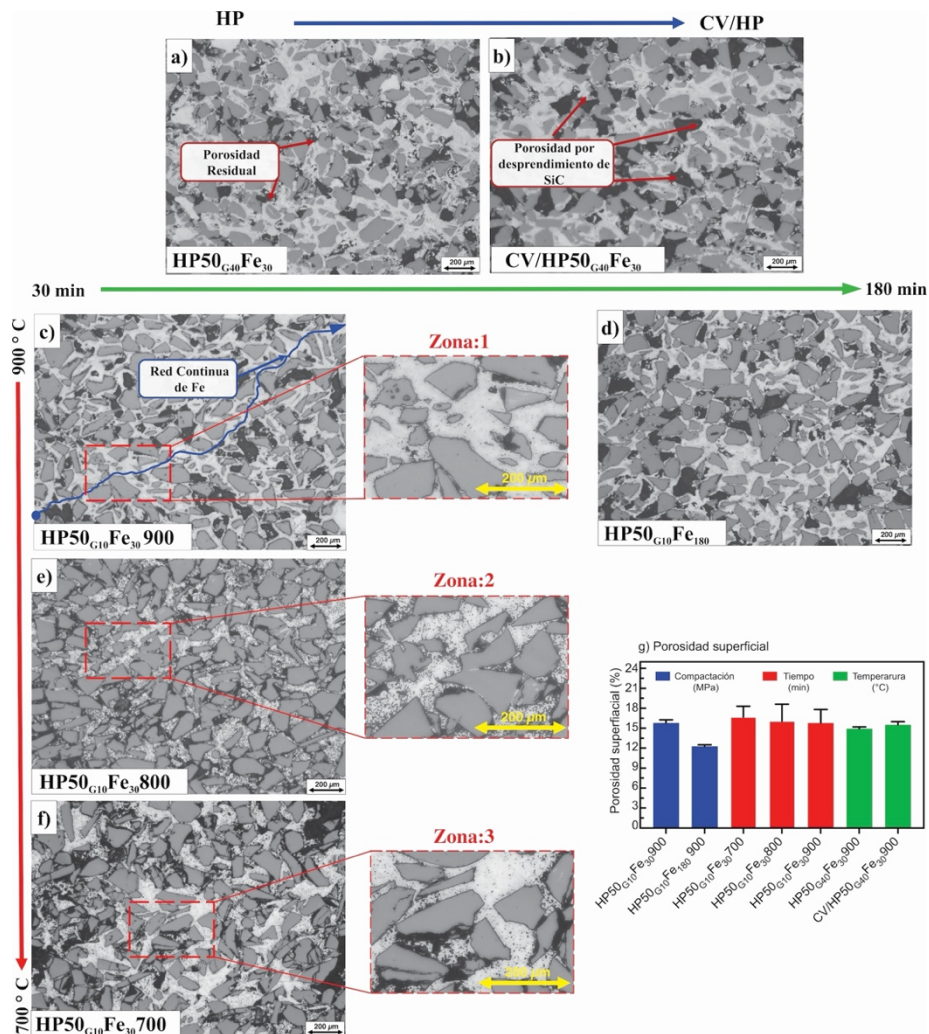


Fig. 3-8 Influencia de la ruta de compactación, el tiempo de mantenimiento y la temperatura de sinterización sobre la microestructura de los cermetes Fe-50 %p SiC procesados mediante HP.

La temperatura de sinterización constituye el parámetro con mayor influencia sobre la evolución microestructural. Las ampliaciones correspondientes a las Zonas 1, 2 y 3 permiten apreciar con mayor claridad la evolución de la fase metálica. En la Zona 1, correspondiente a la muestra sinterizada a 900 °C, se observa una matriz metálica continua que rodea las partículas de SiC. Aunque aún se identifican poros aislados, no se evidencian discontinuidades significativas en la fase metálica, indicando que el transporte de masa fue suficiente para consolidar la red de Fe y promover el cierre de la mayor parte de la porosidad. Sin embargo, en la Zona 2, correspondiente a la muestra procesada a 800 °C, comienzan a observarse cuellos de sinterización entre partículas de Fe, evidenciando que los mecanismos difusivos se encuentran en una etapa

intermedia de desarrollo. La menor activación térmica limita el crecimiento de estos cuellos y, en consecuencia, persisten regiones con mayor porosidad y una continuidad menos uniforme de la fase metálica respecto a la condición sinterizada a 900 °C.

Finalmente, la Zona 3, correspondiente a la muestra procesada a 700 °C, presenta la menor consolidación microestructural. La limitada difusión en estado sólido restringe el crecimiento de los cuellos de sinterización, favoreciendo la permanencia de una elevada porosidad residual y una mayor discontinuidad de la fase metálica. Estas características son consistentes con la menor densificación geométrica obtenida para esta condición y explican el deterioro observado en las propiedades mecánicas.

La cuantificación de la porosidad superficial (Figura 3-8g) confirma la tendencia observada en las micrografías, mostrando menores niveles de porosidad en las condiciones que alcanzaron una mayor consolidación microestructural. Los mapas de segmentación utilizados para esta cuantificación se presentan en el Anexo 6.

Si bien las observaciones realizadas mediante MO permiten identificar diferencias cualitativas en la continuidad de las fases, es necesario complementarlas con un parámetro cuantitativo. Por ello, en la siguiente sección se analizará el LCM, utilizado para cuantificar la conectividad de la matriz metálica.

3.2.3.2 Influencia de los parámetros de sinterización de (HP) sobre el libre camino medio (LCM)

En conjunto, el análisis del LCM confirma cuantitativamente las observaciones realizadas mediante microscopía óptica, demostrando que las condiciones de procesamiento que favorecen una menor separación entre partículas de SiC desarrollan una matriz metálica con mayor continuidad y mejor capacidad para transmitir esfuerzos mecánicos. No obstante, este parámetro únicamente describe la geometría de la red metálica y no permite identificar los cambios que ocurren en la interfaz Fe–SiC durante la sinterización. Por ello, en la siguiente sección se emplea microscopía electrónica de barrido (SEM) para analizar la evolución de dicha interfaz y establecer los mecanismos microestructurales responsables del comportamiento mecánico observado.

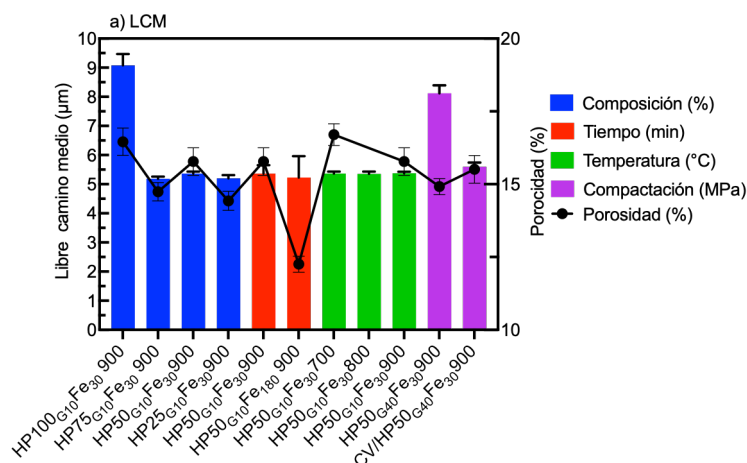


Fig. 3-9 Influencia de los parámetros de procesamiento mediante HP sobre el LCM en cermetes Fe-SiC.

Los valores de LCM variaron entre 5,19 y 9,08 μm , evidenciando una marcada influencia de las condiciones de procesamiento. Las composiciones con distribución granulométrica bimodal del hierro HP75_{G10}Fe₃₀, HP50_{G10}Fe₃₀ y HP25_{G10}Fe₃₀ presentaron los menores valores de LCM, comprendidos entre 5,19 y 5,37 μm , mientras que la condición monomodal HP100_{G10}Fe₃₀ alcanzó el valor más elevado 9,08 μm . La disminución del LCM indica una menor separación efectiva entre partículas de SiC y una mayor continuidad de la matriz metálica, comportamiento que coincide con la distribución más homogénea observada mediante microscopía óptica y con el incremento de la dureza y la fractotenacidad obtenido para estas composiciones.

La incorporación de una etapa de compactación en verde previa al HP redujo el LCM desde aproximadamente 8,11 hasta 5,60 μm , evidenciando una mejora en la continuidad de la fase metálica. Esta reducción se asocia al mayor grado de compactación inicial del sistema, que favorece una distribución más uniforme de las partículas durante la consolidación y permite desarrollar una red metálica más continua. Este comportamiento es consistente con la mejora previamente observada en la respuesta mecánica de los cermetes procesados mediante la ruta CV+HP.

El incremento del tiempo de mantenimiento desde 30 hasta 180 min produjo una disminución moderada del LCM, indicando una ligera mejora en la continuidad geométrica de la matriz metálica. Sin embargo, esta evolución no estuvo acompañada por un incremento de la fractotenacidad, que disminuyó para esta condición de

procesamiento. Este resultado evidencia que, una vez alcanzado un elevado grado de consolidación, la continuidad de la matriz metálica deja de ser el único factor que controla la respuesta mecánica del material.

La temperatura de sinterización produjo la mayor variación del LCM. Las muestras procesadas a 700 y 800 °C presentaron los valores más elevados, reflejando una menor continuidad de la matriz metálica, mientras que a 900 °C el LCM disminuyó significativamente, indicando una estructura más compacta y una red metálica más continua. Esta evolución coincide con las tendencias observadas previamente para la densificación geométrica, la dureza y la fractotenacidad, confirmando que la temperatura constituye el parámetro de procesamiento con mayor influencia sobre la conectividad microestructural del sistema Fe–SiC consolidado mediante Hot Pressing.

3.2.3.3 Análisis microestructural SEM-EDS de muestras sinterizadas mediante HP

Las micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido SEM permitieron analizar con mayor resolución la evolución de la interfaz Fe–SiC bajo las diferentes condiciones de procesamiento por HP. A diferencia de la microscopía óptica, esta técnica permite examinar el grado de contacto entre la matriz metálica y el refuerzo cerámico, así como identificar las características interfaciales que influyen en el comportamiento mecánico de los cermets.

Las Figuras 3-10 a 3-13 presentan micrografías representativas de las composiciones HP100_{G10}Fe30, HP75_{G10}Fe30, HP50_{G10}Fe30 y HP25_{G10}Fe30, respectivamente. En cada condición se seleccionaron regiones representativas de la interfaz Fe–SiC con el propósito de comparar la continuidad de la matriz metálica, la calidad del contacto entre ambas fases y la homogeneidad de la microestructura desarrollada durante el proceso de HP las cuales se encuentran con mayor detalles en el Anexo 7.

La condición HP100_{G10}Fe30 (Figura 3-10) presenta una interfaz Fe–SiC relativamente discontinua, donde el contacto entre la matriz metálica y las partículas cerámicas ocurre únicamente en regiones localizadas. Esta configuración refleja una limitada continuidad de la fase metálica, en concordancia con la menor densificación por Arquímedes alcanzada por esta composición 83,32 %, el mayor LCM 9,08 μm y una fractotenacidad cercana a 4,7 $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$. La discontinuidad observada en la interfaz

Fe–SiC favorece trayectorias preferenciales para la propagación de grietas, reduciendo la capacidad del material para desviar o dificultar su avance durante el ensayo de indentación, en concordancia con el comportamiento descrito previamente para esta condición.

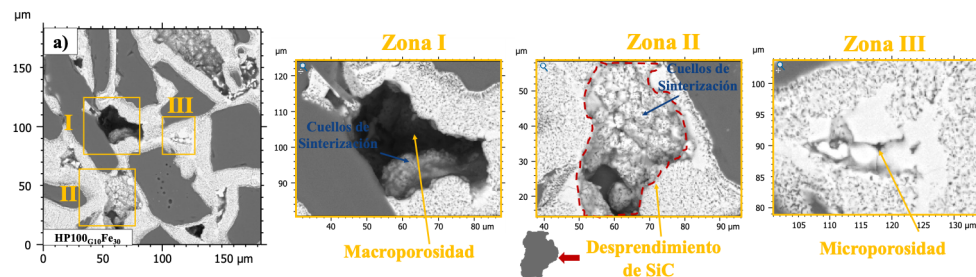


Fig. 3-10 Microestructura SEM de la condición HP100G₁₀Fe₃₀. Evolución de la interfaz de Fe–SiC y continuidad de la matriz Fe.

La incorporación de una fracción moderada de partículas finas de Fe mejora progresivamente la uniformidad de la interfaz. Como se observa en la Figura 3-11, correspondiente a la condición HP75G₁₀Fe₃₀, la densificación aumenta hasta aproximadamente 85,34 %, mientras que el LCM disminuye a 5,37 μm y la fractotenacidad alcanza alrededor de 5,1 MPa·√m. La micrografía evidencia una distribución más uniforme de la matriz metálica alrededor de las partículas de SiC y una interfaz con menor discontinuidad respecto a la condición anterior. Este comportamiento es consistente con el incremento de la fractotenacidad y sugiere una mayor resistencia frente a la propagación de grietas.

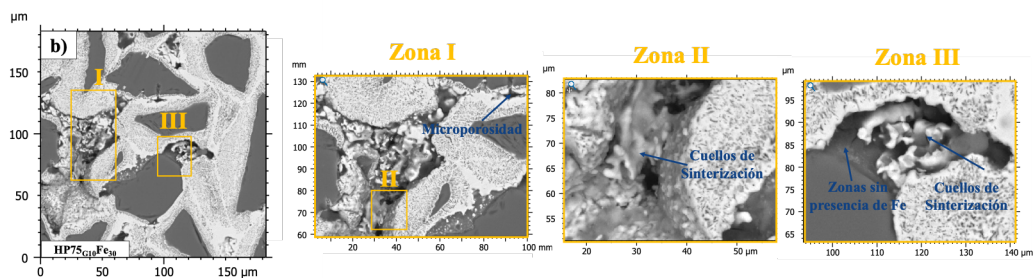


Fig. 3-11 Microestructura SEM de la condición HP75G₁₀Fe₃₀. Evolución de la interfaz de Fe–SiC y continuidad de la matriz Fe.

La Figura 3-12 muestra la microestructura correspondiente a la condición HP50G₁₀Fe₃₀, que presenta la interfaz Fe–SiC más homogénea de todas las composiciones estudiadas. Esta muestra alcanzó una densificación de 84,07 %, el menor LCM 5,19 μm y la mayor fractotenacidad 5,49 MPa·√m. La matriz metálica

rodea de manera continua las partículas de SiC, observándose una distribución más uniforme del Fe en la interfaz. Estas características coinciden con el comportamiento de propagación de grietas observado previamente, donde la desviación de la trayectoria de la grieta contribuye al incremento de la resistencia a la fractura. Esta condición constituye además la referencia para interpretar posteriormente la evolución química de la interfaz mediante los análisis de Raman y difracción de rayos X.

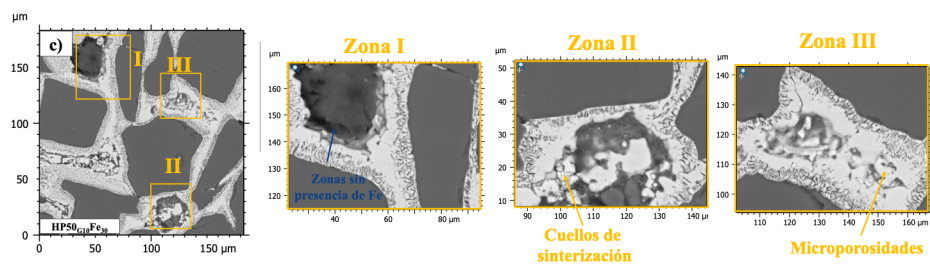


Fig. 3-12 Microestructura SEM de la condición HP50G₁₀Fe₃₀. Evolución de la interfaz de Fe-SiC y continuidad de la matriz Fe.

Cuando la fracción de partículas finas aumenta hasta la condición HP25G₁₀Fe₃₀, la interfaz vuelve a presentar una mayor heterogeneidad, como se aprecia en la Figura 3-13. Aunque la densificación permanece cercana al 85 % y el LCM se mantiene bajo (5,37 µm), la micrografía revela regiones con acumulación local de partículas finas de Fe que reducen la uniformidad de la interfaz. En consecuencia, la fractotenacidad disminuye hasta aproximadamente 5,0 MPa·√m, indicando que una mayor fracción de Fe fino no conduce necesariamente a una mejora adicional de la resistencia a la propagación de grietas.

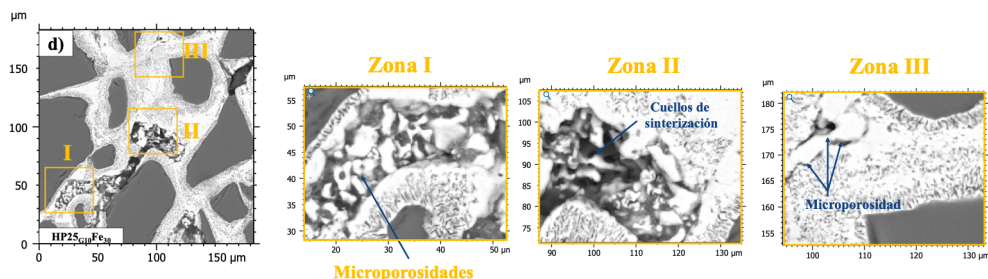


Fig. 3-13 Microestructura SEM de la condición HP25G₁₀Fe₃₀. Heterogeneidad interfacial asociada al incremento de la fracción de Fe fino.

Una vez identificada la condición de composición más favorable HP50G₁₀Fe₃₀, se analizó la influencia de la compactación previa, la temperatura de sinterización y el tiempo de mantenimiento sobre la evolución microestructural del sistema Fe-SiC. La

Figura 3-14 reúne micrografías SEM representativas de estas condiciones, permitiendo comparar el desarrollo de la matriz metálica, la evolución de la interfaz Fe–SiC y los cambios asociados a los mecanismos de consolidación durante el proceso de sinterización.

Las micrografías correspondientes a la condición procesada directamente mediante HP (Figura 3-14a) y a la muestra compactada en verde antes del HP (Figura 3-14b) muestran diferencias principalmente en la continuidad de la matriz metálica y en la distribución de la porosidad residual. La muestra sin compactación previa presenta una microestructura más homogénea y una interfaz Fe–SiC más continua, mientras que la compactación en verde genera regiones localizadas de microporosidad y discontinuidades interfaciales, evidentes en las ampliaciones de la figura. Estas observaciones son consistentes con la densificación, de la dureza y de la fractoténacidad obtenidas para la condición CV+HP, indicando que la compactación previa no favoreció la consolidación del sistema bajo las condiciones de procesamiento evaluadas.

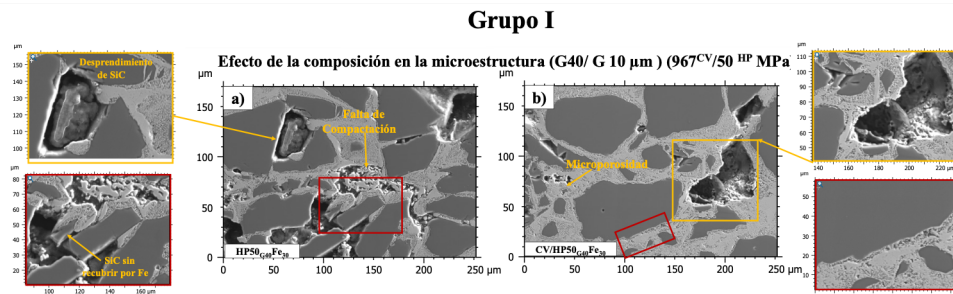


Fig. 3-14 Microestructuras SEM representativas del efecto de la compactación previa sobre la evolución de la interfaz Fe–SiC en cermetes Fe–50 %p SiC procesados mediante HP.

La temperatura de sinterización fue el parámetro que produjo los cambios microestructurales más significativos. A 700 °C (Figura 3-15e) se observa una elevada porosidad residual, una limitada continuidad de la matriz metálica y una interfaz Fe–SiC discontinua. Asimismo, los cuellos de sinterización presentan un desarrollo incipiente, reflejando la baja activación de los mecanismos difusivos durante el proceso de consolidación. Estas características son coherentes con la menor densificación geométrica, la menor dureza y la menor fractoténacidad obtenidas para esta condición.

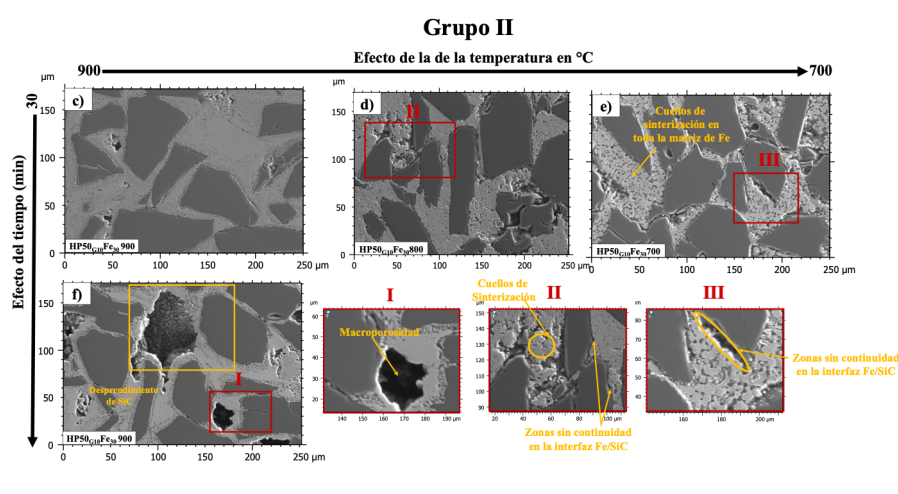


Fig. 3-15 Microestructuras SEM representativas del efecto de la temperatura de sinterización y el tiempo de mantenimiento sobre la evolución de la interfaz Fe–SiC en cermetes Fe–50 % SiC procesados mediante HP

Al incrementar la temperatura hasta 800 °C (Figura 3-15d), la microestructura evoluciona hacia una mayor continuidad de la matriz metálica. Los cuellos de sinterización se desarrollan de forma más evidente y disminuye la porosidad abierta; sin embargo, las ampliaciones correspondientes a las Zonas II y III muestran que aún persisten regiones con discontinuidades en la interfaz Fe–SiC. Esta evolución coincide con el incremento de la densificación geométrica, de la dureza y de la fractotenacidad respecto a la condición procesada a 700 °C, aunque la consolidación todavía no alcanza el nivel observado a 900 °C.

La condición sinterizada a 900 °C (Figura 3-15c) presenta la microestructura más homogénea de las tres temperaturas evaluadas. La matriz metálica rodea de forma más continua las partículas de SiC y los cuellos de sinterización se encuentran completamente desarrollados, favoreciendo una reducción significativa de la porosidad residual y una mayor continuidad de la interfaz Fe–SiC. Estas características son consistentes con la densificación de 84,07%, la mayor dureza 3,35 GPa, la mayor fractotenacidad 5,49 MPa·√m y el menor LCM 5,19 μm obtenidos durante esta etapa del estudio, confirmando que la temperatura constituye el principal parámetro que gobierna la evolución microestructural durante el proceso de HP.

El incremento del tiempo de mantenimiento desde 30 hasta 180 min (Figuras 3-15c y 3-15f) produce cambios microestructurales más sutiles que los observados al modificar la temperatura. Aunque se aprecia un ligero crecimiento adicional de los cuellos de sinterización y una reducción localizada de la porosidad, las ampliaciones muestran también la presencia de macroporos aislados, zonas con discontinuidades en la interfaz Fe–SiC e incluso desprendimiento localizado de partículas de SiC. Estas observaciones indican que, una vez alcanzado un elevado grado de consolidación, el aumento del tiempo de mantenimiento no produce mejoras significativas en la densificación geométrica. Por el contrario, la disminución de la fractotenacidad observada para la condición de 180 min, a pesar del ligero incremento de la densificación, sugiere que la respuesta mecánica comienza a estar condicionada por la evolución microestructural de la interfaz Fe–SiC durante tiempos prolongados de permanencia a alta temperatura.

3.2.3.4 Análisis composicional por EDS de muestras sinterizadas vía HP.

Los mapas EDS confirman la coexistencia de Fe, Si y C con segregación espacial consistente con las fases esperadas. Las regiones identificadas como $\text{Fe}_{\text{x}}\text{Si}_{\text{y}}$ se observan con mayor frecuencia en las muestras procesadas a 900 °C con tiempos prolongados. Esta observación es termodinámicamente coherente con la predicción de Neves et al.[45], quienes mediante el modelo semi-empírico de Miedema demostraron que la formación de siliciuros de hierro y de grafito como subproductos de la disociación del SiC es termodinámicamente favorable en matrices Fe con contenidos de SiC en el rango 5–25 wt%; la extrapolación cualitativa al 50 wt% empleado en la presente tesis no está cubierta explícitamente por el estudio de los autores mencionados anteriormente (limitación discutida en la sección 3.3.4.2), pero la línea termodinámica general permanece válida y se complementa con los hallazgos cinéticos de Wu et al [39].

EDS

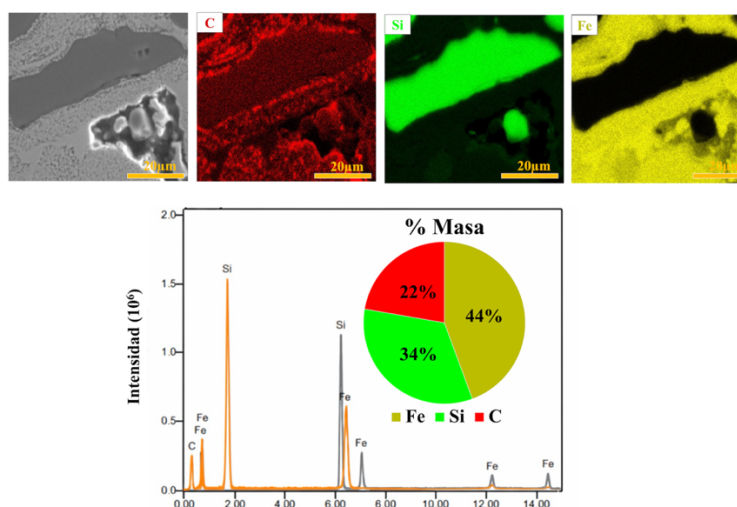


Fig. 3-16 Análisis EDS de cermets Fe–SiC sinterizados por HP: efecto de la composición (b) 50%Fe_G sobre interfaces Fe–SiC.

La evidencia obtenida mediante EDS indica que la interacción química entre el Fe y el SiC favorece la difusión de Si hacia la matriz metálica y la liberación de carbono en la interfaz. Como consecuencia de este proceso, la cantidad de grafito formada durante la sinterización puede emplearse como un indicador indirecto del grado de disociación del SiC. En este contexto, la Figura 3-17 muestra que la fracción de grafito exhibe un comportamiento no monótono con una tendencia tipo “U” en función del contenido de partículas de Fe 10 μm. En particular, la condición HP-100_{G10} presenta un valor de 10,33 %, el cual disminuye hasta 4,37 % en HP-75_{G10} y alcanza un mínimo de 3,70 % en HP-50_{G10}. Posteriormente, la fracción de grafito aumenta de forma pronunciada hasta 24,23 % para la condición HP-25_{G10}. Esta evolución evidencia que la disociación del SiC no depende linealmente de la composición de la matriz, sino que está gobernada por un balance entre variables microestructurales.

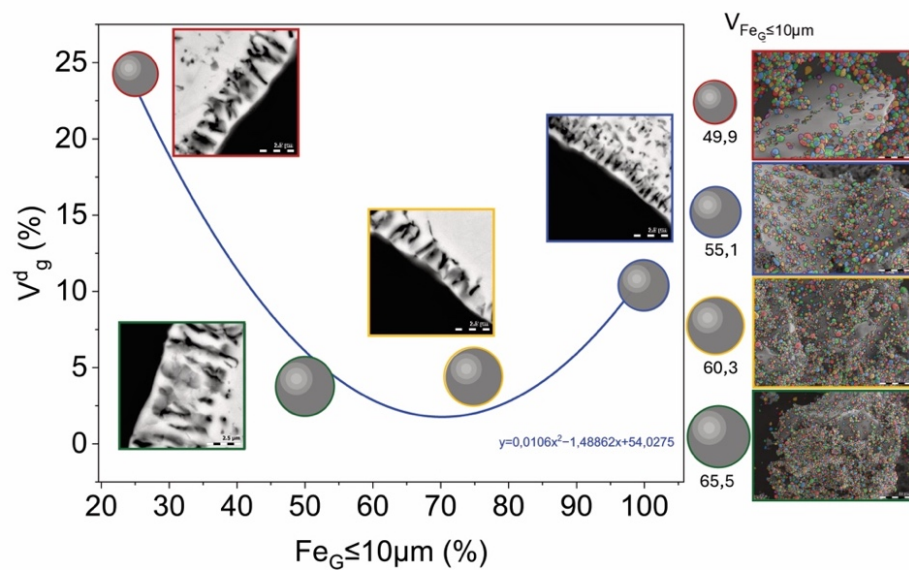


Fig. 3-17 Formación de grafito en función del contenido de $Fe_G \leq 10 \mu m$: influencia del área interfacial en cermets Fe–SiC

La representación del parámetro V_{FeG} , ilustrada mediante el tamaño de los marcadores y las reconstrucciones tridimensionales de la microestructura, permite interpretar esta tendencia desde la etapa inicial de preparación de los polvos. Este parámetro describe el grado de recubrimiento de las partículas de SiC por la fase metálica durante la mezcla, es decir, la fracción de la superficie cerámica que queda en contacto potencial con partículas de Fe antes de la sinterización. Las composiciones intermedias HP-75_{G10} y HP-50_{G10} presentan los menores valores de V_{FeG} , indicando un menor recubrimiento efectivo del SiC por el Fe. En estas condiciones disminuye el número de contactos Fe–SiC susceptibles de reaccionar durante la sinterización, limitando la difusión de carbono y silicio y, en consecuencia, la formación de grafito.

En contraste, la condición HP-25_{G10} presenta el mayor valor de V_{FeG} (65,5 %), evidenciando que una mayor fracción de la superficie de las partículas de SiC queda recubierta por partículas finas de Fe desde la etapa de mezclado. Este mayor grado de contacto inicial incrementa el área potencial de reacción entre ambas fases durante la sinterización, favoreciendo la transferencia de carbono hacia la matriz metálica y promoviendo la disociación parcial del SiC. Como resultado, se incrementa significativamente la precipitación de grafito, en concordancia con los valores experimentales obtenidos.

Este comportamiento puede interpretarse en el marco de los resultados reportados por Araya et al. [150], quienes demostraron que la formación de grafito durante la sinterización de cermets Fe–SiC está controlada por (i) el tamaño de partícula del SiC y (ii) la actividad del carbono en la matriz metálica. Los resultados del presente trabajo complementan dicho modelo al demostrar que el grado de recubrimiento inicial de las partículas de SiC por la fase metálica constituye un factor microestructural adicional que condiciona la intensidad de las reacciones Fe–SiC durante la sinterización.

3.2.3.5 Análisis de DRX muestras sinterizadas mediante HP

Los difractogramas de rayos X correspondientes a las muestras procesadas mediante HP, mostrados en la Figura 3-18, evidencian que las fases cristalinas predominantes del sistema corresponden a α -Fe y SiC, observándose además la aparición localizada de reflexiones atribuibles a la fase intermetálica Fe_5Si_3 bajo determinadas condiciones de procesamiento. La permanencia de los principales máximos de difracción asociados a los politipos 3C, 4H y 6H del SiC indica que, bajo las condiciones empleadas (900 °C, 50 MPa y tiempos prolongados de mantenimiento), el carburo de silicio conserva una elevada estabilidad estructural y no experimenta una degradación masiva. Este comportamiento resulta consistente con lo reportado para sistemas Fe–SiC procesados a temperaturas cercanas a 900 °C, donde la reacción interfacial ocurre principalmente mediante difusión sólida controlada y no mediante una disociación termoquímica completa del refuerzo cerámico [192–195].

Desde un punto de vista cristalográfico, la aparición de Fe_5Si_3 confirma que la reacción entre el Fe y el SiC se activa durante la sinterización. Sin embargo, la baja intensidad relativa de estas reflexiones indica que la fracción de siliciuros formada permanece limitada y que la mayor parte del sistema conserva las fases originales de α -Fe y SiC. Esta observación concuerda con los resultados obtenidos mediante SEM-EDS, donde se evidenció la difusión localizada de Si hacia la matriz metálica y la coexistencia de Fe, Si y C en regiones interfaciales, indicando que la reacción Fe–SiC ocurre de manera localizada y no conduce a una transformación extensa del material.

Las muestras con mayor contenido de partículas finas de Fe ($\text{Fe}_G \leq 10 \mu\text{m}$) presentan un incremento relativo de las reflexiones asociadas a Fe_5Si_3 . Este comportamiento resulta coherente con el mayor grado de recubrimiento inicial de las

partículas de SiC por Fe durante la etapa de mezclado, lo que incrementa el número de contactos potenciales Fe–SiC y favorece localmente la formación de productos de reacción durante la sinterización. En este sentido, los resultados cristalográficos respaldan las observaciones realizadas mediante SEM-EDS y la cuantificación de grafito, confirmando que un mayor contacto inicial entre ambas fases incrementa la actividad interfacial sin comprometer la estabilidad estructural del refuerzo cerámico.

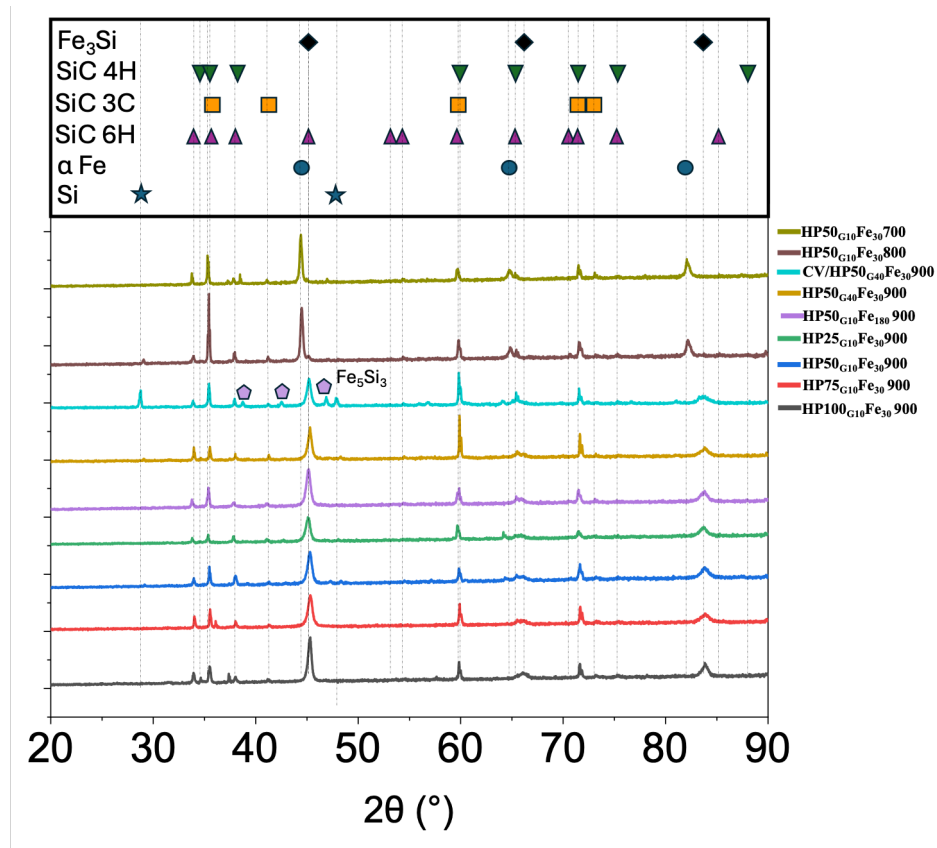


Fig. 3-18 Difractogramas de rayos X de muestras Fe–SiC sinterizadas por HP

Un aspecto particularmente relevante corresponde a la ausencia de reflexiones intensas asociadas a grafito cristalino, a pesar de que el análisis mediante SEM evidenció la presencia de regiones compatibles con esta fase y el análisis de imágenes permitió cuantificar la fracción de grafito formada durante la sinterización. Esta aparente discrepancia puede explicarse por la naturaleza y las limitaciones de las técnicas de caracterización empleadas. En primer lugar, la fracción volumétrica real del grafito generado durante la disociación parcial del SiC podría encontrarse por debajo del límite de detección del DRX convencional (≈ 2 % en peso), produciendo un

efecto de dilución dentro del volumen de muestra analizado. En segundo lugar, el carbono precipitado en la interfaz Fe–SiC podría presentar un bajo grado de cristalinidad o una estructura turbostrática, caracterizada por un desorden en el apilamiento de los planos grafiticos, condición que reduce significativamente la intensidad y definición de las reflexiones de difracción. Finalmente, debe considerarse que el análisis de imágenes identifica regiones de bajo contraste compatibles con grafito; sin embargo, el proceso de segmentación puede sobreestimar ligeramente su fracción superficial al no discriminar completamente otras regiones con respuesta óptica similar.

En consecuencia, la ausencia de señales intensas de grafito en los difractogramas no implica que la reacción Fe–SiC no haya ocurrido. Por el contrario, la identificación de Fe_5Si_3 mediante DRX, la evidencia composicional obtenida por SEM-EDS y la cuantificación del grafito mediante análisis de imágenes constituyen evidencias complementarias de que durante el procesamiento mediante HP ocurre una reacción interfacial moderada, caracterizada por la difusión localizada de Si hacia la matriz metálica y una disociación parcial del SiC. La aparente discrepancia entre las distintas técnicas responde principalmente a sus diferentes principios de detección y sensibilidad, más que a una contradicción entre los resultados experimentales.

Con el propósito de esclarecer la naturaleza estructural del carbono precipitado y verificar las hipótesis planteadas a partir del análisis por DRX, en la siguiente sección se emplea espectroscopía Raman focalizada sobre la interfaz Fe–SiC. Esta técnica, altamente sensible a materiales carbonosos, permitirá determinar si el carbono segregado corresponde a grafito cristalino o a una fase grafitica con desorden estructural, proporcionando una explicación directa de la ausencia de reflexiones intensas de grafito en los difractogramas.

Debe considerarse además que la identificación individual de Fe_3Si y Fe_5Si_3 presenta ciertas limitaciones debido al solapamiento parcial de sus reflexiones cristalográficas y a la baja fracción volumétrica esperada para estas fases interfaciales. En consecuencia, la interpretación de los difractogramas debe realizarse de manera integrada con la información obtenida mediante SEM, EDS, análisis de imágenes y, posteriormente, espectroscopía Raman. En conjunto, estas evidencias permiten concluir que el procesamiento mediante HP favorece una reacción interfacial

controlada, suficiente para inducir la formación localizada de siliciuros y una disociación parcial del SiC, pero insuficiente para producir una transformación masiva del refuerzo cerámico o desarrollar cantidades apreciables de grafito cristalino detectable mediante DRX.

3.2.3.6 Análisis estructural del carbono mediante espectroscopía Raman en la sinterización mediante HP

Con el propósito de determinar la naturaleza estructural del carbono identificado previamente mediante SEM, análisis de imágenes y DRX, se realizó una caracterización mediante espectroscopía Raman sobre las regiones interfaciales de las muestras procesadas mediante HP. La Figura 3-19 presenta los espectros Raman representativos y la evolución de la relación I_D/I_G y del tamaño de cristalito (L_a) en función del contenido de $Fe_{G\leq 10\ \mu m}$. Los valores obtenidos para la posición de las bandas, el ancho a media altura (FWHM), la relación I_D/I_G y el tamaño de cristalito calculado se incluyen en el Anexo 8 (Tabla A8.1) como información complementaria.

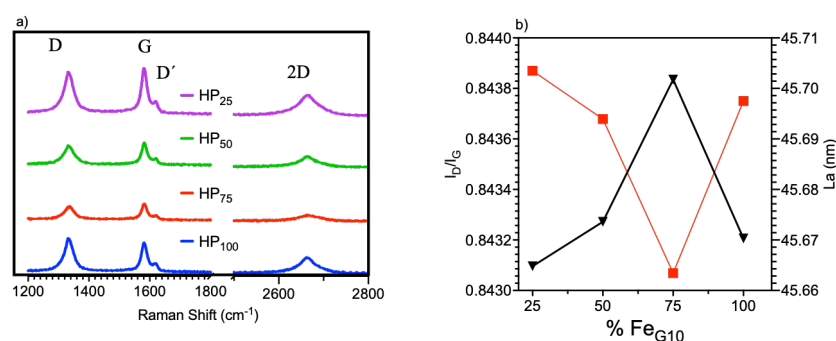


Fig. 3-19 Caracterización estructural del carbono mediante espectroscopía Raman de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante HP: (a) espectros Raman representativos y (b) evolución de la relación I_D/I_G y del tamaño de cristalito L_a (nm) en función del contenido de $Fe_{G\leq 10\ \mu m}$.

Los espectros Raman muestran la presencia de las bandas D ($\sim 1334\ cm^{-1}$), G ($\sim 1582\ cm^{-1}$), D' ($\sim 1620\ cm^{-1}$) y 2D ($\sim 2665\ cm^{-1}$) en todas las condiciones evaluadas. La presencia simultánea de las bandas D y D' indica la existencia de defectos estructurales, bordes de cristalitos y desorden en la red de carbono sp^2 , mientras que la banda G confirma que el carbono precipitado conserva una estructura grafitica. Por su parte, la banda G' se presenta como una única banda ancha en todas las muestras, comportamiento característico del grafito turbostrático descrito para carbonos derivados de la disociación del SiC, donde el apilamiento entre planos grafiticos

presenta un elevado grado de desorden. Este comportamiento coincide con lo reportado por Neves et al [36], quienes identificaron mediante Raman la formación de grafito turbostrático en compósitos Fe–SiC obtenidos por pulvimetalurgia. La relación I_D/I_G permanece prácticamente constante para todas las distribuciones granulométricas del Fe, con valores cercanos a 0,84, mientras que el tamaño medio de cristalito (L_a), calculado mediante la ecuación propuesta por Cançado et al [196], se mantiene alrededor de 45,7 nm. Estas variaciones son mínimas entre las distintas composiciones, indicando que la distribución granulométrica del hierro no modifica de forma significativa el grado de orden estructural del carbono precipitado durante la sinterización.

Mientras el análisis de imágenes evidenció diferencias importantes en la fracción de grafito formada entre las distintas composiciones y el DRX mostró variaciones en la intensidad relativa de las fases intermetálicas, la espectroscopía Raman demuestra que la naturaleza estructural del carbono permanece esencialmente invariable. En consecuencia, la distribución granulométrica del Fe influye principalmente en la cantidad de grafito formada durante la reacción Fe–SiC, pero no en el tipo de carbono precipitado, el cual corresponde en todos los casos a grafito turbostrático.

Se puede concluir que la ausencia de reflexiones intensas de grafito en los difractogramas puede atribuirse a la combinación de una baja fracción volumétrica, la posible presencia de grafito turbostrático con bajo grado de cristalinidad y el límite de detección propio de la técnica de difracción de rayos X. En contraste, la elevada sensibilidad superficial de la espectroscopía Raman permitió confirmar inequívocamente que el carbono generado durante el procesamiento mediante HP corresponde a grafito turbostrático derivado de la disociación parcial del SiC.

3.2.4 Conclusiones parciales del procesado mediante HP.

En conjunto, los resultados demuestran que el procesamiento mediante HP permitió consolidar cermets Fe–50 %p SiC con una matriz metálica continua y una reacción interfacial moderada entre el Fe y el SiC. La temperatura de sinterización fue el parámetro con mayor influencia sobre el comportamiento del material, ya que controló el grado de densificación, la continuidad de la fase metálica y, en consecuencia, las propiedades mecánicas. La condición procesada a 900 °C alcanzó

los mayores niveles de consolidación, mientras que a 700 y 800 °C la limitada difusión en estado sólido restringió el cierre de la porosidad residual.

La distribución granulométrica del Fe también influyó significativamente en la respuesta del sistema. La condición HP50_{G10}Fe₃₀ presentó el mejor equilibrio entre densificación 84,07 %, continuidad de la matriz metálica y propiedades mecánicas, alcanzando además la mayor fractotenacidad 5,49 MPa·√m y el menor libre camino medio 5,19 μm. En contraste, un incremento excesivo de la fracción de partículas finas de Fe favoreció la actividad interfacial y la formación de grafito, sin traducirse en una mejora adicional del comportamiento mecánico.

La caracterización microestructural confirmó que la evolución de las propiedades no depende únicamente de la densificación. La microscopía óptica, el análisis del libre camino medio y las observaciones mediante SEM evidenciaron que la continuidad de la matriz metálica y la estabilidad de la interfaz Fe–SiC desempeñan un papel determinante en la respuesta mecánica, particularmente cuando el material alcanza elevados niveles de consolidación.

Los análisis mediante SEM-EDS, DRX y espectroscopía Raman demostraron que durante el procesamiento por HP ocurre una reacción interfacial localizada y controlada, caracterizada por la formación de siliciuros de hierro y grafito turbostrático como productos de la disociación parcial del SiC. La permanencia de los politipos 3C, 4H y 6H del SiC confirma que esta reacción no conduce a una degradación masiva del refuerzo cerámico, sino que permanece restringida a la interfaz Fe–SiC.

En consecuencia, el procesamiento mediante HP permitió identificar una ventana de procesamiento óptima representada por la condición HP50_{G10}Fe₃₀ sinterizada a 900 °C, 50 MPa y 30 min, la cual proporcionó el mejor equilibrio entre densificación, estabilidad interfacial y propiedades mecánicas. No obstante, la densificación alcanzada permaneció por debajo de la densidad teórica, lo que justifica evaluar el SPS como una ruta alternativa para incrementar la consolidación del material y analizar cómo el calentamiento asistido por corriente eléctrica modifica la evolución microestructural y las reacciones interfaciales del sistema Fe–SiC.

3.3 Resultados y discusión del procesamiento de cermet Fe-SiC mediante SPS diseño factorial fraccionado 2^{4-1} .

Con el propósito de evaluar la influencia de los principales parámetros de sinterización, se empleó un diseño factorial fraccionado 2^{4-1} con punto central, considerando como variables independientes la distribución granulométrica del Fe, la temperatura de sinterización (700 y 900 °C), el tiempo de mantenimiento (1 y 5 min) y la razón de pulsos On/Off (1/1 y 1/9), manteniendo constante una presión uniaxial de 50 MPa.

La Figura 3-20 resume la densificación determinada mediante el método de Arquímedes junto con la microdureza, la macrodureza y la fractotenacidad obtenidas para las diferentes condiciones experimentales. Los valores completos de densificación determinados mediante los métodos de Arquímedes, geométrico y análisis de imágenes, así como el resto de las propiedades físicas y mecánicas evaluadas, se presentan en el Anexo 9

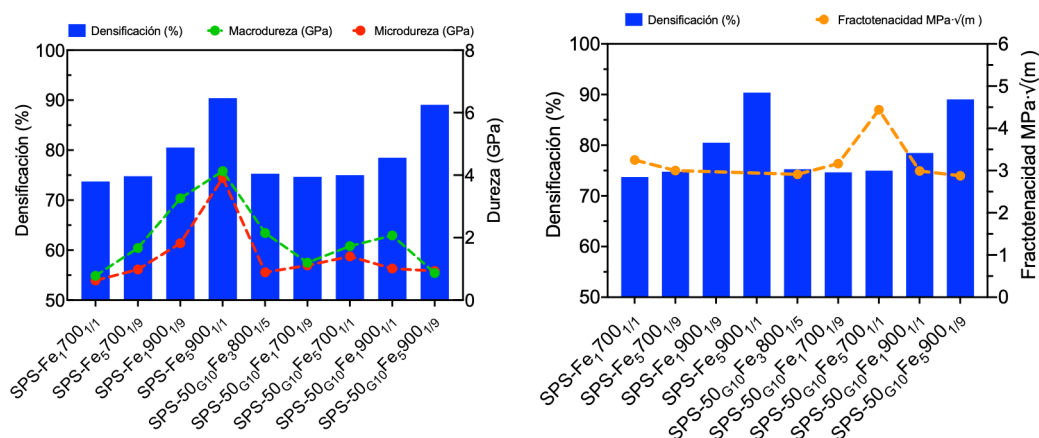


Fig. 3-20 Influencia de los parámetros de procesamiento mediante SPS sobre la densificación y las propiedades mecánicas de los cermets Fe-50 %p SiC

En la mayoría de las condiciones, el incremento de la densificación se acompaña de un aumento de la microdureza y la macrodureza, evidenciando que la reducción de la porosidad favorece una mayor capacidad del material para resistir la deformación localizada. Sin embargo, esta relación no es estrictamente proporcional para todas las combinaciones de parámetros evaluadas, indicando que la respuesta mecánica no depende exclusivamente del nivel de densificación alcanzado.

Por otra parte, la fractotenacidad presenta una tendencia diferente a la observada para la dureza. Aunque algunas de las condiciones con mayor densificación desarrollan valores elevados de K_{IC} , otras alcanzan una resistencia comparable o incluso superior a la propagación de grietas sin corresponder a los mayores niveles de consolidación. Este comportamiento evidencia que la fractotenacidad está influenciada por factores microestructurales adicionales, tales como la continuidad de la matriz metálica, la naturaleza de la interfaz Fe–SiC, la formación de fases secundarias y la distribución de la porosidad residual, cuya contribución depende de la combinación específica de los parámetros de procesamiento.

Con el fin de establecer las relaciones de causa y efecto responsables del comportamiento observado, en las siguientes secciones se analizará en profundidad la influencia de cada parámetro de procesamiento sobre la densificación determinada mediante el método de Arquímedes, las propiedades mecánicas y la evolución microestructural de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS.

3.3.1 Densificación de los cermets Fe–SiC procesados por SPS: Fase de cribado factorial

La densificación de los cermets Fe–50 % SiC procesados mediante SPS se evaluó mediante los métodos geométrico, de Arquímedes y análisis de imágenes. Sin embargo, el análisis de los resultados se fundamenta principalmente en la densidad determinada mediante el método de Arquímedes, ya que este proporciona una estimación más representativa de la densificación volumétrica efectiva del material sinterizado al determinar la densidad aparente mediante inmersión en agua destilada. Los resultados obtenidos mediante densidad geométrica y análisis de imágenes se emplean únicamente como herramientas complementarias para validar las tendencias observadas, debido a las limitaciones inherentes a cada procedimiento de medición.

Como se observa en la Figura 3-21, las muestras sinterizadas presentan ligeras irregularidades en la altura, el diámetro y la superficie lateral, asociadas a la rugosidad superficial, pequeñas deformaciones durante la consolidación y defectos locales originados durante el proceso de sinterización. Estas características modifican el volumen aparente empleado para calcular la densidad geométrica y pueden introducir desviaciones sistemáticas en la estimación de la densidad relativa.

Por otra parte, el análisis de imágenes constituye una técnica bidimensional que únicamente evalúa la porosidad presente en el plano metalográfico analizado, por lo que no representa necesariamente la distribución tridimensional de los defectos del compacto. Adicionalmente, durante la preparación metalográfica pueden producirse desprendimientos de partículas de SiC insuficientemente ancladas a la matriz metálica, generando cavidades que pueden interpretarse como porosidad, así como deformación plástica localizada de la fase Fe durante las etapas de desbaste y pulido, favoreciendo el cierre parcial o el recubrimiento de poros superficiales. Ambos fenómenos modifican artificialmente la fracción de poros cuantificada y pueden conducir tanto a una sobreestimación como a una subestimación de la densidad superficial respecto a la densidad volumétrica real del material sinterizado.

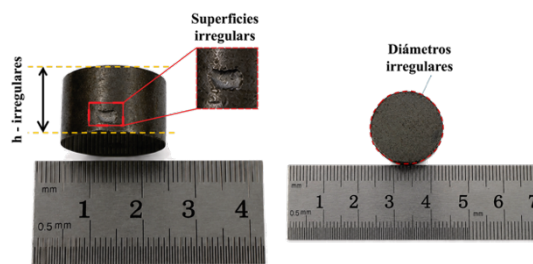


Fig. 3-21 Irregularidades geométricas superficiales y dimensionales observadas en las muestras sinterizadas obtenidas mediante SPS y su influencia potencial en la determinación de la densidad geométrica

Con base en las consideraciones metodológicas anteriormente expuestas, el análisis de la densificación se desarrolla a partir de los resultados obtenidos mediante el método de Arquímedes. La Figura 3-22 muestra la evolución de la densidad para las diferentes condiciones de procesamiento evaluadas mediante el diseño factorial fraccionado 2^{4-1} . La densificación varía entre 73,71 y 90,39 %, alcanzándose el mayor grado de consolidación para la condición SPS-Fe₅900_{1/1} 90,39 %, correspondiente a la combinación de Fe monomodal < 10 μm , 900 °C, 1 min y una razón de pulsos 1/1. En contraste, la condición equivalente con distribución granulométrica bimodal SPS-50G₁₀Fe₅900_{1/9} alcanzó una densidad de 89,05 %, mientras que la condición SPS-50G₁₀Fe₁900_{1/1} presentó únicamente 78,47 %, a pesar de haber sido procesada a la misma temperatura. De manera similar, a 700 °C, la condición monomodal SPS-

Fe₁₇₀₀_{1/1} alcanzó una densidad de 73,71 %, valor muy próximo a los obtenidos para las condiciones bimodales SPS-50_{G10}Fe₁₇₀₀_{1/9} (74,64 %) y SPS-50_{G10}Fe₅₇₀₀_{1/1} (74,97 %). Estos resultados evidencian que la incorporación de una distribución granulométrica bimodal del Fe no produjo un incremento significativo de la densificación respecto a las mezclas monomodales bajo las condiciones de procesamiento evaluadas.

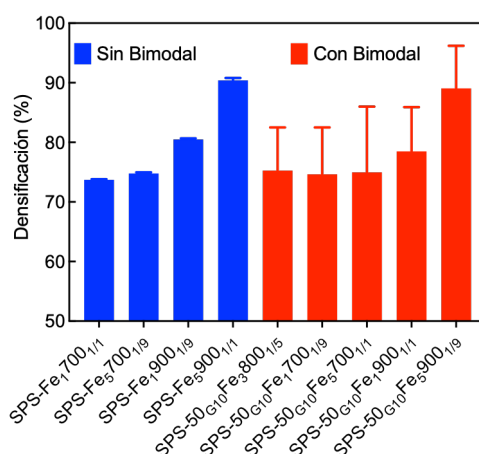


Fig. 3-22 Influencia de los parámetros de procesamiento mediante SPS sobre la densidad relativa determinada por el método de Arquímedes de los cermetes Fe-50 %p SiC.

Este comportamiento difiere de la teoría clásica del empaquetamiento de polvos, según la cual la incorporación de partículas finas entre partículas gruesas incrementa la densidad en verde y favorece la densificación durante la sinterización. Sin embargo, dicho mecanismo presupone que las partículas finas pueden ocupar eficientemente los espacios intersticiales y, posteriormente, participar activamente en la formación de una red continua de contactos metálicos. En el sistema Fe-50 %p SiC estudiado, este efecto se encuentra limitado por la elevada fracción de fase cerámica, que constituye un esqueleto rígido capaz de restringir el reordenamiento de las partículas de Fe durante la aplicación simultánea de presión y corriente eléctrica. Como consecuencia, una parte importante de las partículas finas queda confinada entre partículas de SiC sin contribuir de manera efectiva a incrementar la conectividad Fe-Fe necesaria para promover una consolidación más eficiente.

Adicionalmente, el reducido tiempo de permanencia característico del proceso SPS (1-5 min) limita el desarrollo de los mecanismos de difusión y deformación plástica responsables del cierre progresivo de la porosidad. Aunque las partículas finas

poseen una mayor energía superficial y favorecen una difusión más rápida, el corto ciclo térmico impide que este beneficio se traduzca completamente en una mayor densificación cuando la movilidad de la matriz metálica se encuentra restringida por la elevada cantidad de SiC. En estas condiciones, la continuidad efectiva de la red metálica adquiere mayor relevancia que el incremento teórico del empaquetamiento inicial.

Asimismo, la elevada fracción de SiC reduce la continuidad eléctrica de la fase metálica, favoreciendo una distribución menos homogénea de la corriente pulsada durante el proceso SPS. Como consecuencia, el calentamiento Joule y los fenómenos difusivos se concentran preferentemente en determinadas regiones de la matriz, disminuyendo la capacidad del sistema para aprovechar el beneficio potencial asociado a la distribución granulométrica bimodal. En conjunto, estos resultados indican que, para cermets con 50 %p SiC, la densificación está gobernada principalmente por la formación de una red metálica continua, la evolución de los contactos Fe–Fe y las restricciones geométricas impuestas por la fase cerámica, más que por el incremento del empaquetamiento inicial.

Este comportamiento contrasta con el observado en los cermets procesados mediante HP, donde la distribución granulométrica bimodal favoreció la densificación. La diferencia entre ambas rutas de procesamiento sugiere que el efecto beneficioso del empaquetamiento bimodal depende no solo de la distribución de tamaños de partícula, sino también del tiempo disponible para que los mecanismos de difusión y deformación plástica consoliden la matriz metálica alrededor de las partículas de SiC. Esta interpretación será corroborada en los epígrafes siguientes mediante el análisis de la microestructura, la continuidad de la matriz metálica y la evolución de la interfaz Fe–SiC.

3.3.1.1 Influencia de los parámetros de procesamiento sobre la densificación

Con el propósito de analizar de forma integrada la influencia de los principales parámetros de procesamiento sobre la densificación, la Figura 3-23 presenta la superficie de respuesta correspondiente a la densidad relativa determinada mediante el método de Arquímedes, obtenida a partir del modelo estadístico del diseño factorial fraccionado. Esta representación permite visualizar simultáneamente el efecto de la

temperatura de sinterización y de la distribución granulométrica del Fe sobre la consolidación de los cermets Fe–50 %p SiC. Las superficies de respuesta correspondientes a la densidad geométrica y al análisis de imágenes se presentan en el Anexo 10 como información complementaria, donde corroboran las tendencias generales obtenidas mediante el método de Arquímedes.

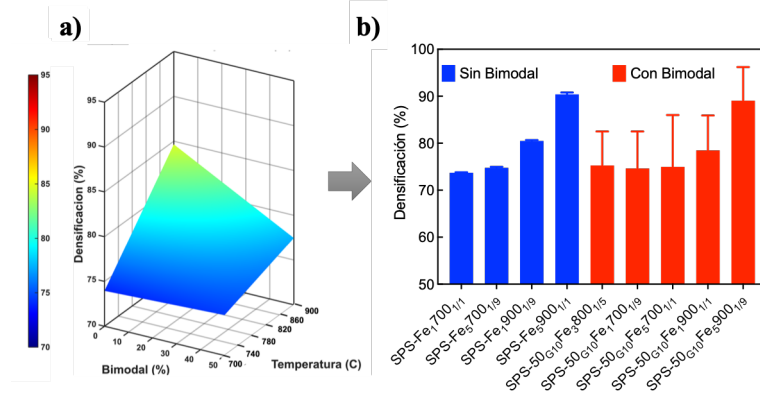


Fig. 3-23 a) Superficie de respuesta de la densidad relativa determinada mediante el método de Arquímedes en función de la temperatura de sinterización y de la fracción de Fe bimodal de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS. b) Densidad relativa determinada mediante el método de Arquímedes para las diferentes condiciones experimentales del diseño factorial fraccionado.

La superficie de respuesta confirma visualmente que la temperatura de sinterización constituye el factor dominante en la densificación de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS. La marcada pendiente de la superficie en la dirección de la temperatura, en contraste con la escasa variación observada a lo largo del eje correspondiente a la fracción de Fe bimodal, evidencia que la respuesta del sistema está gobernada principalmente por el incremento de la temperatura. Esta tendencia concuerda con los resultados experimentales mostrados en la Figura 3-23b, donde la densidad relativa aumenta desde 73,71 % para la condición SPS-Fe₁700_{1/1} hasta 90,39 % para SPS-Fe₅900_{1/1}, mientras que la incorporación de una distribución granulométrica bimodal únicamente reduce ligeramente la densidad máxima hasta 89,05 % en la condición SPS-50_{G10}Fe₅900_{1/9}, confirmando la influencia secundaria de este factor dentro del dominio experimental evaluado.

Este comportamiento es consistente con la activación progresiva de los mecanismos de transporte de masa responsables de la consolidación en estado sólido. A 700 °C, correspondiente aproximadamente a una temperatura homóloga de 0,54 T_m

del Fe, la difusión superficial constituye el mecanismo predominante, favoreciendo principalmente el crecimiento inicial de los cuellos de sinterización sin producir una reducción significativa de la porosidad. En contraste, al incrementar la temperatura hasta 900 °C ($\approx 0,65 T_m$) se activan simultáneamente la difusión por borde de grano, la difusión volumétrica y la deformación plástica asistida por la presión aplicada, favoreciendo el transporte efectivo de vacancias y el cierre progresivo de la porosidad residual. La presión uniaxial de 50 MPa y el calentamiento Joule característico del SPS actúan de forma sinérgica acelerando estos mecanismos, lo que explica tanto el marcado incremento de la densificación observado experimentalmente como la pronunciada pendiente de la superficie de respuesta en la dirección de la temperatura.

Asimismo, la superficie de respuesta permite visualizar que el efecto del tiempo de mantenimiento adquiere relevancia únicamente cuando la temperatura es suficientemente elevada para activar los mecanismos densificantes. Esta tendencia concuerda con el incremento observado desde 80,49 % hasta 90,39 % en las condiciones monomodales procesadas a 900 °C, mientras que a 700 °C el aumento del tiempo produce variaciones considerablemente menores. En consecuencia, el tiempo de sinterización actúa como un parámetro complementario cuyo efecto depende de la activación previa de los mecanismos difusivos controlados por la temperatura.

Por otra parte, la escasa pendiente de la superficie en la dirección correspondiente a la fracción de Fe bimodal confirma que el beneficio esperado del empaquetamiento bimodal prácticamente desaparece bajo las condiciones de SPS empleadas. Aunque la teoría clásica del empaquetamiento establece que las partículas finas incrementan la densidad inicial al ocupar los espacios intersticiales entre partículas gruesas, en el sistema Fe–50 %p SiC este mecanismo queda limitado por la elevada fracción cerámica, que restringe el reordenamiento de las partículas metálicas y dificulta el desarrollo de una red continua de contactos Fe–Fe. A ello se suma el reducido tiempo de permanencia característico del SPS (1–5 min), que limita la evolución de los mecanismos de difusión y deformación plástica, así como la menor continuidad eléctrica de la matriz metálica provocada por el elevado contenido de SiC, reduciendo la homogeneidad del calentamiento Joule y, en consecuencia, el beneficio potencial asociado al empaquetamiento bimodal.

La comparación entre la superficie de respuesta y los resultados experimentales demuestra una buena concordancia entre el modelo estadístico y el comportamiento observado experimentalmente. En particular, el modelo reproduce adecuadamente el predominio de la temperatura como principal factor de control de la densificación, la influencia secundaria de la distribución granulométrica del Fe y la ausencia de un máximo local asociado al punto central del diseño experimental. Este último, representado por la condición SPS-50_{G10}Fe₃800_{1/5}, presentó una densidad relativa de 75,26 %, valor intermedio respecto a las condiciones factoriales extremas, confirmando que, dentro del dominio experimental evaluado, la respuesta del sistema puede describirse satisfactoriamente mediante un modelo con predominio de efectos lineales.

3.3.2 Análisis de dureza y fractoténacidad de las muestras sinterizadas mediante SPS.

3.3.2.1 Análisis de dureza

El incremento de la densificación obtenido durante el procesamiento mediante SPS se refleja directamente en la respuesta mecánica de los cermets Fe-50 %p SiC. La Figura 3-24 presenta los resultados experimentales de microdureza y macrodureza Vickers, junto con las correspondientes superficies de respuesta obtenidas mediante el modelo estadístico del diseño factorial fraccionado. Estas representaciones permiten establecer la relación entre el grado de consolidación previamente determinado mediante el método de Arquímedes y la resistencia del material frente a la deformación por indentación.

La condición SPS-Fe₅900_{1/1}, que alcanzó la mayor densidad relativa (90,39 %), desarrolló simultáneamente la mayor microdureza (3,91 GPa) y la mayor macrodureza (4,13 GPa) del conjunto experimental. En contraste, las condiciones procesadas a 700 °C, caracterizadas por menores niveles de consolidación, presentaron los valores más bajos de dureza. Esta correspondencia confirma que la reducción de la porosidad residual incrementa el área efectiva capaz de soportar la carga aplicada durante la indentación, favoreciendo una distribución más uniforme de los esfuerzos e incrementando la resistencia del material a la deformación plástica.

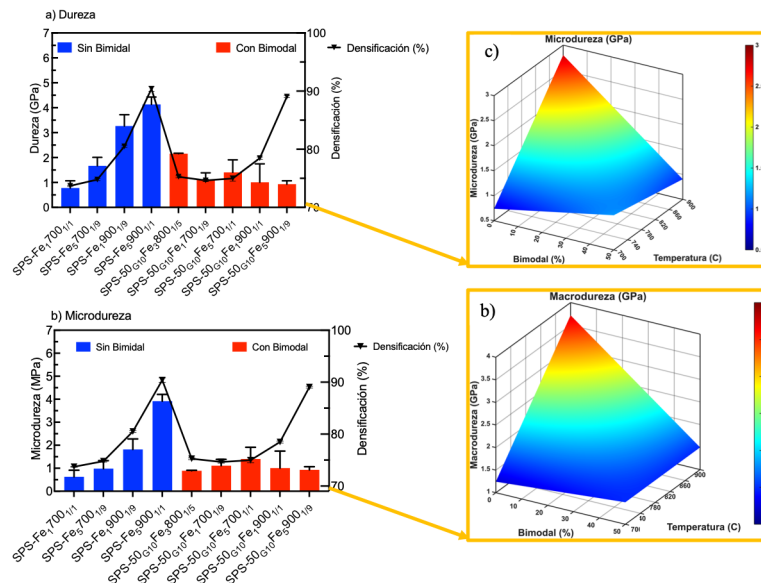


Fig. 3-24 Resultados experimentales y superficies de respuesta de la dureza Vickers de los cermetes Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS: (a) resultados experimentales de microdureza y macrodureza en función de la densificación; (b) superficie de respuesta de la macrodureza; (c) superficie de respuesta de la microdureza.

La superficie de respuesta de la microdureza confirma que la temperatura constituye el parámetro con mayor influencia sobre esta propiedad, reproduciendo el mismo comportamiento observado previamente para la densificación. El incremento de la temperatura favorece la consolidación del compacto mediante la activación de los mecanismos de transporte de masa característicos de la sinterización en estado sólido, promoviendo el crecimiento de los cuellos entre partículas, la disminución de la porosidad residual y el aumento de la continuidad mecánica del material. Como consecuencia, las condiciones procesadas a 900 °C desarrollan sistemáticamente mayores valores de microdureza que aquellas sinterizadas a 700 °C.

La macrodureza presenta una evolución similar, corroborando que el incremento de la densificación se traduce en una mejora de la respuesta mecánica global del compacto. Sin embargo, la comparación entre las distintas condiciones experimentales muestra que la relación entre densificación y dureza no es estrictamente proporcional. La condición SPS-50_{G10}Fe₅900_{1/9}, por ejemplo, alcanzó una densidad relativa de 89,05 %, muy próxima a la obtenida por SPS-Fe₅900_{1/1}, pero desarrolló una macrodureza considerablemente inferior (0,87 GPa). Del mismo modo, SPS-Fe₁900_{1/9} presentó una

macrodureza de 3,26 GPa sin corresponder a la segunda mayor densificación del conjunto experimental.

Estas diferencias indican que el incremento de la densificación constituye la condición necesaria para mejorar la respuesta mecánica de los cermets procesados mediante SPS, aunque no resulta suficiente para explicar completamente la evolución de la dureza. La existencia de condiciones con densidades similares y respuestas mecánicas significativamente diferentes evidencia que, además del grado de consolidación, intervienen otros factores desarrollados durante la sinterización, cuyo efecto será analizado en los siguientes epígrafes mediante la caracterización microestructural y composicional.

3.3.2.2 Fractotenacidad

Una vez analizada la influencia de los parámetros de procesamiento sobre la densificación y la dureza, resulta pertinente evaluar su efecto sobre la resistencia a la propagación de grietas de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS. La Figura 3-25 presenta los valores experimentales de fractotenacidad obtenidos mediante el método de Palmqvist, junto con la superficie de respuesta desarrollada a partir del modelo estadístico del diseño factorial fraccionado. Estas representaciones permiten relacionar la evolución de la fractotenacidad con la densificación previamente discutida e identificar la influencia de la temperatura de sinterización y de la distribución granulométrica del Fe sobre esta propiedad.

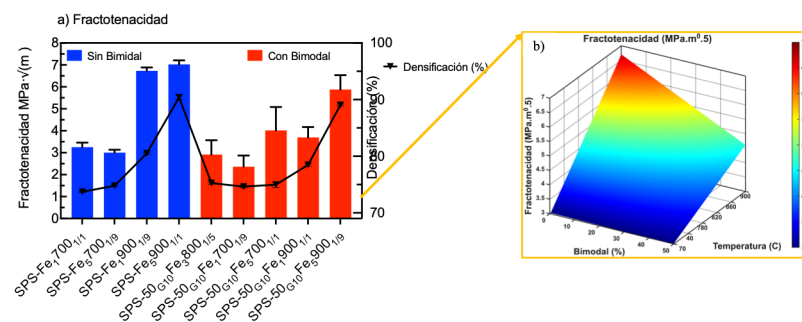


Fig. 3-25 Resultados experimentales y superficie de respuesta de la fractotenacidad de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS: (a) evolución de la fractotenacidad en función de las condiciones de procesamiento y de la densificación determinada por el método de Arquímedes; (b) superficie de respuesta de la fractotenacidad obtenida a partir del diseño factorial fraccionado.

Los resultados muestran que la fractotenacidad sigue una tendencia similar a la observada previamente para la densificación. Las condiciones procesadas a 700 °C, caracterizadas por densidades relativas comprendidas entre 73,71 y 74,97 %, desarrollaron los menores valores de fractotenacidad, entre 3,00 y 4,02 MPa·√m. Al incrementar la temperatura hasta 900 °C, la resistencia a la propagación de grietas aumentó de forma significativa, alcanzándose los mayores valores para las condiciones SPS-Fe₁900_{1/9} (6,73 MPa·√m) y SPS-Fe₅900_{1/1} (7,02 MPa·√m), las cuales también presentaron los mayores niveles de densificación (80,49 y 90,39 %, respectivamente). En las mezclas bimodales se observó una tendencia similar, destacándose la condición SPS-50_{G10}Fe₅900_{1/9}, que alcanzó una fractotenacidad de 5,88 MPa·√m con una densidad relativa de 89,05 %.

La relación observada entre densificación y fractotenacidad indica que el incremento de la consolidación favorece una mayor resistencia a la propagación de grietas. A medida que disminuye la porosidad residual aumenta la sección resistente efectiva del material y se reduce la cantidad de discontinuidades capaces de concentrar tensiones, por lo que se requiere una mayor energía para el inicio y el crecimiento de una grieta. En consecuencia, las condiciones que desarrollaron mayores densidades relativas presentaron, en general, una mejor respuesta frente a la fractura.

La superficie de respuesta mostrada en la Figura 3-25b confirma que la temperatura de sinterización constituye el factor con mayor influencia sobre la fractotenacidad. El incremento de la temperatura desde 700 hasta 900 °C produce un aumento prácticamente lineal de esta propiedad, reproduciendo la misma tendencia observada previamente para la densificación. Este comportamiento es coherente con la activación progresiva de los mecanismos de transporte de masa responsables de la consolidación en estado sólido. A 700 °C, temperatura equivalente aproximadamente a 0,54 T_m del Fe, la difusión superficial constituye el mecanismo predominante, favoreciendo principalmente el crecimiento inicial de los cuellos de sinterización sin producir un cierre efectivo de la porosidad. Al incrementar la temperatura hasta 900 °C (≈ 0,65 T_m) se activan simultáneamente la difusión por borde de grano, la difusión volumétrica y la deformación plástica asistida por la presión aplicada, promoviendo el transporte de vacancias y la eliminación progresiva de la porosidad residual. La acción combinada de la presión uniaxial de 50 MPa y del calentamiento Joule característico

del proceso SPS acelera estos mecanismos, favoreciendo simultáneamente la consolidación del material y el incremento de su resistencia a la fractura.

Aunque la temperatura constituye el factor dominante, los resultados experimentales muestran que la fractoténacidad no depende exclusivamente de la densificación alcanzada. Por ejemplo, la condición SPS-50_{G10}Fe₅900_{1/9}, con una densidad relativa de 89,05 %, desarrolló una fractoténacidad inferior a la obtenida para SPS-Fe₅900_{1/1}, a pesar de presentar niveles de consolidación similares. Del mismo modo, algunas condiciones con densidades próximas exhibieron diferencias apreciables en la tenacidad a la fractura. Estas observaciones indican que, además del grado de consolidación, existen otros fenómenos desarrollados durante la sinterización que influyen sobre la propagación de grietas.

La superficie de respuesta también evidencia que el efecto de la distribución granulométrica bimodal resulta considerablemente menor que el de la temperatura. Dentro del intervalo experimental estudiado no se observa un incremento sistemático de la fractoténacidad asociado al aumento de la fracción bimodal, comportamiento consistente con la limitada influencia que esta variable ejerció previamente sobre la densificación. En conjunto, estos resultados indican que, bajo las condiciones de procesamiento evaluadas, la resistencia a la fractura está gobernada principalmente por los mecanismos de densificación activados por la temperatura, mientras que el efecto del empaquetamiento inicial de los polvos resulta comparativamente menos significativo.

Las diferencias observadas entre condiciones con densidades similares evidencian que la fractoténacidad no puede interpretarse únicamente a partir del grado de consolidación alcanzado. Por ello, en los epígrafes siguientes se analizarán la evolución microestructural, la continuidad de la matriz metálica y las transformaciones desarrolladas en la interfaz Fe–SiC, con el objetivo de identificar los mecanismos responsables del comportamiento mecánico observado.

3.3.3 Caracterización microestructural de la fase factorial fraccionada SPS

3.3.3.1 Microscopía óptica de las muestras procesadas mediante SPS

Con el propósito de identificar los cambios microestructurales responsables de las diferencias observadas previamente en la densificación y las propiedades mecánicas, se realizó la caracterización de las muestras mediante microscopía óptica. La Figura 3-26 presenta las microestructuras representativas obtenidas para las diferentes condiciones de procesamiento, junto con la cuantificación de la porosidad superficial determinada mediante análisis de imágenes. Dicha información se resume en el Anexo 11.

Las microestructuras correspondientes a las condiciones procesadas a 700 °C (Figuras 3-26 a, b, e y f) presentan una distribución heterogénea de la fase metálica, con una elevada cantidad de regiones oscuras asociadas a porosidad residual y una menor continuidad aparente de la matriz de Fe alrededor de las partículas de SiC. Estas características son consistentes con los menores niveles de densificación determinados previamente mediante el método de Arquímedes y evidencian que, a esta temperatura, la consolidación del material resulta insuficiente para eliminar una fracción importante del volumen de poros generado durante la compactación.

Al incrementar la temperatura hasta 900 °C (Figuras 3-26 c, d, g y h) se observa una reducción evidente de la porosidad superficial y una distribución más uniforme de la fase metálica alrededor de las partículas cerámicas. La matriz adquiere un aspecto más continuo y compacto, indicando un mayor grado de consolidación del sistema. Estas observaciones concuerdan con el incremento de la densificación y de las propiedades mecánicas discutido en los apartados anteriores, confirmando que la temperatura constituye el principal parámetro responsable de la evolución microestructural durante el procesamiento mediante SPS.

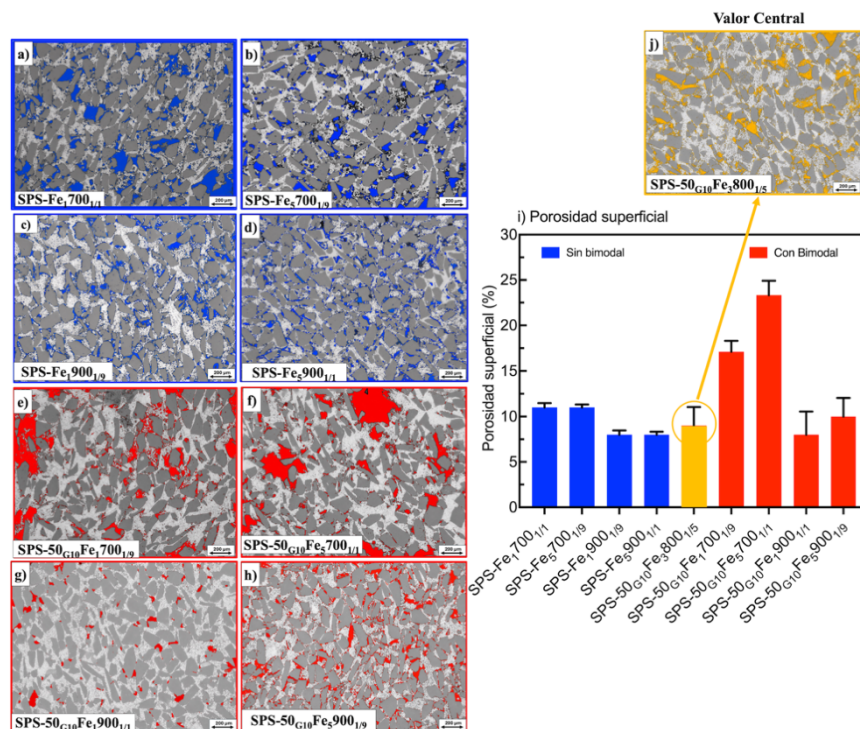


Fig. 3-26 Microestructuras representativas y cuantificación de la porosidad superficial de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS: (a–i) microestructuras obtenidas por microscopía óptica bajo las diferentes condiciones experimentales; (j) porosidad superficial determinada mediante análisis de imágenes.

El análisis cuantitativo de la porosidad superficial (Figura 3-26j) confirma las tendencias observadas cualitativamente en las micrografías. Las condiciones SPS-Fe₁700_{1/1} y SPS-Fe₅700_{1/9} presentan porosidades cercanas al 11%, mientras que al incrementar la temperatura hasta 900 °C estos valores disminuyen hasta aproximadamente 8% para SPS-Fe₁900_{1/9} y SPS-Fe₅900_{1/1}. Este comportamiento coincide con el aumento de la densidad relativa determinado mediante el método de Arquímedes y confirma que el incremento de la temperatura favorece el cierre progresivo de la porosidad durante la sinterización.

En las condiciones con distribución granulométrica bimodal, la evolución de la porosidad superficial no reproduce una tendencia tan definida como la observada para la temperatura. A 700 °C, las muestras SPS-50_{G10}Fe₁700_{1/9} y SPS-50_{G10}Fe₅700_{1/1} presentan las mayores fracciones de porosidad superficial del conjunto experimental, con valores aproximados de 17% y 23%, respectivamente. Al incrementar la temperatura hasta 900 °C, la porosidad disminuye hasta aproximadamente 8–10%, alcanzando valores similares a los obtenidos para las condiciones monomodales. Estos

resultados indican que, bajo las condiciones de procesamiento evaluadas, la influencia de la distribución granulométrica sobre la porosidad superficial es considerablemente menor que la ejercida por la temperatura de sinterización.

El comportamiento observado confirma que la activación de los mecanismos de transporte de masa inducida por el incremento de la temperatura constituye el factor determinante en la evolución microestructural de los cermetes Fe-50 %p/p SiC procesados mediante SPS. No obstante, la microscopía óptica únicamente permite evaluar la distribución general de las fases y de la porosidad superficial, sin proporcionar información sobre la continuidad efectiva de la matriz metálica ni sobre las transformaciones desarrolladas en la interfaz Fe-SiC durante la sinterización. Por ello, en los siguientes epígrafes se analizarán cuantitativamente el libre camino medio (LCM) y la evolución de la interfaz Fe-SiC, con el propósito de establecer los mecanismos responsables de las diferencias observadas en la densificación y en las propiedades mecánicas.

3.3.3.2 Influencia de los parámetros de procesamiento sobre el libre camino medio (LCM)

Las observaciones microestructurales realizadas mediante microscopía óptica evidenciaron diferencias en la continuidad aparente de la matriz metálica que no pueden describirse únicamente mediante el análisis cualitativo de las imágenes. Por ello, se determinó el libre camino medio (LCM), parámetro que cuantifica la separación promedio entre las partículas de SiC y permite evaluar objetivamente la continuidad de la fase metálica desarrollada bajo las diferentes condiciones de procesamiento. Los resultados experimentales y la superficie de respuesta correspondiente se presentan en la Figura 3-27.

Los resultados muestran que el LCM disminuye conforme aumenta la densificación del material, reproduciendo la tendencia previamente observada para la porosidad superficial. Las condiciones procesadas a 900 °C presentan los menores valores de LCM, destacándose SPS-50_{G10}Fe₁₉₀₀_{1/1} (1,90 μm), SPS-Fe₁₉₀₀_{1/9} (1,96 μm) y SPS-Fe₅₉₀₀_{1/1} (2,25 μm). En contraste, las condiciones procesadas a 700 °C desarrollan los mayores recorridos metálicos, alcanzándose 5,24 μm para SPS-50_{G10}Fe₁₇₀₀_{1/9} y 5,91 μm para SPS-50_{G10}Fe₅₇₀₀_{1/1}.

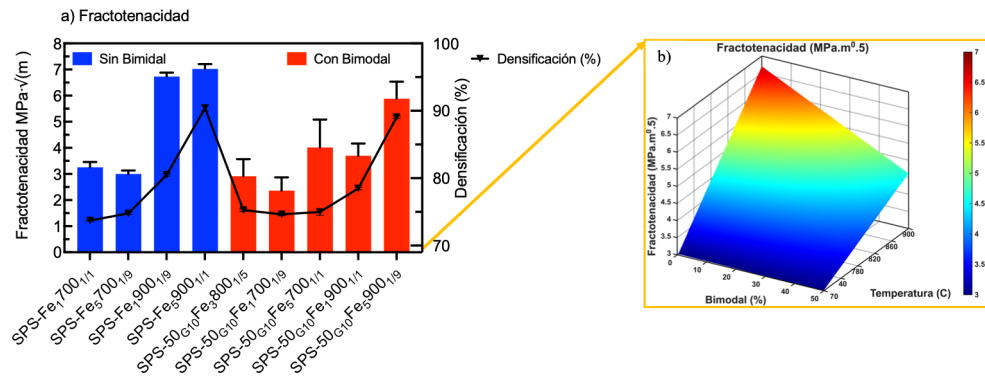


Fig. 3-27 Resultados experimentales y superficie de respuesta del libre camino medio (LCM) de los cermetes Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS: (a) valores experimentales del LCM comparados con la porosidad superficial; (b) superficie de respuesta del LCM obtenida a partir del diseño factorial fraccionado

Esta evolución indica que el incremento de la temperatura favorece una redistribución más homogénea de la fase metálica alrededor de las partículas de SiC durante la consolidación. Como consecuencia, la separación media entre partículas cerámicas disminuye progresivamente y la matriz metálica adquiere una distribución espacial más uniforme, coherente con la reducción de la porosidad observada en el apartado anterior.

La comparación entre el LCM y la densidad determinada mediante el método de Arquímedes confirma una relación inversa entre ambos parámetros. Las condiciones que alcanzaron densidades relativas próximas al 90 % presentan LCM inferiores a 4 μm , mientras que las muestras con densidades inferiores al 80 % desarrollan LCM comprendidos aproximadamente entre 4 y 6 μm . Esta correspondencia confirma que el cierre progresivo de la porosidad durante la sinterización modifica simultáneamente la distribución espacial de la fase metálica y la separación efectiva entre partículas de SiC.

La superficie de respuesta presentada en la Figura 3-27b confirma que la temperatura de sinterización constituye el principal parámetro que controla la evolución del LCM. El incremento de la temperatura desde 700 hasta 900 °C produce una disminución prácticamente lineal del libre camino medio, independientemente de la distribución granulométrica del Fe. Esta tendencia reproduce el comportamiento previamente observado para la densificación, corroborando que la activación de los

mecanismos difusivos favorece simultáneamente la consolidación del material y una distribución más uniforme de la matriz metálica.

La influencia de la distribución granulométrica bimodal resulta nuevamente secundaria respecto al efecto de la temperatura. A bajas temperaturas, las mezclas bimodales desarrollan los mayores valores de LCM, mientras que al incrementar la temperatura hasta 900 °C las diferencias respecto a las mezclas monomodales disminuyen considerablemente. Este comportamiento confirma que, bajo las condiciones de procesamiento evaluadas, la evolución de la microestructura está gobernada principalmente por la activación térmica de los mecanismos de sinterización y no por el incremento del empaquetamiento inicial asociado a la distribución bimodal.

Aunque el LCM describe cuantitativamente la continuidad geométrica de la matriz metálica, este parámetro no proporciona información sobre las transformaciones desarrolladas en la interfaz Fe-SiC ni sobre los productos de reacción generados durante la sinterización. Por ello, en el siguiente epígrafe se analizará la evolución de la interfaz mediante microscopía electrónica y análisis composicional, con el propósito de establecer cómo estos cambios contribuyen a explicar el comportamiento mecánico observado.

3.3.3.3 Caracterización microestructural por SEM y EDS

Las micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido permitieron analizar la evolución de la continuidad de la matriz metálica, la porosidad residual y las características de la interfaz Fe-SiC desarrolladas durante el procesamiento por SPS. Con el propósito de facilitar la interpretación de los mecanismos responsables del comportamiento previamente observado en la densificación y las propiedades mecánicas, el análisis se organiza de acuerdo con la distribución granulométrica del Fe empleada durante la sinterización: mezclas monomodales, punto central del diseño experimental y mezclas bimodales. Las micrografías SEM correspondientes a las muestras procesadas con Fe monomodal se presentan en la Figura 3-28, la micrografía correspondiente al punto central del diseño experimental en la Figura 3-29, y las micrografías de las muestras procesadas con distribución granulométrica bimodal del Fe en la Figura 3-30. El panel comparativo

que reúne las nueve condiciones experimentales evaluadas se incluye en el Anexo 12, con el fin de facilitar la comparación global del diseño factorial.

La Figura 3-28 muestra la evolución microestructural de los cermets procesados mediante SPS empleando una distribución granulométrica monomodal del Fe (<10 μm). Las diferencias observadas entre las distintas condiciones de procesamiento confirman que la evolución de la matriz metálica y de la interfaz Fe–SiC está gobernada principalmente por la activación progresiva de los mecanismos de transporte de masa durante la sinterización, en concordancia con las tendencias previamente observadas para la densificación y las propiedades mecánicas.

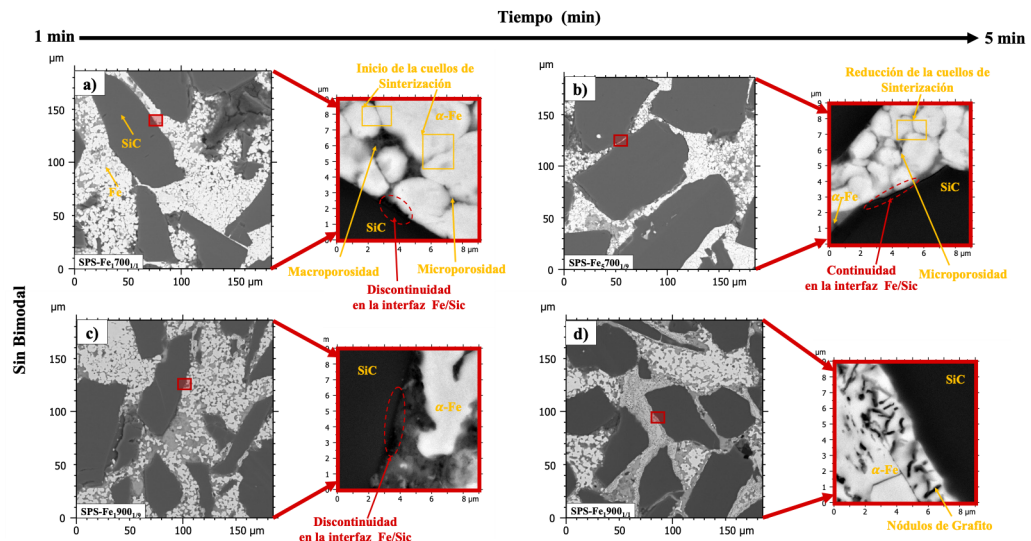


Fig. 3-28 Micrografías SEM-BSE representativas de los cermets Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS con distribución granulométrica monomodal del Fe (<10 μm), mostrando la evolución microestructural y de la interfaz Fe–SiC con la temperatura y el tiempo de sinterización

La muestra SPS-Fe₁₇₀₀_{1/1} (Figura 3-28a), procesada a 700 °C, presenta una microestructura caracterizada por la formación incipiente de cuellos de sinterización entre partículas de Fe, acompañada por macroporosidad, microporosidades distribuidas en la matriz y discontinuidades evidentes en la interfaz Fe–SiC. La región ampliada muestra cuellos parciales que aún no permiten desarrollar una red metálica continua, lo que resulta consistente con el bajo grado de densificación alcanzado mediante el método de Arquímedes. Este comportamiento es esperable para una temperatura cercana a 0,54 T_m del Fe, donde la difusión superficial constituye el

principal mecanismo de transporte de masa. Debido a que este mecanismo favorece principalmente el crecimiento inicial de los cuellos sin producir una reducción efectiva de la porosidad, la consolidación del material permanece limitada y la continuidad de la matriz resulta insuficiente para transmitir eficientemente los esfuerzos mecánicos.

En la condición SPS-Fe₅700_{1/9} (Figura 3-28b), procesada igualmente a 700 °C, pero con un tiempo de mantenimiento de 5 min y una razón de pulsos 1/9, la microestructura continúa mostrando una elevada porosidad residual; sin embargo, la interfaz Fe–SiC adquiere una mayor continuidad local respecto a la condición anterior. Este comportamiento sugiere que el incremento del tiempo de permanencia favorece localmente la difusión en la interfaz Fe–SiC, aun cuando la temperatura continúa siendo insuficiente para activar plenamente la difusión volumétrica responsable del cierre progresivo de la red de poros. En consecuencia, la mejora microestructural observada resulta insuficiente para producir incrementos significativos en la densificación previamente discutida.

Al incrementar la temperatura de sinterización hasta 900 °C, las microestructuras correspondientes a SPS-Fe₁900_{1/9} y SPS-Fe₅900_{1/1} (Figuras 3-28c y 3-28d) muestran una evolución significativamente distinta. La matriz metálica adquiere una mayor continuidad alrededor de las partículas de SiC y la porosidad residual disminuye considerablemente, en concordancia con el incremento de la densidad determinada mediante el método de Arquímedes y con la mejora simultánea de la dureza y la fractotenacidad. Este comportamiento responde a la activación simultánea de la difusión por borde de grano, la difusión volumétrica y la deformación plástica inducida por la presión aplicada, mecanismos que adquieren mayor relevancia cuando la temperatura homóloga alcanza aproximadamente 0,65 T_m. Como consecuencia, aumenta el transporte efectivo de masa hacia las zonas de contacto Fe–Fe, favoreciendo el crecimiento de los cuellos de sinterización y la consolidación progresiva de la matriz metálica [143].

Las regiones ampliadas muestran contrastes diferenciados dentro de la matriz metálica, evidenciando heterogeneidades microestructurales y composicionales desarrolladas durante el procesamiento. Estas variaciones pueden asociarse a cambios locales en la composición de la matriz derivados de la interacción Fe–SiC y de la formación de productos de reacción en la interfaz. No obstante, el contraste observado

mediante SEM no permite por sí solo realizar una identificación cristalográfica de estas regiones, por lo que su naturaleza se analiza posteriormente mediante EDS y difracción de rayos X.

Asimismo, en las condiciones procesadas a 900 °C comienzan a observarse pequeñas regiones oscuras distribuidas preferentemente en la interfaz Fe–SiC, compatibles morfológicamente con productos de reacción desarrollados durante la interacción entre ambas fases. La morfología nodular de algunas de estas regiones resulta consistente con la precipitación de carbono libre derivado de la disociación parcial del SiC. De acuerdo con Neves et al. [36], la nucleación del grafito ocurre preferentemente en las interfaces Fe–SiC, donde la actividad local del carbono alcanza valores suficientemente elevados para favorecer su precipitación, expandiéndose posteriormente hacia el interior de la matriz mediante difusión intersticial. No obstante, la naturaleza composicional de estas regiones será corroborada posteriormente mediante EDS, difracción de rayos X y espectroscopía Raman.

Las discontinuidades observadas en determinadas regiones de la interfaz Fe–SiC constituyen defectos potenciales para la integridad mecánica del cermet, ya que pueden actuar como concentradores locales de tensiones y favorecer tanto el inicio de la propagación de grietas como la pérdida localizada de material durante procesos de desgaste. Su formación puede atribuirse al efecto combinado de la diferencia entre los coeficientes de expansión térmica del Fe ($\approx 12 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) y del SiC ($\approx 4,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), la contracción volumétrica asociada a la reacción parcial del SiC y la limitada adhesión química existente entre ambas fases cuando no se desarrollan productos de reacción suficientemente cohesivos. En este sentido, Li et al. [162] demostraron mediante cálculos de primeros principios sobre interfaces 3C-SiC/Fe que las interfaces terminadas en carbono presentan una energía de adhesión superior a las terminadas en silicio debido a la mayor contribución del enlace covalente C–Fe, proporcionando una base atomística para explicar la heterogeneidad interfacial observada experimentalmente.

La Figura 3-29 presenta la microestructura correspondiente a la condición SPS-50G10Fe₃800_{1/5}, asociada al punto central del diseño factorial (800 °C, 3 min, distribución granulométrica bimodal y razón de pulsos 1/5). Como era de esperarse, esta condición desarrolla una microestructura con características intermedias respecto

a las condiciones factoriales extremas previamente analizadas. Se observa una continuidad parcial de la matriz metálica alrededor de las partículas de SiC, acompañada por porosidad residual distribuida de manera heterogénea y por la presencia de cuellos de sinterización con un grado de desarrollo superior al observado a 700 °C, aunque todavía inferior al alcanzado en las condiciones procesadas a 900 °C.

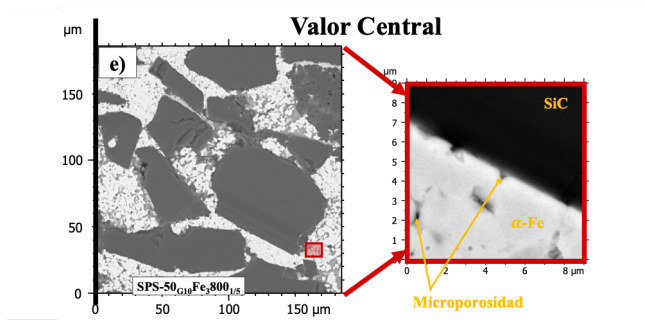


Fig. 3-29 Micrografía SEM representativa de la condición correspondiente al punto central del diseño factorial (SPS-50_{G10}Fe_{38001/5}), con ampliación de la interfaz Fe-SiC

La ampliación de la interfaz Fe-SiC evidencia una mejora en la continuidad de la interfase respecto a las condiciones de menor temperatura; sin embargo, aún se identifican microporosidades y discontinuidades locales que interrumpen la continuidad de la matriz metálica. Estas observaciones indican que, aunque el incremento de la temperatura favorece el transporte de masa y el crecimiento de los cuellos de sinterización, los mecanismos densificantes todavía no alcanzan el grado de desarrollo necesario para eliminar completamente la porosidad residual y consolidar una red metálica continua.

Desde el punto de vista cinético, este comportamiento es coherente con una condición de procesamiento intermedia, donde la difusión por borde de grano y la deformación plástica comienzan a contribuir de manera más significativa a la consolidación del sistema, aunque la difusión volumétrica aún no alcanza la intensidad observada en las muestras sinterizadas a 900 °C. Como consecuencia, la microestructura representa un estado de transición entre el régimen dominado por la difusión superficial característico de las condiciones de 700 °C y el régimen de consolidación más avanzado alcanzado a temperaturas superiores.

La presencia ocasional de pequeñas regiones oscuras en la interfaz Fe-SiC sugiere que los procesos de reacción entre ambas fases comienzan a desarrollarse bajo estas

condiciones de procesamiento. No obstante, su menor frecuencia y extensión respecto a las muestras procesadas a 900 °C indican que la cinética de estas reacciones permanece limitada, en concordancia con la densidad relativa obtenida mediante el método de Arquímedes (75,26 %) y con las propiedades mecánicas previamente discutidas.

Al incrementar la temperatura hasta 900 °C (Figuras 3-30c y 3-30d), la continuidad de la matriz metálica mejora respecto a las condiciones procesadas a 700 °C, observándose una reducción de la porosidad residual y una mayor extensión de las regiones metálicas que rodean las partículas de SiC. Sin embargo, las ampliaciones de la interfaz Fe–SiC muestran con mayor frecuencia regiones oscuras y morfologías laminares o dendríticas localizadas en la zona interfacial, compatibles con la formación de productos de reacción desarrollados durante la interacción entre ambas fases.

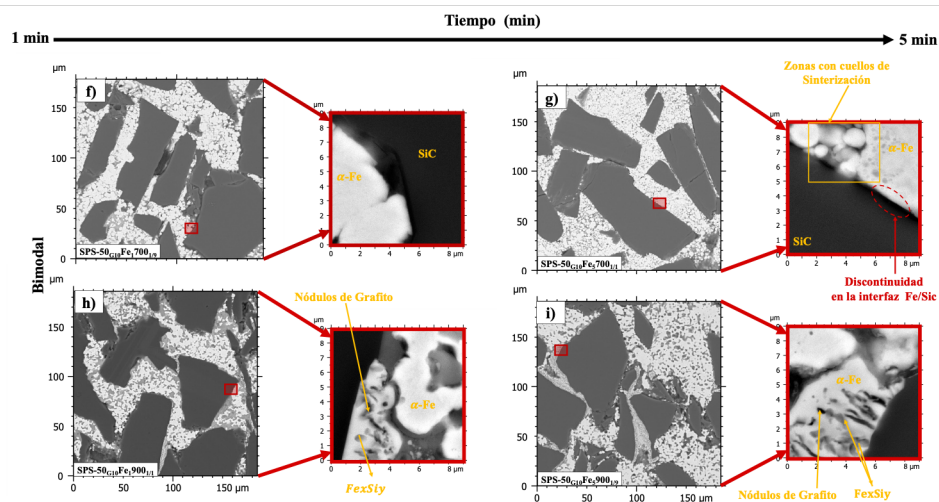


Fig. 3-30 Micrografías SEM representativas de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS con distribución granulométrica bimodal del Fe, mostrando la evolución microestructural y de la interfaz Fe–SiC con la temperatura y el tiempo de sinterización.

La morfología nodular observada en varias de estas regiones es consistente con la precipitación de carbono libre derivado de la disociación parcial del SiC. De acuerdo con Neves et al. [36], la nucleación del grafito ocurre preferentemente en las interfaces Fe–SiC, donde la actividad local del carbono alcanza valores suficientemente elevados para favorecer su precipitación, expandiéndose posteriormente hacia el interior de la matriz mediante difusión intersticial. Asimismo, las morfologías laminares y

dendríticas observadas principalmente en las muestras SPS-50G10Fe1900_{1/1} y SPS-50G10Fe5900_{1/9} son compatibles con la formación de productos de reacción ricos en silicio, potencialmente asociados con siliciuros de hierro del tipo Fe_xSi_y. Aunque la identificación definitiva de estas fases requiere caracterización composicional, su morfología y localización interfacial concuerdan con los mecanismos de reacción descritos por Kalogeropoulou et al. [177] y con los cálculos termodinámicos desarrollados por Neves et al. [45,150] para el sistema Fe–SiC.

En comparación con las muestras monomodales, las condiciones bimodales desarrollan una microestructura más compleja, donde la mejora parcial de la consolidación coexiste con una evolución más marcada de la interfaz Fe–SiC. La mayor frecuencia de estas regiones interfaciales sugiere que el incremento del área superficial específica asociado a las partículas finas de Fe favorece la cinética de las reacciones entre ambas fases, aun cuando ello no se traduzca en un incremento significativo de la densificación global. Este comportamiento resulta consistente con los resultados discutidos previamente, donde la distribución granulométrica bimodal no produjo mejoras apreciables en la densidad relativa, pero sí promovió una evolución microestructural más intensa en la interfaz metal-cerámica.

3.3.3.4 Distribución elemental y validación de las fases mediante EDS

Con el propósito de complementar las observaciones realizadas mediante SEM y verificar la distribución espacial de los principales elementos presentes en el sistema, se realizó un análisis mediante espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS). La Figura 3-31 compara los mapas elementales obtenidos para las condiciones representativas procesadas con distribución granulométrica monomodal y bimodal del Fe, incluyendo la distribución individual de Fe, Si y C, el mapa compuesto, el espectro EDS integrado y la composición química promedio de la región analizada.

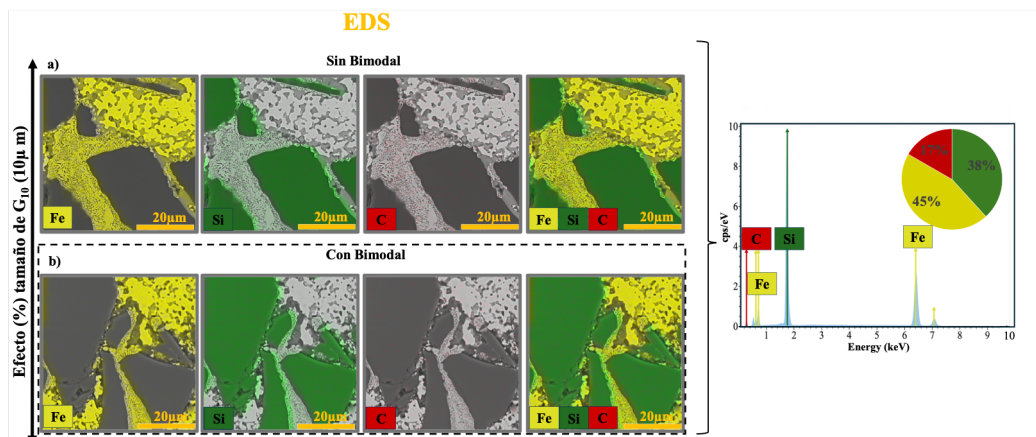


Fig. 3-31 Mapas EDS representativos de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS con distribución granulométrica monomodal (a) y bimodal (b), mostrando la distribución de Fe, Si y C, el mapa compuesto, el espectro EDS y la composición química promedio de la región analizada.

Los mapas elementales corroboran las observaciones microestructurales realizadas mediante SEM. La señal correspondiente al Fe se concentra principalmente en la matriz metálica, mientras que las partículas cerámicas presentan una superposición de las señales de Si y C, consistente con la composición estequiométrica del SiC. En las zonas interfaciales también se identifican regiones donde la señal de Si se distribuye dentro de la matriz rica en Fe con una contribución reducida de carbono, indicando la existencia de gradientes composicionales asociados a la interacción entre ambas fases durante la sinterización. De forma complementaria, se observan pequeñas regiones enriquecidas únicamente en carbono, compatibles con la precipitación localizada de grafito previamente sugerida a partir de la morfología observada mediante SEM.

La cuantificación promedio obtenida en la región analizada muestra aproximadamente 38 % de Fe, 45 % de Si y 17 % de C. Esta composición no representa la composición global del cermet, sino únicamente el volumen local analizado por el haz electrónico, el cual se encuentra enriquecido en partículas de SiC y en regiones interfaciales. En consecuencia, estos valores deben interpretarse como una confirmación de la heterogeneidad composicional desarrollada durante la sinterización y no como una determinación de la composición nominal del material.

La comparación entre ambas condiciones evidencia diferencias en la distribución espacial de los elementos. La muestra procesada con Fe monomodal presenta una

matriz metálica más continua, donde las zonas enriquecidas en Si permanecen principalmente confinadas a las interfaces Fe–SiC. En contraste, la condición con Fe bimodal exhibe una red interfacial más extensa, consecuencia del mayor número de contactos entre partículas finas de Fe y partículas de SiC. Como resultado, las regiones enriquecidas en Si aparecen distribuidas sobre una superficie interfacial mayor, indicando una interacción más intensa entre ambas fases.

3.3.4 Fracción de grafito como identificador de la disociación del SiC

Con el propósito de evaluar la influencia de los parámetros de procesamiento sobre la estabilidad química de la interfaz Fe–SiC, se cuantificó la Fracción de área de grafito (%) formada durante la sinterización mediante análisis de imágenes. La Figura 3-32 presenta los valores experimentales y la superficie de respuesta obtenida a partir del modelo estadístico del diseño factorial fraccionado. El panel comparativo de las micrografías SEM empleadas para identificar los nódulos de grafito y las fases Fe_xSi_y se incluye en el Anexo 12, donde se muestran las regiones representativas correspondientes a cada condición experimental.

La fracción de grafito presenta una marcada dependencia de la temperatura de sinterización. A 700 °C, todas las condiciones experimentales exhiben contenidos inferiores al 3%, indicando que, bajo estas condiciones, la disociación del SiC es limitada. En contraste, al incrementar la temperatura hasta 900 °C, la fracción de grafito aumenta significativamente, alcanzando un máximo de 22,30% para la condición SPS- $\text{Fe}_{1900\ 1/9}$, mientras que las condiciones bimodales SPS- $50_{\text{G}10}\text{Fe}_{1900\ 1/1}$ y SPS- $50_{\text{G}10}\text{Fe}_{5900\ 1/9}$ presentan valores cercanos al 10 %. Este comportamiento confirma que el incremento de la temperatura favorece la disociación del SiC y la precipitación de grafito libre, en concordancia con los análisis termodinámicos del sistema Fe–Si–C reportados en la literatura [45,150].

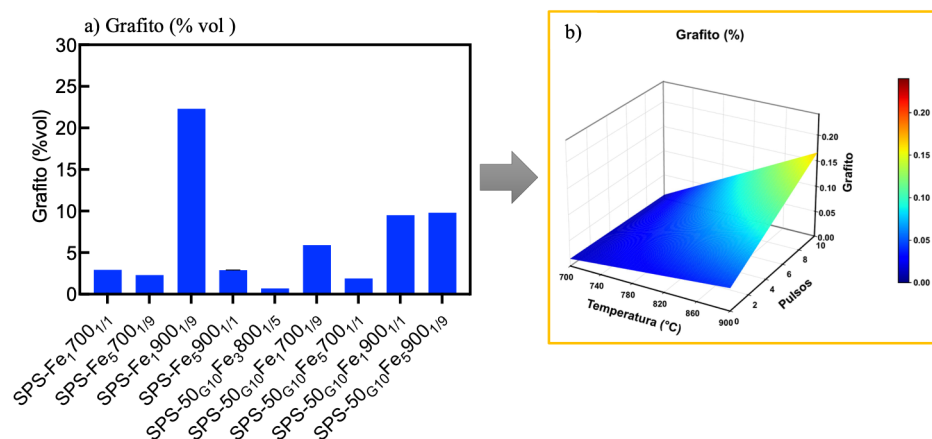


Fig. 3-32 . Fracción de área de grafito (%) (%) en función de los parámetros de procesamiento mediante SPS: (a) resultados experimentales y (b) superficie de respuesta obtenida mediante el modelo estadístico.

La superficie de respuesta confirma que la temperatura constituye el factor predominante en la formación de grafito, mientras que el régimen de pulsos modifica la intensidad de esta respuesta. Aunque ambas condiciones monomodales fueron procesadas a 900 °C, la muestra SPS-Fe₁900_{1/9} desarrolló una fracción de grafito considerablemente superior (22,30 %) a la obtenida para SPS-Fe₅900_{1/1} (2,90 %), evidenciando que el régimen de pulsos influye sobre la evolución cinética de la reacción Fe–SiC una vez alcanzada la temperatura necesaria para activar la disociación del carburo.

Las mezclas con distribución granulométrica bimodal presentaron, en general, menores contenidos de grafito que sus equivalentes monomodales procesadas a 900 °C. Este comportamiento resulta consistente con las observaciones realizadas mediante microscopía electrónica de barrido y análisis EDS, donde se identificó una mayor presencia de productos de reacción ricos en silicio en la interfaz Fe–SiC. Estos resultados sugieren que parte del silicio liberado durante la disociación del SiC participa preferentemente en la formación de fases Fe_xSi_y, limitando la cantidad de carbono disponible para precipitar como grafito libre, comportamiento compatible con la estabilidad química del sistema Fe–SiC reportada para materiales procesados mediante SPS [37].

Finalmente, la condición SPS-Fe₅900_{1/1} presentó la combinación más favorable entre las variables evaluadas, alcanzando la mayor densificación obtenida mediante el

método de Arquímedes (90,39 %) y una de las menores fracciones de grafito (2,90 %). Este resultado indica que, dentro del intervalo experimental estudiado, es posible promover una elevada consolidación del material sin favorecer significativamente la disociación del SiC, aspecto que resulta particularmente relevante para preservar la estabilidad de la interfaz Fe–SiC y, en consecuencia, el desempeño mecánico del cermet.

3.3.4.1 Análisis DRX fase factorial fraccionada 2^{4-1}

Con el propósito de identificar las fases cristalinas desarrolladas durante el procesamiento por SPS, se realizó un análisis mediante difracción de rayos X de las condiciones correspondientes al diseño factorial fraccionado. La Figura 3-33 presenta los difractogramas obtenidos para las diferentes condiciones experimentales, donde se identifican como fases predominantes α -Fe y las diferentes politipias del SiC (3C, 4H y 6H). Adicionalmente, en determinadas condiciones se detectan reflexiones compatibles con la formación de Fe₃Si y de una fase indexada como Fe₄C_{0.63}, cuya intensidad relativa depende de los parámetros de procesamiento.

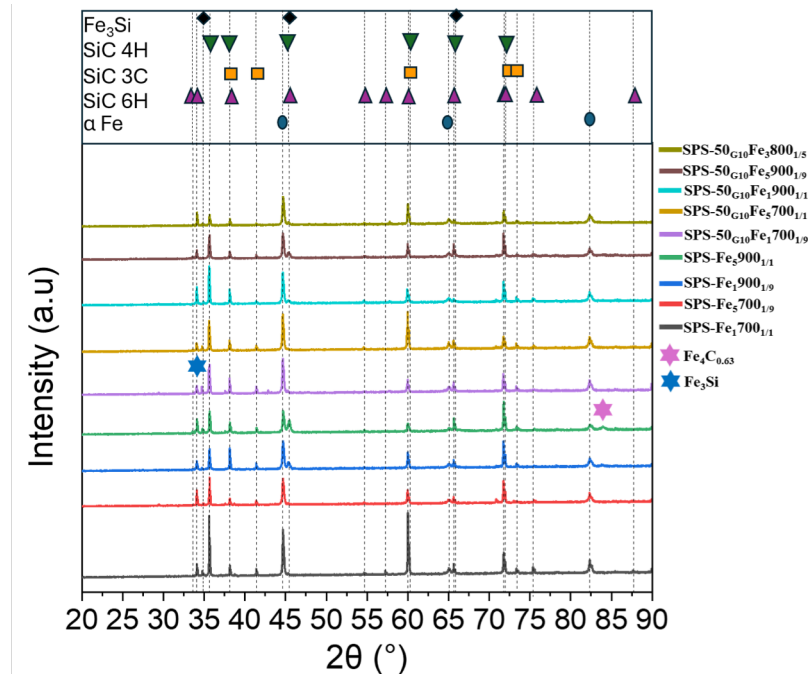


Fig. 3-33 Difractogramas de rayos X de muestras Fe–SiC sinterizadas por SPS

La presencia simultánea de α -Fe y SiC confirma que ambas fases constituyen los principales componentes cristalinos del material sinterizado. Sin embargo, al incrementar la temperatura de sinterización desde 700 hasta 900 °C se observa un

aumento de la intensidad relativa de las reflexiones asociadas a Fe_3Si , indicando una mayor interacción química entre la matriz metálica y las partículas de SiC. Este comportamiento resulta consistente con la difusión progresiva del silicio desde el SiC hacia el Fe y con la formación de productos de reacción en la interfaz, en concordancia con los mecanismos descritos para sistemas Fe–SiC sometidos a calentamientos ultrarrápidos mediante SPS [192–195].

Las reflexiones compatibles con la fase $\text{Fe}_4\text{C}_{0.63}$ sugieren un enriquecimiento localizado de carbono en la matriz metálica como consecuencia de la disociación parcial del SiC durante el procesamiento. Esta interpretación resulta coherente con las observaciones realizadas mediante microscopía electrónica de barrido y análisis EDS, donde se identificaron regiones enriquecidas en carbono y productos de reacción en la interfaz Fe–SiC.

Aunque el análisis de imágenes y las observaciones mediante SEM evidenciaron la formación de nódulos de grafito, especialmente en las condiciones procesadas a 900 °C, esta fase no presenta reflexiones claramente diferenciadas en los difractogramas obtenidos. Este comportamiento puede atribuirse a varios factores: (i) la baja fracción volumétrica efectiva del grafito respecto a las fases mayoritarias $\alpha\text{-Fe}$ y SiC; (ii) su distribución altamente localizada en la interfaz Fe–SiC, donde precipita como nódulos discretos y no como una fase continua; (iii) el posible bajo grado de cristalinidad del carbono precipitado durante el corto ciclo térmico característico del SPS; y (iv) el solapamiento de sus reflexiones principales con los picos de las fases predominantes del sistema. En consecuencia, la ausencia de picos intensos de grafito en los difractogramas no implica la inexistencia de esta fase, sino que refleja las limitaciones inherentes de la difracción de rayos X convencional para detectar pequeñas cantidades de carbono localizado. Por esta razón, la presencia de grafito se confirma mediante el análisis complementario realizado por microscopía electrónica de barrido, mapas EDS, cuantificación por análisis de imágenes y espectroscopía Raman, técnicas que en conjunto evidencian la disociación parcial del SiC durante el procesamiento.

El régimen de pulsos también modifica la evolución de las fases interfaciales. Las condiciones procesadas con pulsos 1/9 presentan una mayor intensidad relativa de las fases secundarias y una mayor formación de grafito respecto a las condiciones procesadas con pulsos 1/1, indicando una interacción más intensa entre la matriz

metálica y el SiC. Este comportamiento coincide con los resultados obtenidos mediante análisis de imágenes, donde la condición SPS-Fe₁900_{1/9} alcanzó la mayor fracción de área de grafito (%) (22,30 %), mientras que la condición SPS-Fe₅900_{1/1} presentó únicamente 2,90 %, evidenciando una menor degradación del SiC.

3.3.4.2 Análisis estructural del carbono mediante espectroscopía Raman en la sinterización mediante SPS

Con el propósito de evaluar la estructura del carbono precipitado durante el procesamiento por SPS, se realizó un análisis mediante espectroscopía Raman sobre las condiciones procesadas a 900 °C, donde previamente el análisis de imágenes, la microscopía electrónica, el análisis EDS y la difracción de rayos X evidenciaron la disociación parcial del SiC y la formación de grafito. La Figura 3-34a muestra los espectros Raman correspondientes a las cuatro condiciones analizadas, mientras que las Figuras 3-34b y 3-34c presentan la relación I_D/I_G y el tamaño medio de cristalito L_a (nm) calculados a partir de dichos espectros. Los valores numéricos de la posición de las bandas Raman, el ancho a media altura (FWHM), la relación I_D/I_G y el tamaño de cristalito L_a (nm) se presentan en el Anexo 13 como información complementaria.

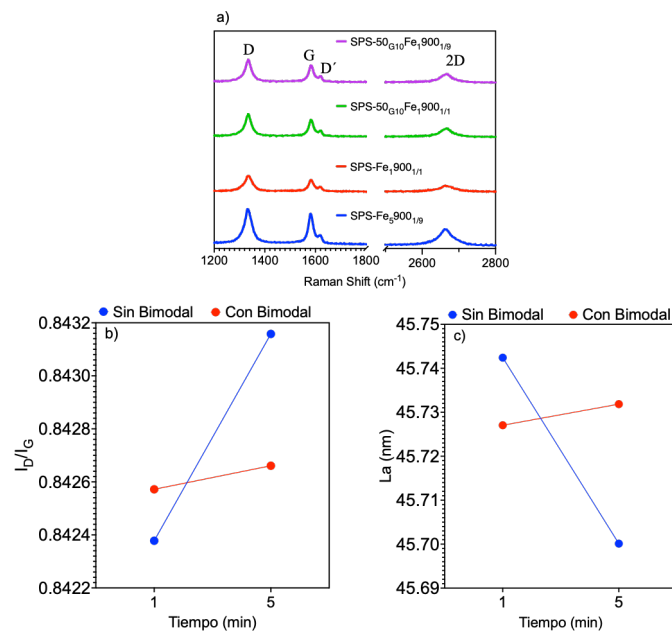


Fig. 3-34 Caracterización mediante espectroscopía Raman de los cermetes Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS a 900 °C: (a) espectros Raman; (b) relación I_D/I_G ; y (c) tamaño medio de cristalito L_a (nm)

En todas las muestras se identifican claramente las bandas características D ($\approx 1333 \text{ cm}^{-1}$), G ($\approx 1582 \text{ cm}^{-1}$) y G' ($\approx 2700 \text{ cm}^{-1}$), confirmando la presencia de carbono con estructura grafitica. La banda D se asocia a defectos estructurales presentes en dominios grafiticos finitos, mientras que la banda G corresponde a las vibraciones de los enlaces sp^2 característicos del grafito. La presencia simultánea de ambas bandas confirma que el carbono precipitado durante el SPS corresponde a grafito parcialmente ordenado, en concordancia con las observaciones realizadas previamente mediante SEM, EDS y el análisis cuantitativo de grafito.

Las posiciones de las bandas D y G permanecen prácticamente constantes para todas las condiciones evaluadas, con valores comprendidos entre $1333.29\text{--}1334.13 \text{ cm}^{-1}$ y $1582.28\text{--}1583.06 \text{ cm}^{-1}$, respectivamente. De igual forma, la relación I_D/I_G presenta una variación muy reducida, oscilando entre 0.8424 y 0.8432, mientras que el tamaño medio de cristalito L_a permanece cercano a 45.7 nm. Estas diferencias se encuentran dentro de un intervalo muy estrecho, indicando que las condiciones de procesamiento evaluadas no modifican significativamente el grado de orden estructural del grafito formado durante la disociación del SiC.

La condición SPS-Fe₁900DCP_{1/9}, que presentó la mayor Fracción de área de grafito (%) (22,30 %), exhibe una relación I_D/I_G de 0,8424 y un tamaño medio de cristalito (L_a) de 45,74 nm. Por su parte, las condiciones SPS-50G₁₀Fe₁900DCP_{1/1} y SPS-50G₁₀Fe₅900DCP_{1/9} desarrollaron fracciones intermedias de grafito (9,50 % y 9,80 %, respectivamente), con valores de I_D/I_G de 0,8426–0,8427 y tamaños de cristalito próximos a 45,73 nm. Finalmente, la condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1}, que presentó la menor fracción de grafito (2,90 %), alcanzó una relación I_D/I_G de 0,8432 y un tamaño de cristalito de 45,70 nm. La escasa variación de estos parámetros Raman confirma que, aunque la cantidad de grafito formada depende significativamente de las condiciones de procesamiento, el grado de orden estructural del carbono precipitado permanece prácticamente invariable. Estos resultados indican que la temperatura, el tiempo de mantenimiento y el régimen de pulsos controlan principalmente la cinética de precipitación del grafito derivado de la disociación del SiC, sin modificar de manera apreciable la naturaleza estructural del carbono formado.

3.3.5 Conclusiones parciales del procesamiento mediante SPS: diseño factorial fraccionado $2^{(4-1)}$

El diseño factorial fraccionado permitió establecer que la temperatura de sinterización constituye el parámetro de mayor influencia sobre la consolidación y la respuesta mecánica de los cermets Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS. El incremento de la temperatura desde 700 hasta 900 °C favoreció la activación de los mecanismos densificantes, la reducción de la porosidad residual y el desarrollo de una matriz metálica más continua. El tiempo de mantenimiento adquirió relevancia principalmente a 900 °C, mientras que su efecto fue limitado cuando la temperatura resultó insuficiente para activar la difusión por borde de grano, la difusión volumétrica y la deformación plástica asistida por presión.

La densidad determinada mediante el método de Arquímedes varió entre 73,71 y 90,39 %. La condición SPS-Fe₅900_{1/1}, procesada con Fe monomodal, a 900 °C durante 5 min y con una razón de pulsos 1/1, alcanzó el mayor grado de consolidación. La distribución granulométrica bimodal del Fe no produjo el incremento esperado a partir de la teoría clásica del empaquetamiento, debido a que la elevada fracción de SiC restringió el reordenamiento de las partículas metálicas y limitó la formación de una red continua de contactos Fe-Fe durante el corto ciclo térmico del SPS. La densificación estuvo determinada principalmente por la continuidad efectiva de la matriz metálica y por la activación térmica de los mecanismos de transporte de masa, más que por el empaquetamiento inicial de los polvos.

La evolución de las propiedades mecánicas estuvo parcialmente asociada al grado de densificación. La condición SPS-Fe₅900_{1/1} presentó simultáneamente la mayor microdureza (3,91 GPa), macrodureza (4,13 GPa) y fractotenacidad (7,02 MPa·√m), confirmando que la reducción de la porosidad incrementa la sección resistente efectiva y favorece la transferencia de carga a través del compacto. No obstante, las diferencias observadas entre muestras con densidades relativas similares demostraron que la densificación no explica por sí sola la respuesta mecánica. La condición SPS-50G10Fe₅900_{1/9}, por ejemplo, alcanzó una densidad de 89,05 %, pero presentó una macrodureza de solo 0,87 GPa y una fractotenacidad de 5,88 MPa·√m, evidenciando la influencia adicional de la evolución microestructural e interfacial.

La caracterización mediante microscopía óptica y SEM confirmó que las muestras procesadas a 700 °C conservaron una elevada porosidad residual, cuellos de sinterización poco desarrollados y discontinuidades en la interfaz Fe–SiC. El incremento de la temperatura hasta 900 °C favoreció el crecimiento de los contactos Fe–Fe, la continuidad de la matriz metálica y la reducción de la porosidad. La disminución del libre camino medio desde valores próximos a 5–6 μm en determinadas condiciones procesadas a 700 °C hasta valores cercanos a 2 μm a 900 °C corroboró cuantitativamente la redistribución espacial de la fase metálica y la reducción de la separación entre partículas de SiC.

La incorporación de Fe bimodal generó una microestructura interfacial más compleja sin proporcionar una mejora sistemática de la densificación. Las partículas finas incrementaron el área de contacto potencial entre Fe y SiC, favoreciendo una mayor extensión de las regiones enriquecidas en SiC observadas mediante EDS y la aparición de morfologías compatibles con productos de reacción Fe_xSi_y . Esta mayor actividad interfacial contribuye a explicar por qué las muestras bimodales no reprodujeron el beneficio observado mediante HP, donde los tiempos de mantenimiento más prolongados permitieron aprovechar de manera más efectiva el empaquetamiento inicial y consolidar progresivamente la matriz metálica.

La Fracción de área de grafito (%) confirmó que la estabilidad química del SiC también depende de la combinación de temperatura, tiempo y régimen de pulsos. A 700 °C, los contenidos de grafito permanecieron por debajo del 3 %, mientras que a 900 °C variaron entre 2,90 y 22,30 %. La condición SPS-Fe₁900_{1/9} presentó la mayor fracción de grafito (22,30 %), evidenciando una disociación más intensa del SiC, mientras que SPS-Fe₅900_{1/1} mantuvo un contenido de solo 2,90 % a pesar de alcanzar la mayor densificación. Por tanto, el aumento de la temperatura favorece la consolidación, pero su efecto sobre la estabilidad interfacial depende de la interacción con los demás parámetros de procesamiento.

Los resultados de DRX, EDS y espectroscopía Raman respaldaron la disociación parcial del SiC y la redistribución de Si y C en la matriz. Los difractogramas mostraron reflexiones compatibles con Fe_3Si y con fases enriquecidas en carbono, mientras que Raman confirmó la presencia de carbono grafitico parcialmente ordenado en las cuatro condiciones analizadas a 900 °C. La relación I_D/I_G se mantuvo entre 0,8424 y 0,8432,

y el tamaño medio de cristalito (L_a) permaneció próximo a 45,7 nm, indicando que los parámetros de procesamiento modificaron principalmente la cantidad de grafito precipitado, sin alterar de manera apreciable su grado de orden estructural.

Dentro del dominio experimental evaluado, la condición SPS-Fe₅9001_{1/1} presentó el balance más favorable entre densificación, propiedades mecánicas y estabilidad química de la interfaz Fe–SiC. Su elevada densidad relativa, los máximos valores de dureza y fractotenacidad y la reducida fracción de grafito justifican su selección como condición de referencia para la siguiente etapa de exploración de parámetros. Los resultados del cribado factorial también demostraron que la optimización del SPS no puede basarse exclusivamente en maximizar la densificación: debe considerar simultáneamente la continuidad de la matriz metálica, la estabilidad de la interfaz Fe–SiC y la formación de productos de reacción que pueden modificar la respuesta mecánica del cermet.

3.4 Evaluación de estrategia de procesamiento mediante SPS para la optimización de los cermets Fe 50% p/p SiC.

Una vez establecidas las limitaciones del diseño factorial fraccionado, donde la condición SPS-Fe₅9001_{1/1} presentó el mejor desempeño global de la primera etapa al alcanzar una densificación por el método de Arquímedes de 90,39 % junto con una baja fracción de grafito (2,90 %), se desarrolló una fase exploratoria con el propósito de evaluar estrategias adicionales orientadas a incrementar la densificación y preservar la estabilidad de la interfaz Fe–SiC.

Para ello, se investigó el efecto de cinco modificaciones del procesamiento identificadas en la literatura como potencialmente favorables para la consolidación de cermets procesados mediante SPS: (i) precompactación en frío a 20 MPa antes del ciclo SPS, (ii) modificación del régimen de pulsos eléctricos (12/2), (iii) incremento de la temperatura máxima de sinterización hasta 1000 y 1100 °C, (iv) aplicación de esquemas de presión y calentamiento escalonados (SPS-I y SPS-II) y (v) procesamiento mediante un sistema FAST/SPS bajo atmósfera de argón, en sustitución del vacío empleado en el equipo Dr. SINTER.

Los resultados experimentales completos de esta fase exploratoria se presentan en el Anexo 14 mientras que la Figura 3-35 resume la evolución de la densificación y de las propiedades mecánicas más relevantes para todas las condiciones evaluadas.

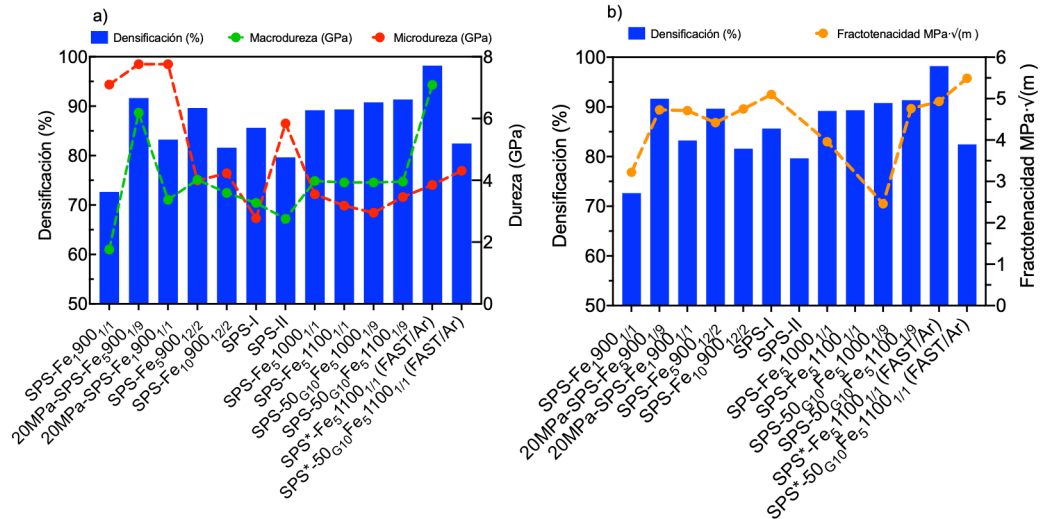


Fig. 3-35 Influencia de las estrategias de procesamiento avanzadas mediante SPS sobre la densificación y las propiedades mecánicas de los cermetes Fe–50 %p SiC: (a) densificación, microdureza y macrodureza; (b) densificación y fractoténacidad.

De manera general, los resultados muestran que las distintas estrategias de procesamiento permiten optimizar propiedades específicas del sistema, aunque ninguna condición maximiza simultáneamente todos los parámetros evaluados. Mientras algunas configuraciones favorecen principalmente la densificación, otras incrementan la dureza o la resistencia a la propagación de grietas, evidenciando el compromiso existente entre consolidación, estabilidad interfacial y evolución microestructural.

Con el fin de profundizar en los mecanismos responsables de este comportamiento, el análisis detallado se centra en tres condiciones representativas que delimitan los distintos escenarios de optimización alcanzados durante esta fase exploratoria. La condición K1 (20MPa-SPS-Fe₉₀₀/1/9) presentó la mayor microdureza (7,76 GPa); la condición X2 (SPS-Fe₁₁₀₀/1/1) alcanzó simultáneamente la menor fracción de grafito (1,50 %) y la mayor fractoténacidad (8,57 MPa·√m); mientras que la condición SPS-Fe₁₁₀₀/1/1 (FAST/SPS-Ar)* desarrolló la mayor densificación (98,21 %) y la mayor macrodureza (7,09 GPa).

Las restantes condiciones experimentales mostraron tendencias consistentes con estos resultados sin introducir mecanismos adicionales que modificaran la interpretación física del sistema. Por ello, la discusión se concentra en estas tres condiciones representativas, permitiendo analizar los mecanismos responsables de la optimización de la densificación, la estabilidad interfacial y las propiedades mecánicas del sistema Fe–50 %p SiC.

Las principales propiedades correspondientes a estas condiciones se resumen en la Tabla 3-4, mientras que el conjunto completo de resultados experimentales se presenta en el Anexo 14 como información complementaria.

Tabla 3-1 Mejores condiciones de la fase exploratoria SPS por criterio analítico.

Criterio óptimo	Muestra	Arq (%)	Grafito (%)	HV _{0.025} (GPa)	HV ₁ Hv (GPa)	K _{IC} (MPa·√m)	Factor diferencial
Hv0.025	K ₁ : 20MPa-SPS- Fe ₁ 900 _{1/9}	91.65	7.6	7.76	6.19	4.73	Precompactación 20 MPa
Mín. disociación + Máx K _{IC}	X2: SPS- Fe ₅ 1100 _{1/1}	89.34	1.5	3.18	3.93	8.57	T = 1100 °C en vacío
Densificación + Macro dureza máximas	SPS*-Fe ₅ 1100 _{1/1} (FAST/Ar)	98.21	5.6	3.85	7.09	4.93	FAST/SPS + Ar 99.99 %
Referencia: óptimo factorial	SPS-Fe ₅ 900 _{1/1} (Fase 1)	90.39	2.9	3.91	4.13	7.02	Modo 1/1 + 5 min

3.4.1 Análisis de los resultados de la estrategia de optimización

La condición K1 (20MPa-SPS-Fe₁900_{1/9}) alcanzó una densidad relativa de 91,65 % por el método de Arquímedes y la mayor microdureza de toda la fase exploratoria (7,76 GPa), aproximadamente el doble del máximo obtenido durante la fase factorial (3,91 GPa). Como se observa en la Figura 3-36, la precompactación favorece una mayor continuidad de la matriz metálica alrededor de las partículas de SiC y reduce la presencia de discontinuidades interfaciales. Este comportamiento indica que el incremento de la densidad en verde mejora la coordinación inicial entre partículas, disminuye las distancias de difusión y facilita la formación de cuellos metálicos durante el ciclo SPS. La fracción de grafito permanece moderada (7,6 %), lo que evidencia que el incremento de la dureza no está asociado a una degradación severa del SiC, sino principalmente a una consolidación más eficiente de la matriz metálica.

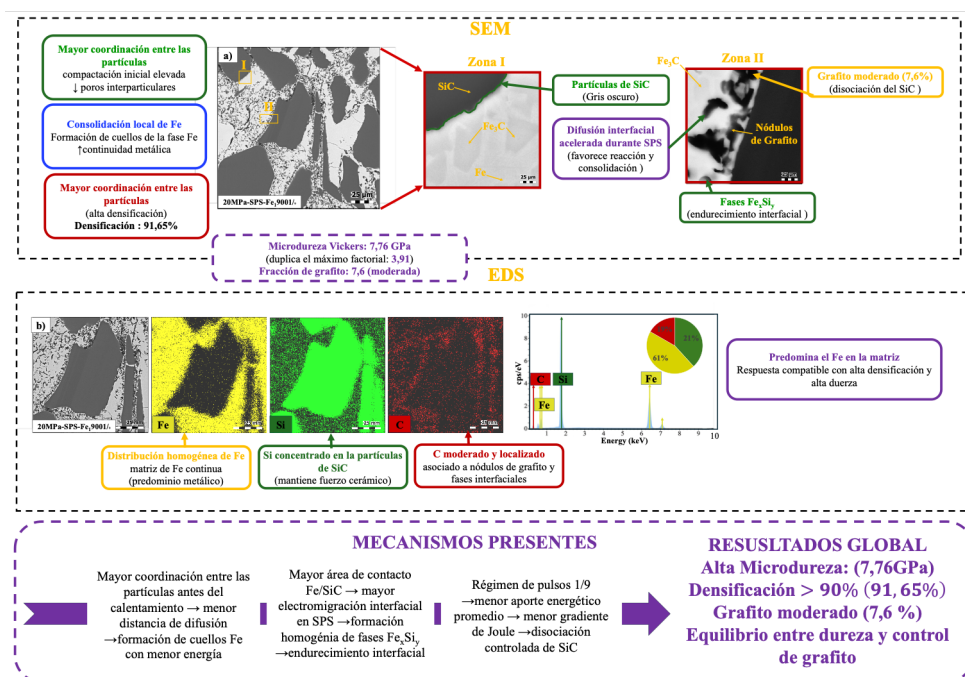


Fig. 3-36 Microestructura SEM representativa de la condición K1 (20MPa-SPS-Fe_{1900 1/9}), mostrando el efecto de la precompactación a 20 MPa sobre la continuidad de la matriz Fe y la interfaz Fe-SiC.

Una respuesta diferente se obtuvo al incrementar la temperatura de procesamiento desde 1000 °C en X₁ hasta 1100 °C en X₂. La condición X₂ (SPS-Fe_{51100 1/1}) presentó simultáneamente la menor fracción de grafito de toda la fase exploratoria, con 1,50 %, y la mayor fractotenacidad, con 8,57 MPa·√m. En comparación, la condición X₁ presentó una fracción de grafito de 10,60 % y una fractotenacidad de 3,96 MPa·√m. La comparación microestructural mostrada en la Figura 3-37 evidencia que X₁ contiene una mayor cantidad de regiones carbonosas discretas próximas a la interfaz Fe-SiC, mientras que X₂ presenta una menor cantidad de nódulos visibles y una distribución más homogénea del carbono.

Este comportamiento sugiere que, por encima de la transformación α→γ del Fe, parte del carbono liberado durante la interacción Fe-SiC puede permanecer transitoriamente disuelto o redistribuirse en la matriz austenítica antes de precipitar como grafito libre. La mayor solubilidad intersticial del carbono en γ-Fe respecto a α-Fe proporciona una explicación físicamente plausible para la reducción de la fracción de grafito cuantificada en X₂. Esta interpretación resulta consistente con la evolución termodinámica y cinética descrita para la reacción Fe-SiC [45,85], aunque no puede confirmarse de forma directa únicamente mediante SEM, EDS o DRX.

La elevada fractotenacidad de X_2 no puede atribuirse principalmente a la presencia de grafito, debido a su reducida fracción volumétrica. La respuesta frente a la propagación de grietas se relaciona con mayor probabilidad con una matriz metálica más continua, una menor concentración de defectos carbonosos discretos y una mayor capacidad de deformación plástica local antes de la fractura. En consecuencia, los resultados identifican una ventana favorable de procesamiento alrededor de 1100 °C, en la cual la redistribución del carbono contribuye a preservar la continuidad de la matriz sin producir una precipitación masiva de grafito. Esta conclusión debe restringirse al intervalo experimental evaluado, ya que temperaturas superiores podrían intensificar la reacción Fe–SiC y favorecer una mayor formación de productos Fe_xSi_y y carbono libre.

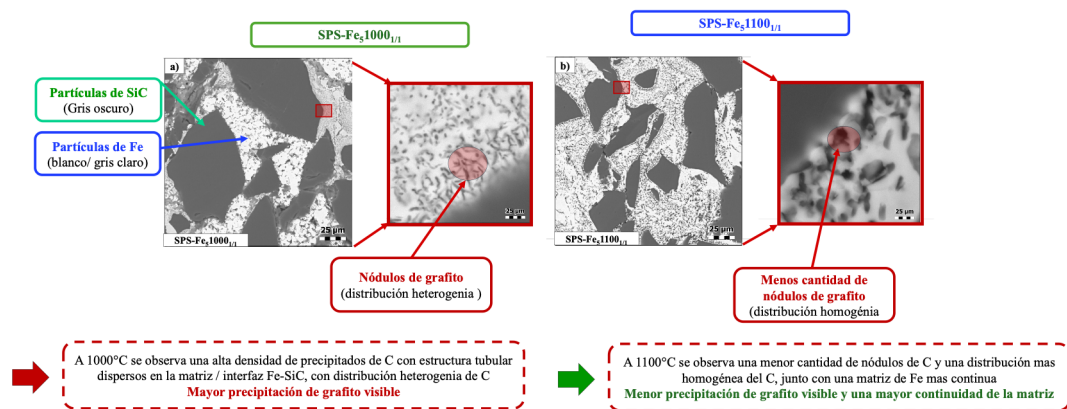


Fig. 3-37 . Comparación microestructural y composicional entre las condiciones X1, procesada a 1000 °C, y X2, procesada a 1100 °C, mostrando la disminución de los nódulos de grafito visibles y la distribución más homogénea del carbono alrededor de la interfaz Fe–SiC.

La tercera estrategia correspondió al procesamiento mediante FAST/SPS bajo atmósfera de Ar. La condición SPS-Fe₅1100_{1/1}, procesada a 1100 °C durante 5 min, bajo 50 MPa y con una velocidad de calentamiento de 100 K·min⁻¹, alcanzó densidades relativas de 99,93 % mediante el método geométrico, 98,21 % por Arquímedes y 98,37 % mediante análisis de imágenes, junto con una microdureza de 3,85 GPa, una macrodureza de 7,09 GPa, una fractotenacidad de 4,93 MPa·√m y una fracción de grafito de 5,60 %. Estos resultados corresponden al mayor grado de consolidación y a la mayor macrodureza obtenidos durante la investigación.

La diferencia respecto a X_2 , que alcanzó 89,34 % por Arquímedes bajo parámetros nominales semejantes de temperatura, presión y tiempo, evidencia la influencia conjunta de la atmósfera y de las características tecnológicas del equipo. La atmósfera de Ar no elimina los óxidos nativos existentes sobre las partículas de Fe, pero limita la oxidación adicional durante el calentamiento. Paralelamente, las diferencias en el diseño del conjunto matriz–punzones, el control térmico y la distribución de corriente del sistema FAST/SPS pueden favorecer una transferencia más homogénea de temperatura, presión y corriente a través del compacto. Estas condiciones facilitan el desarrollo uniforme de los contactos metálicos y el cierre de la porosidad residual.

La elevada macrodureza obtenida es coherente con la consolidación volumétrica prácticamente completa del material. Sin embargo, la menor microdureza respecto a K1 demuestra que el principal beneficio de FAST/SPS se relaciona con la respuesta global del compacto y no con un aumento proporcional de la dureza intrínseca de todas las regiones de la matriz. La fracción moderada de grafito indica, además, que la densificación cercana a la teórica no estuvo acompañada por una disociación extrema del SiC. Estos resultados son consistentes con los reportados por Oropesa et al. [37], quienes describieron una elevada consolidación y una evolución interfacial controlada en cermets Fe–SiC procesados mediante FAST/SPS bajo condiciones equivalentes.

La evolución microestructural de las condiciones seleccionadas se correlaciona con los resultados de difracción de rayos X presentados en la Figura 3-38. Los difractogramas mantienen como fases predominantes α -Fe y las diferentes politipias del SiC, acompañadas por reflexiones compatibles con productos interfaciales ricos en Si, principalmente Fe_3Si . La mayor intensidad relativa de estas reflexiones en las condiciones procesadas a temperaturas elevadas indica una mayor difusión de Si desde el SiC hacia la matriz metálica. No obstante, la persistencia simultánea de Fe y SiC demuestra que la reacción interfacial permaneció incompleta y condicionada por la corta duración del ciclo SPS, en concordancia con el comportamiento descrito para sistemas Fe–SiC sometidos a calentamientos rápidos [192–195].

La menor fracción de grafito cuantificada en X_2 concuerda con la evidencia microestructural y respalda la hipótesis de una redistribución más homogénea del carbono durante la sinterización. Sin embargo, la diferenciación inequívoca entre Fe_3Si , Fe_5Si_3 y otros productos Fe_xSi_y , está limitada por el solapamiento parcial de sus

reflexiones y por su reducida fracción volumétrica. Por ello, la interpretación de la evolución interfacial se sustenta en la concordancia entre DRX, SEM, EDS y cuantificación de grafito, y no exclusivamente en la indexación de los difractogramas.

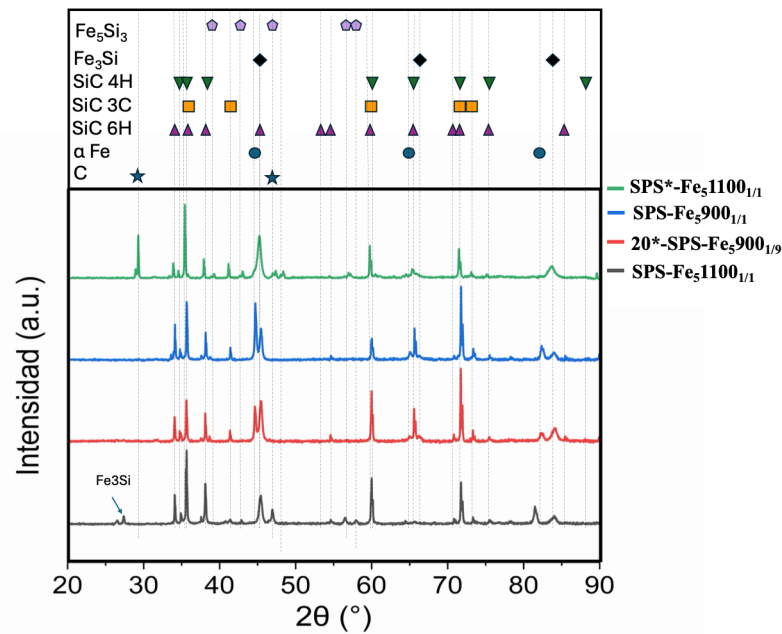


Fig. 3-38 . Difractogramas de rayos X correspondientes a las condiciones representativas de la fase exploratoria mediante SPS

Los resultados de la fase exploratoria permiten identificar tres rutas complementarias de mejora. La precompactación incrementa la coordinación inicial entre partículas y favorece principalmente el endurecimiento local; el procesamiento a 1100 °C bajo vacío produce la mayor fractoténacidad y la menor fracción de grafito, comportamiento compatible con una redistribución más homogénea del carbono; mientras que el procesamiento mediante FAST/SPS bajo Ar maximiza la consolidación volumétrica y la macrodureza. En consecuencia, la optimización del sistema Fe–50 %p/p SiC no puede establecerse a partir de una única propiedad, sino que requiere equilibrar densificación, continuidad de la matriz metálica, respuesta mecánica y estabilidad de la interfaz Fe–SiC.

3.5 Análisis comparativo HP vs SPS

La comparación entre las rutas de HP y SPS permite establecer que la respuesta de los cermetes Fe–50 %p/p SiC depende no solo del grado de densificación alcanzado, sino también de la forma en que cada proceso modifica la continuidad de la matriz

metálica y la estabilidad de la interfaz Fe–SiC. En la Tabla 3-2 se resumen las principales propiedades obtenidas por HP y SPS (fases factorial y exploratoria), así como valores de referencia de sistemas relacionados. Es importante señalar que estos valores no provienen de una única condición experimental; por lo tanto, las comparaciones bibliográficas son de carácter cualitativo debido a variaciones en la composición, fracción cerámica, parámetros de procesamiento y metodologías de caracterización

Tabla 3-2 Comparación cuantitativa de los mejores resultados de HP y SPS frente a la literatura.

Propiedad	HP	SPS Fase1	SPS Fase 2	Valor alcanzado en la literatura/%SiC
Densidad relativa (Arquímedes) (%)	88,55	90,39	98,21	98 % / 2,5 – 12,5 [38,197]
Microdureza (GPa)	3,98	3,91	7,76	2,35 / -SV [40]
Macro dureza (GPa)	5,81	4,13	7,09	2,45–3,27/ 20 [95]
Fractoténacidad (MPa·√m)	5,49	7,02	8,57	11/ 50 [37]
Tiempo de sinterización (min)	30– 180	5	5	5-10 / 50 [37]

La comparación de la Tabla 3-2 evidencia que la ruta de sinterización influye de manera diferente sobre la consolidación y las propiedades mecánicas de los cermetes Fe–50 %p/p SiC. En términos de densificación, SPS alcanzó los mayores valores de densidad relativa, particularmente durante la fase exploratoria, lo que confirma su mayor eficiencia para consolidar el material en tiempos significativamente menores que HP. Este comportamiento se atribuye a la combinación de elevadas velocidades de calentamiento, aplicación simultánea de presión y circulación de corriente eléctrica, factores que aceleran los mecanismos de difusión y la eliminación de poros. Los niveles de densificación obtenidos son consistentes con los intervalos reportados por Perek-Nowak et al. [38] y Wang et al. [136], aunque dichas comparaciones deben interpretarse considerando las diferencias en el contenido de SiC, la composición de la matriz y las condiciones de procesamiento empleadas.

Sin embargo, la mayor densificación no se tradujo automáticamente en una mejora proporcional de todas las propiedades mecánicas. Los resultados muestran que la respuesta del material depende también de la continuidad de la matriz metálica, de la formación de fases secundarias y de la estabilidad de la interfaz Fe–SiC, aspectos discutidos en las secciones anteriores. Asimismo, los valores de dureza obtenidos en

este trabajo superan los reportados para diversos sistemas Fe–SiC y Cu–Fe–SiC con menores contenidos de fase cerámica [40].

La fractotenacidad presentó una respuesta particularmente sensible a la ruta de procesamiento. El HP produjo un intervalo más acotado y una evolución relativamente estable con las variables estudiadas, mientras que el SPS permitió alcanzar valores superiores, pero con una mayor dependencia de la combinación específica de temperatura, tiempo, régimen de corriente y atmósfera. En HP, una fracción moderada de grafito y una matriz metálica continua pueden contribuir a la desviación de las grietas y a la relajación local de tensiones. En SPS, la respuesta estuvo condicionada adicionalmente por la formación localizada de grafito y productos Fe_xSi_y . La posible contribución del grafito turbostrático a la desviación de grietas debe interpretarse de manera complementaria, ya que no se estableció una relación monótona entre su fracción y K_{IC} . Este comportamiento concuerda con la naturaleza no lineal de la reacción Fe–SiC descrita por Neves et al. [36,45] y con la evolución no monótona reportada por Xue et al. [95].

La fracción de grafito mostró una mayor variabilidad durante el SPS. En HP, la condición bimodal balanceada presentó un contenido mínimo de 3,70 %, mientras que en SPS se obtuvieron valores desde 0,70–1,50 % hasta contenidos superiores al 20 % y, en condiciones particulares, superiores al 40 %. Esta amplitud demuestra la mayor sensibilidad del SPS a las variables térmicas, eléctricas y temporales. La rápida activación de la reacción Fe–SiC después de superar un umbral térmico resulta coherente con lo reportado por Wu et al. [39], aunque su extrapolación al sistema policristalino de la presente tesis debe considerarse cualitativa.

La distribución granulométrica bimodal del Fe también presentó un comportamiento dependiente de la ruta. En HP, la mezcla balanceada favoreció la densificación, la continuidad de la matriz y una menor formación de grafito. Durante el SPS factorial a temperaturas moderadas, el efecto beneficioso del empaquetamiento inicial fue secundario frente a la activación térmica, la deformación asistida por presión y la conectividad eléctrica de la matriz. Sin embargo, bajo FAST/SPS a 1100 °C y con condiciones de corriente y atmósfera controladas, el beneficio de la distribución bimodal volvió a manifestarse, en concordancia con los resultados reportados por Oropesa et al. [37]. Por tanto, la distribución de tamaños no puede

considerarse óptima de manera independiente, sino únicamente en combinación con la tecnología y el ciclo específico de sinterización.

Desde el punto de vista mecanístico, HP y SPS presentan tres diferencias principales. La primera corresponde al modo de transferencia térmica y a la duración del ciclo: HP utiliza calentamiento externo y tiempos prolongados, mientras que SPS combina calentamiento rápido, presión y transferencia de corriente a través del conjunto de sinterización. La segunda corresponde a la influencia del empaquetamiento inicial, que resulta más evidente en HP y puede adquirir una importancia secundaria o recuperarse en SPS dependiendo de la temperatura, el régimen eléctrico y la deformación de la matriz. La tercera corresponde a la sensibilidad frente a la configuración del equipo y la atmósfera. En FAST/SPS bajo Ar, la atmósfera limita la oxidación adicional durante el calentamiento, mientras que la distribución térmica y eléctrica más homogénea favorece el cierre de la porosidad. La adhesión diferencial de interfaces Fe/SiC terminadas en C o Si, descrita mediante cálculos de primeros principios por Li et al. [198], proporciona una base atómica complementaria para comprender la heterogeneidad observada, aunque no permite atribuir directamente la evolución experimental a una única terminación interfacial.

La selección de la ruta de procesamiento debe establecerse de acuerdo con la propiedad prioritaria. El HP ofrece una alternativa de procesamiento más convencional, con una respuesta relativamente estable y menor sensibilidad a variaciones rápidas del régimen eléctrico. El SPS factorial permite reducir el tiempo de procesamiento y aumentar la fractoténacidad, aunque requiere un control más estricto de las variables para evitar una reacción interfacial excesiva. El FAST/SPS bajo Ar proporciona el mayor grado de consolidación y la mayor macrodureza, pero implica una mayor complejidad tecnológica. En consecuencia, no se identifica una ruta universalmente superior: HP resulta favorable cuando se priorizan simplicidad y estabilidad de procesamiento, mientras que SPS y FAST/SPS son preferibles cuando se requieren mayores niveles de densificación y propiedades mecánicas, siempre que se controle la evolución de la interfaz Fe–SiC.

3.6 Comportamiento tribológico de cermets Fe-SiC sinterizados por HP-SPS

En el presente Capítulo se analizan e integra los resultados experimentales del comportamiento tribológico de los cermets Fe-50 %p SiC bajo dos modos de desgaste característicos de las aplicaciones industriales objetivo: el desgaste abrasivo en presencia de pulpa según el procedimiento normalizado ASTM G75 y el desgaste erosivo por impacto en pulpa rotativa SPT. El análisis se desarrolla en cuatro escalas complementarias —pérdida de masa macroscópica, morfología SEM superficial, propiedades nano-mecánicas en las interfases Fe/SiC, y comparación cuantitativa con materiales competidores actualmente empleados en aplicaciones tribológicas exigentes— articuladas en una cadena causal procesamiento → microestructura → propiedades → mecanismos → desempeño tribológico que sustenta la contribución de la presente tesis al desarrollo de cermets ferrosos como alternativa económicamente competitiva a los carburos cementados WC-Co tradicionales en aplicaciones de minería, procesamiento de minerales y manejo de pulpas abrasivo-erosivas.

3.7 Selección de muestras representativas y justificación

La evaluación tribológica del sistema Fe-50 %p/p SiC se realizó sobre tres condiciones experimentales seleccionadas como representativas del espacio paramétrico optimizado en el apartado 3.2 y 3.3 de la presente tesis. La selección responde a tres criterios complementarios de relevancia analítica: (i) cada condición corresponde al óptimo de su respectiva ruta de procesamiento dentro del estudio sistemático del autor, (ii) las tres condiciones presentan combinaciones distintas de los descriptores microestructurales clave densificación, contenido de grafito, distribución granulométrica del Fe y dureza lo que permite aislar la contribución diferencial de cada uno al desempeño tribológico, y (iii) las tres condiciones cubren el espectro tecnológico evaluado, desde la ruta convencional HP hasta la ruta avanzada SPS bajo régimen pulsado. La Tabla 3-3 sintetiza los descriptores de partida.

La selección de las muestras permitió comparar tres escenarios microestructurales claramente diferenciados. La condición HP-50_{G10}Fe900SiC₃₀ representa la ruta convencional optimizada, caracterizada por una distribución bimodal del hierro, una baja disociación del SiC y una microestructura homogénea favorecida por el

empaquetamiento bimodal descrito mediante el modelo de Andreassen–Furnas [157]. Por su parte, la condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1} constituye la referencia de mejor desempeño dentro de la fase factorial del estudio SPS, mientras que la condición SPS-50G₁₀Fe₅900DCP_{1/9} fue seleccionada por representar un comportamiento microestructural contrastante, asociado a una mayor disociación del SiC y a una menor dureza, permitiendo evaluar la influencia de estos factores sobre los mecanismos de desgaste. En conjunto, estas tres condiciones abarcan el rango de variación microestructural más representativo obtenido en la presente investigación y proporcionan una base adecuada para analizar la relación entre procesamiento, microestructura y comportamiento tribológico.

Tabla 3-3 Descriptores microestructurales y mecánicos de las muestras evaluadas tribológicamente.

Muestra	Ruta	Composición	Arq (%)	LCM (μm)	Grafito (%)	HV _{0.025} (GPa)	K _{IC} (MPa·√m)
HP-50G ₁₀ Fe900SiC ₃₀	Hot Press	50 % FeG bimodal	84,12	5,37	3,70	3,35	5,49
SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1}	SPS	100 % FeG monomodal	90,39	2,25	2,90	3,91	7,02
SPS-50G ₁₀ Fe5900DCP _{1/9}	SPS	50 % FeG bimodal	89,05	3,87	9,80	0,93	5,88

La condición SPS-Fe₅1100_{1/1}, correspondiente al procesamiento FAST/SPS bajo atmósfera de Ar a 1100 °C, no fue incluida en la presente caracterización tribológica debido a que fue obtenida bajo una temperatura de sinterización superior al intervalo de procesamiento (900 °C) considerado en el estudio comparativo desarrollado en esta tesis. Sus propiedades microestructurales y mecánicas fueron previamente caracterizadas y publicadas por el autor en Oropesa et al. [37], donde se reportan las máximas prestaciones alcanzadas mediante la ruta FAST/SPS. La evaluación de su comportamiento tribológico se propone como una línea de trabajo futuro, con el objetivo de complementar el conocimiento del desempeño de los cermets Fe–SiC procesados a temperaturas superiores de sinterización.

3.7.1 Caracterización granulométrica de los medios abrasivos

Los dos medios abrasivos empleados en los ensayos ASTM G75 Al₂O₃ sintético malla 400 y pulpa mineral real correspondiente a colas del proceso de flotación de cobre de una minera nacional — fueron caracterizados mediante difracción láser

utilizando un analizador Anton Paar PSA 990 LD en modo Liquid PSA con dispersión ultrasónica durante 30 s. Los parámetros granulométricos obtenidos se resumen en la Tabla 3-3 y su representación comparativa se muestra en la Figura 3-39.

Tabla 3-4 Parámetros granulométricos de los medios abrasivos (Anton Paar PSA 990 LD).

Parámetro	Al ₂ O ₃ (sintético)	Pulpa real	Razón Real/Al ₂ O ₃
D ₁₀ (μm)	26,7	3,74	0,14
D ₅₀ (μm)	49,1	18,04	0,37
D ₉₀ (μm)	77,8	80,46	1,03
Tamaño medio (μm)	53,1	36,80	0,69
D[5,3] (μm)	57,5	61,52	1,07
Span = (D ₉₀ -D ₁₀)/D ₅₀	1,0	4,251	4,09
Distribución	Estrecha, monomodal	Amplia, multimodal	—

Los parámetros comparativos presentados en la Figura 3-39 (b) muestran que la principal diferencia entre ambos medios abrasivos se concentra en la fracción fina de partículas. La pulpa real presenta un valor D₁₀ de apenas 3,75 μm, aproximadamente siete veces inferior al registrado para el Al₂O₃ sintético (26,75 μm). Adicionalmente, el elevado valor de span (4,25) evidencia una distribución granulométrica significativamente más amplia, con una mayor proporción de partículas finas y ultrafinas. Estas dimensiones son comparables con el libre camino medio (LCM) determinado para los cermets evaluados (2,25–5,37 μm), por lo que es esperable que la pulpa mineral interactúe de manera diferente con la microestructura del material respecto a la Al₂O₃, al facilitar el acceso de la fracción más fina a la porosidad superficial y a los espacios definidos por la continuidad de la matriz metálica.

Simultáneamente, la pulpa real conserva partículas gruesas con valores D₉₀ similares a los del abrasivo sintético (~80 μm), lo que indica que ambos medios presentan partículas de tamaño suficiente para interactuar con la fase cerámica del cermet. Sin embargo, únicamente la pulpa real combina esta fracción gruesa con una elevada población de partículas finas, configurando un sistema abrasivo multimodal cuya interacción con la superficie del material resulta potencialmente más compleja que la producida por el Al₂O₃ sintético.

Las observaciones microestructurales mediante SEM corroboran esta diferencia morfológica. La Figura 3-39 (c) muestra que el Al₂O₃ sintético está compuesto principalmente por partículas angulares de tamaño relativamente homogéneo, coherentes con la distribución estrecha obtenida por difracción láser. Por el contrario, la Figura 3-39 (d) revela que la pulpa real presenta una morfología altamente

heterogénea, donde coexisten partículas gruesas inmersas en una matriz de finos sub-10 μm , confirmando el carácter multimodal del sistema abrasivo.

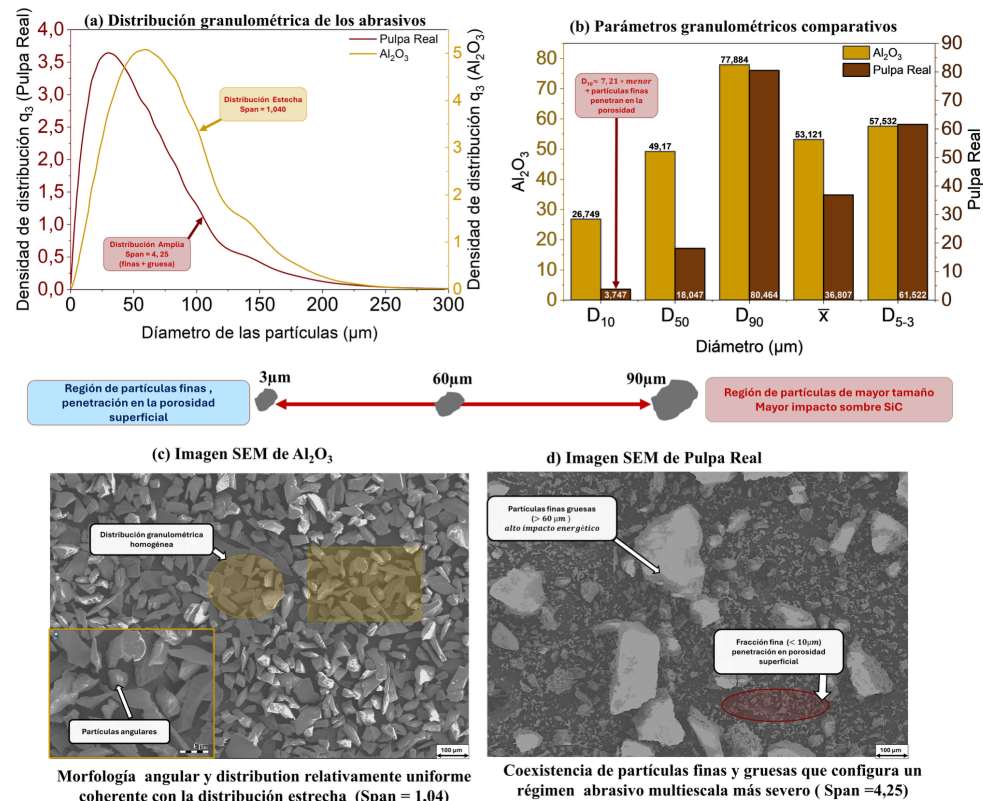


Fig. 3-39 . Comparación granulométrica y morfológica entre Al_2O_3 sintético y pulpa mineral real: implicancias sobre la severidad abrasiva

Desde el punto de vista tribológico, estas diferencias granulométricas y morfológicas permiten anticipar que ambos abrasivos establecerán condiciones de contacto distintas con la superficie de los cermetes durante los ensayos ASTM G75. En particular, la coexistencia de partículas finas y gruesas en la pulpa mineral sugiere un comportamiento abrasivo más complejo que el del Al_2O_3 sintético, aspecto que será analizado en las secciones siguientes mediante la caracterización de las superficies desgastadas y la identificación de los mecanismos de desgaste, en concordancia con el marco conceptual descrito por Kübarsepp et al. [24].

3.7.2 Desgaste abrasivo según la norma ASTM G75

El análisis experimental se efectuó sobre tres réplicas independientes (M_1 , M_2 y M_3), realizándose tres mediciones por cada una de ellas (ver Anexo 16-27). De este modo, cada muestra y cada medio abrasivo fueron evaluados mediante un total de

nueve mediciones independientes, proporcionando una base estadística adecuada para garantizar la reproducibilidad de los resultados y reducir la variabilidad experimental.

La pérdida de masa acumulada durante el ensayo ASTM G75 se presenta en la Figura 3-40. En ambos medios abrasivos se observa un aumento progresivo de la pérdida de masa con el tiempo de ensayo; sin embargo, la cinética de desgaste depende fuertemente de la condición de sinterización.

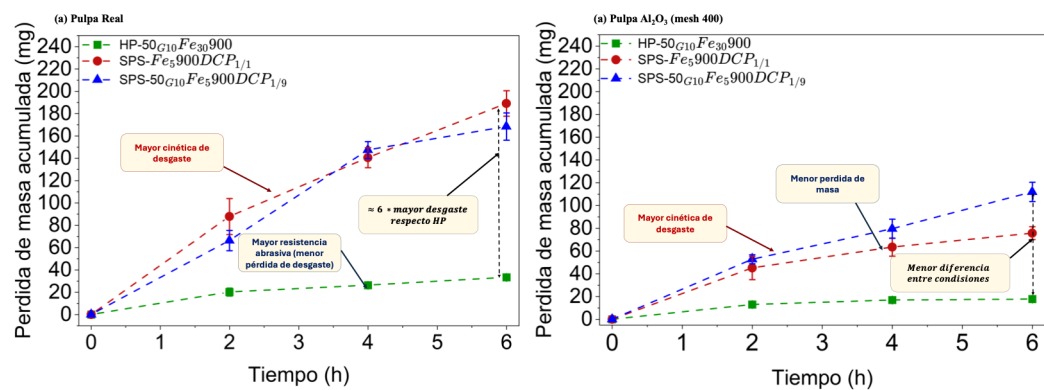


Fig. 3-40 Pérdida de masa acumulada de los cermetos Fe-50 %p SiC durante el ensayo ASTM G75-15: (a) pulpa real y (b) Al₂O₃ malla 400.

En pulpa real, la condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1} presentó la mayor cinética de desgaste durante todo el ensayo. La pendiente elevada de la curva indica que el daño se acumula rápidamente desde las primeras etapas de exposición. Este comportamiento sugiere una superficie menos estable frente a la acción combinada de partículas finas y gruesas, lo que favorece la formación progresiva de cavidades, pull-out de partículas de SiC y fractura interfacial.

Por el contrario, HP-50_{G10}Fe₉₀₀SiC₃₀ presentó la menor pérdida de masa acumulada. Su curva muestra una evolución más estable, lo que indica que la microestructura obtenida por HP resiste mejor la remoción progresiva de material. Este comportamiento puede asociarse a una mayor continuidad de la matriz Fe, mejor contacto interparticular y mayor estabilidad de la interfaz Fe/SiC.

La condición SPS-50_{G10}Fe₅900DCP_{1/9} mostró un comportamiento intermedio. Aunque la distribución bimodal del Fe parece mejorar parcialmente la continuidad metálica respecto al SPS monomodal, la muestra continúa siendo susceptible al daño localizado, especialmente bajo pulpa real.

En Al_2O_3 , las diferencias entre las condiciones son menos marcadas. Esto indica que el abrasivo sintético genera un régimen de desgaste más uniforme. Sin embargo, la condición SPS bimodal muestra una pérdida de masa elevada, lo cual sugiere que, aunque la bimodalidad puede favorecer ciertos aspectos de la densificación o continuidad metálica, también puede generar regiones localmente heterogéneas susceptibles a remoción bajo abrasión repetitiva.

3.7.3 Tasa de desgaste volumétrico

Para comparar cuantitativamente la severidad del desgaste, la pérdida de masa acumulada (Δm) se transformó en un volumen equivalente de desgaste (V) utilizando la densidad experimental (ρ) de cada cermet y posteriormente se normalizó respecto al tiempo total de ensayo (t), como se muestra en la Figura 3-41. La pérdida volumétrica equivalente se obtuvo dividiendo la pérdida de masa entre la densidad experimental del material, mientras que la tasa de desgaste volumétrica (W_v) se calculó dividiendo dicho volumen entre el tiempo total de ensayo. Este procedimiento permite expresar la velocidad de remoción de material en unidades volumétricas, eliminando el efecto de las diferencias de densidad entre los materiales evaluados y facilitando una comparación directa entre las distintas condiciones de procesamiento. Asimismo, proporciona una estimación indirecta del volumen de material removido durante el ensayo; sin embargo, al derivarse de la pérdida de masa, no entrega información sobre la geometría ni la distribución espacial del desgaste, aspectos que posteriormente se complementan mediante el análisis tridimensional de la huella por microscopía confocal.

Los resultados muestran que la muestra $\text{HP-50}_{\text{G10}}\text{Fe}_{900}\text{SiC}_{30}$ presenta las menores tasas de desgaste en ambos medios abrasivos, con valores de $1.39 \text{ mm}^3/\text{h}$ en pulpa real y $0.74 \text{ mm}^3/\text{h}$ en Al_2O_3 . Este comportamiento es consistente con la mayor densificación geométrica alcanzada durante el procesamiento por HP, lo que favorece una matriz metálica más continua y una mejor capacidad para soportar las tensiones impuestas por las partículas abrasivas.

En contraste, la condición $\text{SPS-Fe}_{5900}\text{DCP}_{1/1}$ alcanza $8.67 \text{ mm}^3/\text{h}$ en pulpa real, aproximadamente seis veces el valor obtenido para la condición HP. La menor densificación y la mayor heterogeneidad microestructural desarrolladas durante esta

ruta de sinterización reducen la capacidad del material para resistir la remoción progresiva de material, lo que explica el incremento de la tasa de desgaste.

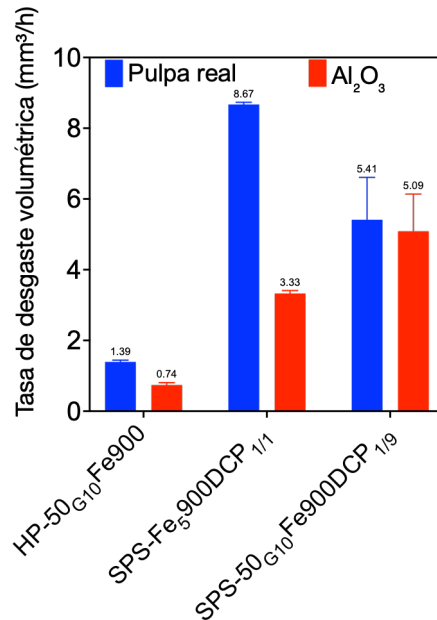


Fig. 3-41 Tasa de desgaste volumétrica de los cermets Fe–50 %p SiC bajo condiciones ASTM G75-15.

La condición SPS-50_{G10}Fe₅900DCP_{1/9} presenta un comportamiento intermedio, con tasas de 5.41 mm³/h en pulpa real y 5.09 mm³/h en Al₂O₃. La disminución del desgaste respecto a la condición SPS monomodal indica que la incorporación de una distribución bimodal de partículas de Fe favorece una mayor continuidad de la matriz metálica. Sin embargo, esta mejora es limitada, ya que la resistencia al desgaste continúa siendo considerablemente inferior a la obtenida mediante HP.

3.7.4 Observaciones SEM de las superficies desgastadas

Las micrografías SEM de las superficies desgastadas (Figura 3-42) permiten identificar los mecanismos responsables de la remoción de material durante el ensayo ASTM G75-15 y relacionarlos con las diferencias observadas previamente en la pérdida de masa y la tasa de desgaste volumétrica. En todas las condiciones se identifican mecanismos característicos del desgaste abrasivo, tales como microcorte abrasivo (flechas amarillas), microarado (flechas celestes), desprendimiento de partículas de SiC o pull-out (flechas rojas), delaminación (flechas verdes), fractura frágil del SiC (flechas naranjas) y deformación plástica o desgaste adhesivo de la matriz metálica (flechas moradas). Además, las flechas blancas señalan la presencia

de partículas abrasivas retenidas sobre la superficie desgastada. La frecuencia e intensidad con que estos mecanismos se desarrollan dependen tanto de la ruta de sinterización como del medio abrasivo empleado.

En la condición HP-50_{G10}Fe900SiC₃₀, las superficies desgastadas muestran un predominio de microarado y microcorte abrasivo, acompañados por deformación plástica localizada de la matriz metálica. Los eventos de pull-out de partículas de SiC son escasos y se distribuyen de manera puntual sobre la superficie, sin evidencias de una degradación generalizada del material. Cuando el ensayo se realiza con pulpa real, los surcos abrasivos presentan una mayor profundidad y aumenta la deformación superficial, lo que puede atribuirse a la mayor heterogeneidad granulométrica y morfológica del abrasivo respecto al Al₂O₃. Sin embargo, el daño permanece relativamente homogéneo y no se observan regiones extensas de fractura ni desprendimiento masivo de partículas, comportamiento consistente con la menor pérdida de masa y la menor tasa de desgaste volumétrica registradas para esta condición.

La condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1} presenta una evolución distinta de los mecanismos de desgaste. Incluso bajo Al₂O₃ se identifican eventos de pull-out, microarado y microcorte abrasivo, acompañados por cavidades superficiales que evidencian una mayor degradación del material respecto a la condición HP. Al utilizar pulpa real, la superficie muestra un incremento de la fractura de partículas de SiC, procesos de delaminación y una mayor frecuencia de pull-out, asociados a cavidades de mayor tamaño y una fragmentación superficial más pronunciada. La coexistencia de estos mecanismos favorece una remoción de material más acelerada, en concordancia con la mayor pérdida de masa y la elevada tasa de desgaste volumétrica obtenidas para esta condición.

La condición SPS-50_{G10}Fe900DCP_{1/9} exhibe un comportamiento intermedio entre las dos rutas de procesamiento. Bajo Al₂O₃ predominan el microcorte abrasivo y la fractura localizada de partículas de SiC, mientras que el empleo de pulpa real incrementa la frecuencia de pull-out, la fractura de la fase cerámica y la formación de cavidades superficiales. No obstante, la extensión del daño continúa siendo inferior a la observada en la condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1}, lo que resulta consistente con la

reducción de la pérdida de masa y de la tasa de desgaste volumétrica alcanzada al incorporar una distribución bimodal de partículas de Fe.

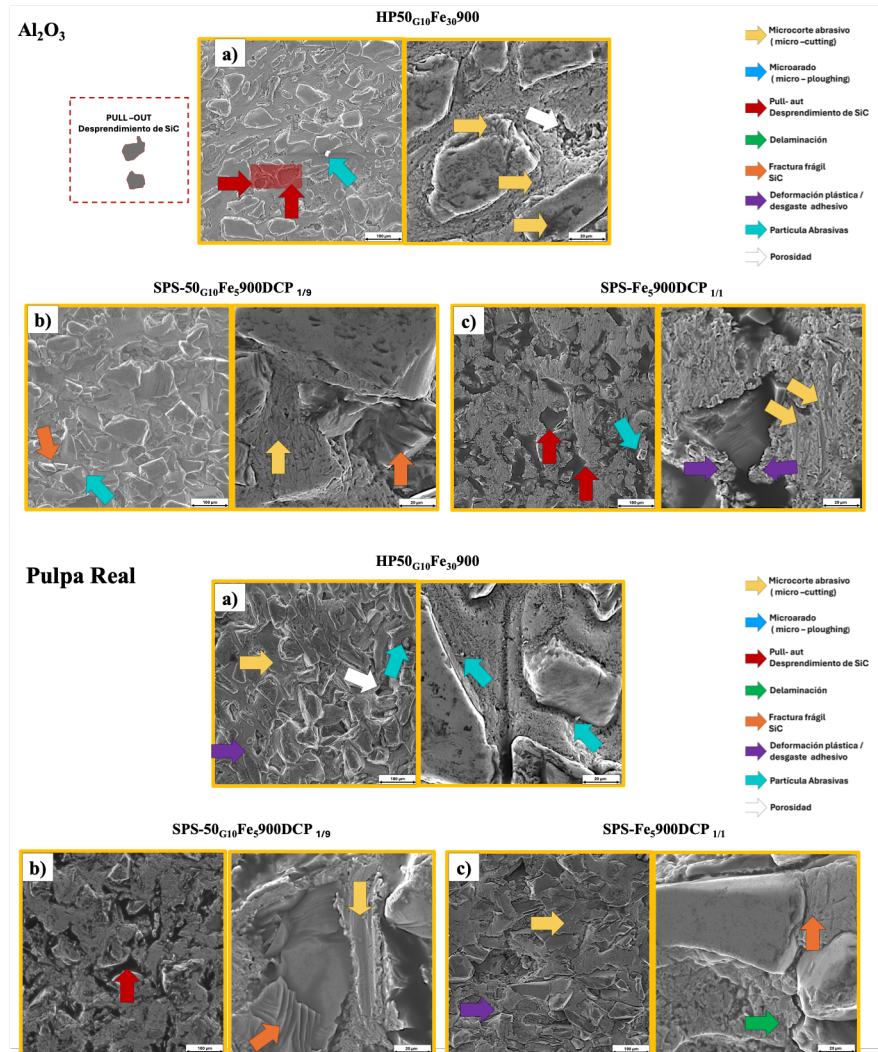


Fig. 3-42 . Micrografías SEM de las superficies desgastadas después del ensayo ASTM G75-15 en Al_2O_3 y pulpa real.

La comparación de las tres condiciones evidencia que, aunque el microarado y el microcorte abrasivo constituyen los mecanismos de desgaste predominantes en todos los materiales evaluados, la contribución relativa de los mecanismos asociados a fractura y desprendimiento de material aumenta progresivamente en las condiciones procesadas mediante SPS. Esta transición explica la evolución observada desde un desgaste superficial relativamente uniforme en la condición HP hacia una remoción de material más severa en las condiciones SPS, en concordancia con los resultados de pérdida de masa y tasa de desgaste volumétrica discutidos previamente.

3.7.5 Pérdida volumétrica mediante análisis confocal de las muestras sometidas a ASTM -G75

La caracterización topográfica de las superficies desgastadas se realizó mediante microscopía confocal con el objetivo de cuantificar el volumen de material removido y evaluar la distribución espacial del daño generado durante el ensayo ASTM G75-15. Este análisis complementa los resultados de pérdida de masa, tasa de desgaste volumétrica y las observaciones obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), ya que proporciona una reconstrucción tridimensional de la huella de desgaste, permitiendo identificar si la remoción de material ocurre de forma homogénea sobre la superficie o si se concentra en regiones localizadas. Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 3-5.

Tabla 3-5 Volumen de material removido determinado mediante microscopía confocal para los cermets Fe-50 %p/p SiC después del ensayo ASTM G75

Condición	Medio abrasivo	Volumen de hueco (mm ³)
HP-50 _{G10} Fe ₉₀₀ SiC ₃₀	Al ₂ O ₃	0,042–0,056
HP-50 _{G10} Fe ₉₀₀ SiC ₃₀	Pulpa real	0,015–0,101
SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1}	Al ₂ O ₃	0,024–0,077
SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1}	Pulpa real	0,249–0,347
SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP _{1/9}	Al ₂ O ₃	0,559–0,559
SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP _{1/9}	Pulpa real	0,965–0,965

La condición HP-50_{G10}Fe₉₀₀SiC₃₀ presentó los menores volúmenes de material removido, alcanzando valores entre 0,042 y 0,056 mm³ bajo Al₂O₃ y entre 0,015 y 0,101 mm³ bajo pulpa real (Figuras 3-43 y 3-44). En ambas condiciones, los perfiles longitudinales muestran variaciones de baja amplitud distribuidas a lo largo de toda la huella, mientras que los mapas tridimensionales evidencian una superficie relativamente homogénea, sin depresiones profundas ni cavidades de gran extensión.

a) HP50_{G10}Fe₃₀900- Al₂O₃

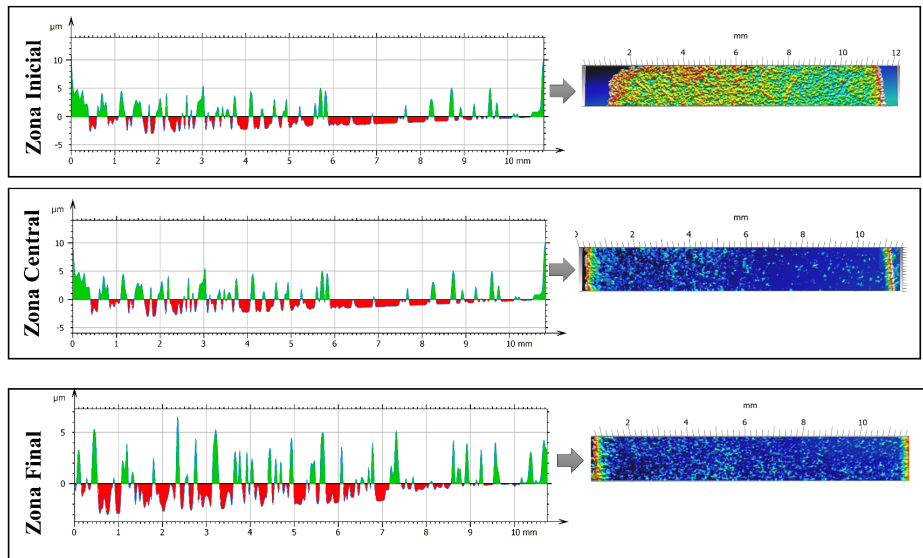


Fig. 3-43 . Mapas topográficos confocales ISO 25178 de HP-50_{G10}Fe900SiC₃₀ ensayado en Al₂O₃.

Aunque el empleo de pulpa real incrementa ligeramente la profundidad de algunos valles respecto al Al₂O₃, el daño continúa distribuyéndose sobre toda la superficie de contacto sin concentrarse en una región específica. Esta respuesta es consistente con la menor pérdida de masa, la menor tasa de desgaste volumétrica y los mecanismos de microarado y microcorte predominantes observados mediante SEM, indicando que la remoción de material ocurre de manera progresiva y controlada.

a) HP50_{G10}Fe₃₀900- Pulpa Real

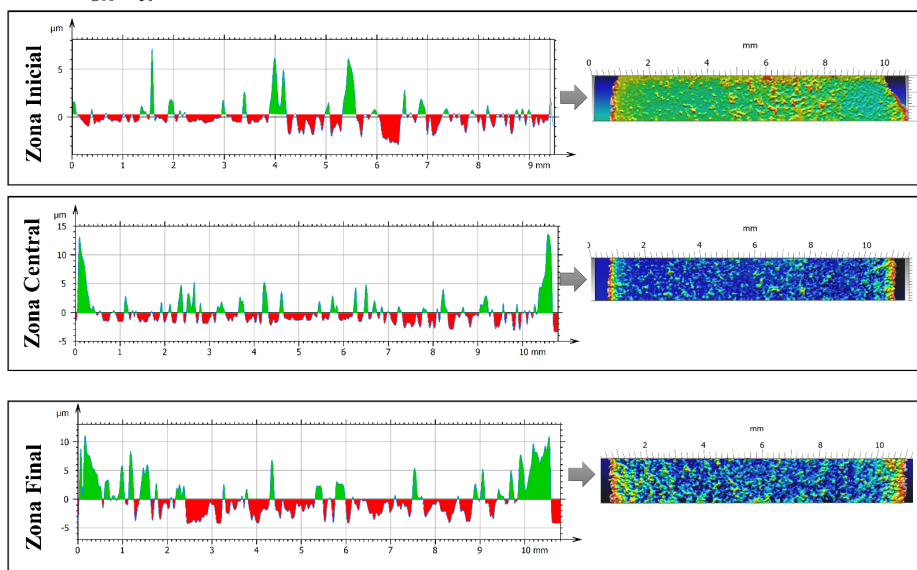


Fig. 3-44 . Mapas topográficos confocales ISO 25178 de HP-50_{G10}Fe900SiC₃₀ ensayado en Pulpa real

En la condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1}, el volumen de material removido aumentó hasta 0,024–0,077 mm³ bajo Al₂O₃ y 0,249–0,347 mm³ bajo pulpa real (Figuras 3-45 y 3-46). Bajo Al₂O₃, la topografía mantiene un desgaste distribuido, aunque con una mayor dispersión del perfil longitudinal y la aparición de depresiones localizadas respecto a la condición HP.

a) SPS-Fe₅900DCP₁ –Al₂O₃

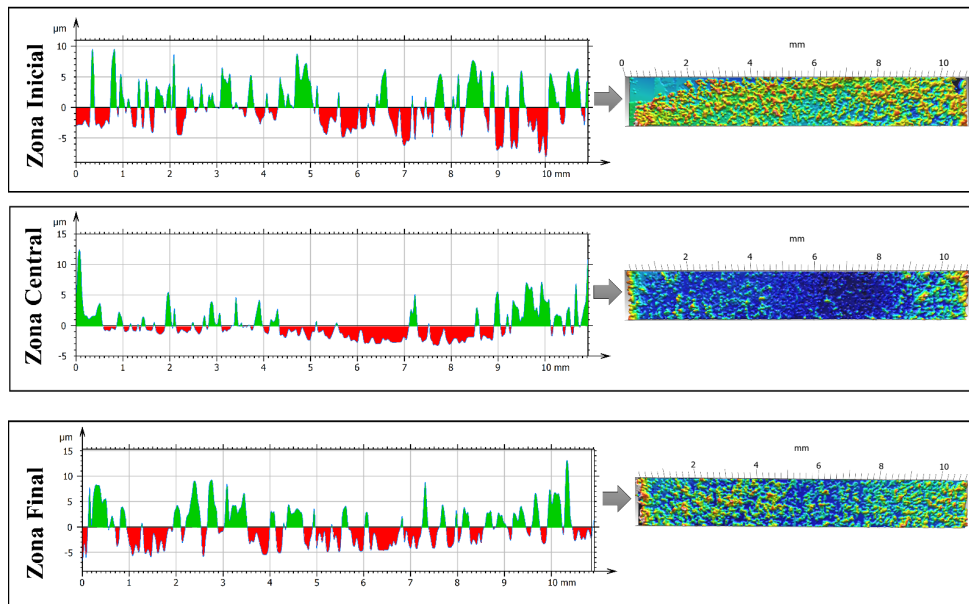


Fig. 3-45 . Mapas topográficos confocales ISO 25178 de SPS-Fe₅900DCP_{1/1} ensayado en Al₂O₃.

EL cambio más significativo se observa cuando el ensayo se realiza con pulpa real, donde la reconstrucción tridimensional revela una depresión continua y claramente definida en la región central de la huella, mientras que los bordes permanecen relativamente elevados. Esta morfología indica que la remoción de material deja de distribuirse uniformemente y comienza a concentrarse en la zona de mayor interacción abrasiva. Este comportamiento es consistente con la elevada frecuencia de pull-out, fractura de partículas de SiC y delaminación observadas mediante SEM, así como con el incremento de la pérdida de masa y de la tasa de desgaste volumétrica previamente discutidos.

a) SPS-Fe₅900DCP₁ –Pulpa Real

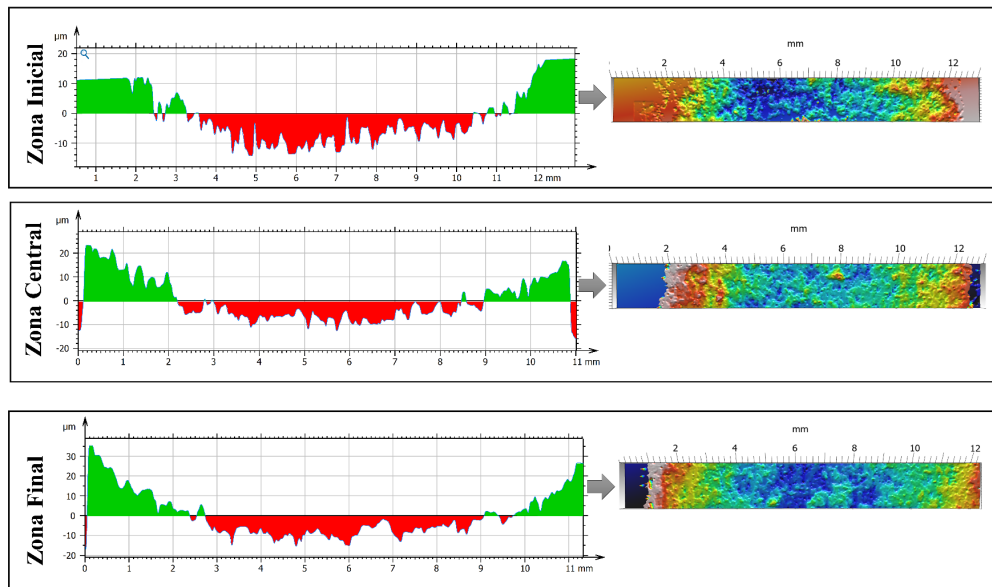


Fig. 3-46 . Mapas topográficos confocales ISO 25178 de SPS-Fe₅900DCP_{1/1} ensayado en pulpa real

La condición SPS-50_{G10}Fe900DCP_{1/9} presentó los mayores volúmenes de material removido de todo el estudio, alcanzando 0,559 mm³ bajo Al₂O₃ y 0,965 mm³ bajo pulpa real (Figura 3-47). En ambas condiciones, los perfiles longitudinales muestran una depresión central más pronunciada que en las demás muestras, siendo considerablemente más profunda cuando el abrasivo corresponde a pulpa real. Los mapas tridimensionales evidencian que la mayor parte de la zona de contacto está dominada por un valle continuo de gran extensión, indicando una remoción altamente localizada del material. Esta morfología es coherente con la elevada actividad de mecanismos de pull-out, fractura de partículas cerámicas y formación de cavidades identificados mediante SEM, lo que explica los mayores valores de pérdida de masa y tasa de desgaste volumétrica registrados para esta condición.

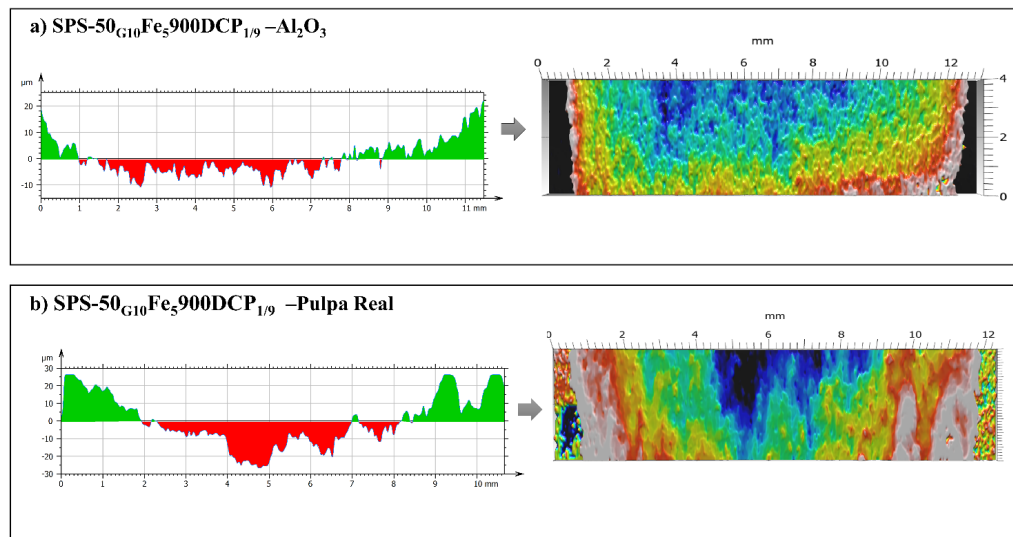


Fig. 3-47 a) Mapas topográficos confocales ISO 25178 de SPS-50_{G10}Fe₅900DCP_{1/9} ensayado en Al₂O₃. b) Mapas topográficos confocales ISO 25178 de SPS-50_{G10}Fe₅900DCP_{1/9} ensayado en pulpa real

3.7.6 Análisis de desgaste erosivo mediante ensayo de Slurry Post Test (SPT).

Los resultados obtenidos durante el ensayo de abrasión SPT evidencian diferencias significativas en la respuesta tribológica de los cermetos procesados mediante HP y SPS. La pérdida global de material demuestra que el comportamiento frente al desgaste no depende exclusivamente de la dureza aparente del material, sino principalmente de la estabilidad microestructural e interfacial desarrollada durante la sinterización (ver Anexo 28).

La condición HP-50_{G10}Fe presentó una pérdida de masa acumulada considerablemente mayor en términos absolutos respecto a SPS-Fe₅900DCP_{1/1}. Para la réplica HP_{R1}, la masa inicial promedio fue cercana a 23,876 g, mientras que la masa final después del ensayo fue aproximadamente 22,910 g, obteniéndose una pérdida de masa de 0,966 g. De forma similar, la réplica HP_{R2} presentó una pérdida de masa de 0,977 g después de 6 h de ensayo (Figura 3-48).

Por el contrario, las muestras SPS presentaron pérdidas de masa considerablemente menores. La condición SPSR1 registró una pérdida cercana a 0,012 g, mientras que SPSR2 presentó una pérdida aproximada de 0,011 g. Sin embargo, esta diferencia no puede interpretarse directamente como una mayor resistencia al desgaste

del material procesado por SPS, ya que ambas condiciones presentan diferencias importantes en sus dimensiones geométricas, masa inicial y densidad experimental.

Las muestras HP presentaron densidades experimentales comprendidas entre 8,67 y 8,69 g/cm³, mientras que las condiciones SPS mostraron valores considerablemente menores (5,29–5,74 g/cm³), lo que evidencia una mayor porosidad residual y una menor continuidad efectiva de la matriz metálica. Desde el punto de vista tribológico, los poros abiertos no solo actúan como concentradores locales de tensión, favoreciendo la nucleación y propagación de grietas bajo cargas abrasivas repetitivas, sino que también pueden comportarse como sumideros de partículas abrasivas y productos de desgaste. En materiales pulvimetalúrgicos se ha demostrado que los poros además interactúan directamente con las partículas abrasivas; los poros de menor tamaño tienden a llenarse progresivamente durante el ensayo, mientras que los poros de mayor tamaño permanecen abiertos durante mayor tiempo, favoreciendo el atrapamiento de partículas y modificando el comportamiento frente al desgaste[199]

Como consecuencia, parte del abrasivo suspendido en el slurry y de los productos de desgaste puede permanecer retenida en la red de poros al finalizar el ensayo. Esta retención incrementa la masa medida de la probeta después del desgaste, compensando parcialmente la masa de material efectivamente removida. En consecuencia, la pérdida de masa determinada gravimétricamente puede ser inferior a la pérdida real de material e incluso, en materiales con elevada porosidad abierta, pueden registrarse aparentes ganancias de masa. Por ello, la comparación basada exclusivamente en la pérdida de masa puede conducir a interpretaciones erróneas cuando se evalúan materiales con diferentes niveles de porosidad [199].

Por esta razón, la pérdida de masa no constituye por sí sola un indicador representativo de la severidad tribológica. En el presente trabajo, la pérdida de volumen equivalente (ΔV) se calculó mediante la tasa de desgaste (Δm) entre la densidad experimental del material (ρ). Esta conversión permite expresar la pérdida de material en términos volumétricos y corregir el efecto asociado a las diferencias de densidad entre ambas rutas de procesamiento. No obstante, este procedimiento no elimina completamente la posible subestimación de la pérdida de material derivada de la retención de partículas abrasivas en la porosidad, por lo que la interpretación del

comportamiento tribológico debe complementarse con el análisis topográfico y microestructural de las superficies desgastada.

La Figura 3-48 compara simultáneamente la pérdida de masa acumulada y la pérdida de volumen equivalente para ambas rutas de sinterización. Mientras que la comparación basada únicamente en la pérdida de masa puede sugerir una menor pérdida de material en las muestras SPS, el análisis debe interpretarse considerando conjuntamente la influencia de la densidad, la porosidad abierta y la posible retención de partículas abrasivas. En consecuencia, la caracterización topográfica de las superficies desgastadas resulta indispensable para identificar los mecanismos responsables de la remoción de material y establecer una comparación objetiva entre ambas condiciones.

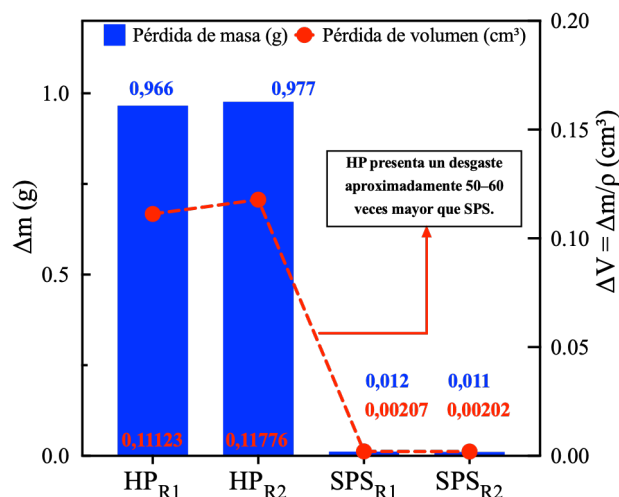


Fig. 3-48 Comparación de la pérdida de masa y la pérdida de volumen equivalente durante el ensayo SPT

La condición HP desarrolla una superficie relativamente estable frente a la acción repetitiva de las partículas abrasivas suspendidas en el slurry. La elevada continuidad de la matriz metálica y la mayor integridad de la interfaz Fe-SiC favorecen una redistribución más homogénea de las tensiones alrededor de las partículas cerámicas, limitando la nucleación de grietas y la remoción localizada de material. Como consecuencia, el desgaste ocurre predominantemente mediante mecanismos de micro-ploughing y deformación plástica superficial de la matriz de Fe, produciendo surcos poco profundos y una pérdida progresiva de material sin evidencia significativa de desprendimiento de partículas de SiC.

En contraste, la condición SPS presenta una mayor susceptibilidad a mecanismos de micro-cutting, decohesión interfacial y pull-out de partículas cerámicas. La menor densificación y la presencia de discontinuidades microestructurales favorecen la concentración local de tensiones, la propagación subsuperficial de grietas y la formación de cavidades originadas por el desprendimiento de partículas de SiC. Estas cavidades, además de favorecer el deterioro superficial, pueden retener partículas abrasivas durante el ensayo, contribuyendo a la subestimación de la pérdida de masa determinada gravimétricamente. En consecuencia, la evaluación de la respuesta tribológica debe sustentarse en la integración de los resultados gravimétricos con la caracterización topográfica y microestructural que serán descrita posteriormente

3.7.7 Imágenes SEM de los mecanismos de desgaste en el ensayo SPT.

Con el propósito de comprender los mecanismos responsables de la remoción de material durante el ensayo SPT, las superficies desgastadas fueron analizadas mediante microscopía electrónica de barrido SEM. Este análisis permite complementar la evaluación gravimétrica presentada en la sección anterior, identificando los procesos micromecánicos que controlan la evolución del desgaste y estableciendo su relación con la microestructura desarrollada durante cada ruta de sinterización.

Como se discutió en la Sección 3.7.6, la pérdida de masa por sí sola no constituye un indicador suficiente para comparar el comportamiento tribológico de materiales con diferencias significativas de densidad y porosidad. En particular, las muestras procesadas mediante SPS presentan una mayor porosidad abierta, lo que favorece el atrapamiento de partículas abrasivas y productos de desgaste en el interior de las cavidades superficiales. Este fenómeno puede compensar parcialmente la masa efectivamente removida durante el ensayo y conducir a una subestimación de la pérdida de material determinada gravimétricamente, aspecto ampliamente documentado para materiales pulvimetalúrgico sometidos a desgaste erosivo [199]. Por esta razón, el análisis morfológico de las superficies desgastadas resulta indispensable para interpretar correctamente los resultados tribológicos y diferenciar entre los distintos mecanismos de remoción de material desarrollados en cada condición de procesamiento.

Con el fin de facilitar la interpretación de las micrografías, las Figuras 3-49 y 3-50 incorporan flechas de diferentes colores que identifican las principales evidencias microestructurales observadas durante el desgaste. Las flechas amarillas indican regiones de microcorte (micro-cutting); las flechas azules, zonas de microarado (micro-ploughing); las flechas rojas, eventos de desprendimiento de partículas de SiC (pull-out); las flechas verdes, regiones de delaminación; las flechas naranjas, fractura frágil de partículas de SiC; las flechas moradas, zonas de deformación plástica o desgaste adhesivo; las flechas celestes, partículas abrasivas retenidas sobre la superficie; y las flechas blancas, porosidad expuesta. La identificación simultánea de estas características permite establecer la secuencia de los mecanismos de desgaste y relacionarla con la estabilidad microestructural e interfacial desarrollada durante la sinterización.

3.7.7.1 Muestra sinterizada mediante HP

La superficie desgastada correspondiente a la condición HP evidencia un comportamiento dominado principalmente por mecanismos de microploughing y deformación plástica superficial de la matriz Fe, como se observa en la Figura 3-49. La superficie presenta surcos abrasivos relativamente homogéneos y distribuidos superficialmente, sin presencia significativa de cavidades profundas o colapso localizado de material.

La interacción repetitiva de partículas abrasivas de Al_2O_3 produce deformación progresiva de la matriz metálica, generando desplazamiento lateral de material y formación de labios deformados alrededor de las trayectorias abrasivas. Este comportamiento es característico de mecanismos de microploughing en sistemas con adecuada continuidad metálica y buena estabilidad interfacial.

Asimismo, se observan regiones localizadas de desgaste adhesivo y deformación plástica alrededor de partículas abrasivas incrustadas en la superficie, indicando una elevada capacidad de absorción local de energía por parte de la matriz Fe. La continuidad efectiva de la fase metálica favorece la redistribución homogénea de tensiones durante la interacción abrasiva, limitando la propagación localizada del daño superficial.

Aunque se identifican eventos aislados de pull-out y fractura parcial de partículas de SiC, estos mecanismos ocurren de forma limitada y espacialmente localizada. La

baja densidad de cavidades observada sobre la superficie sugiere que la interfaz Fe/SiC desarrollada mediante Hot Pressing posee suficiente estabilidad mecánica para restringir la decohesión interfacial y reducir el desprendimiento masivo de partículas cerámicas.

De forma complementaria, algunas regiones presentan evidencias de microcutting moderado asociado al deslizamiento repetitivo de partículas abrasivas angulares sobre la superficie. Sin embargo, estos mecanismos no dominan el comportamiento tribológico global del material. En consecuencia, la respuesta superficial observada en HP corresponde a un régimen relativamente estable de desgaste erosivo, dominado por deformación superficial progresiva y remoción homogénea de material.

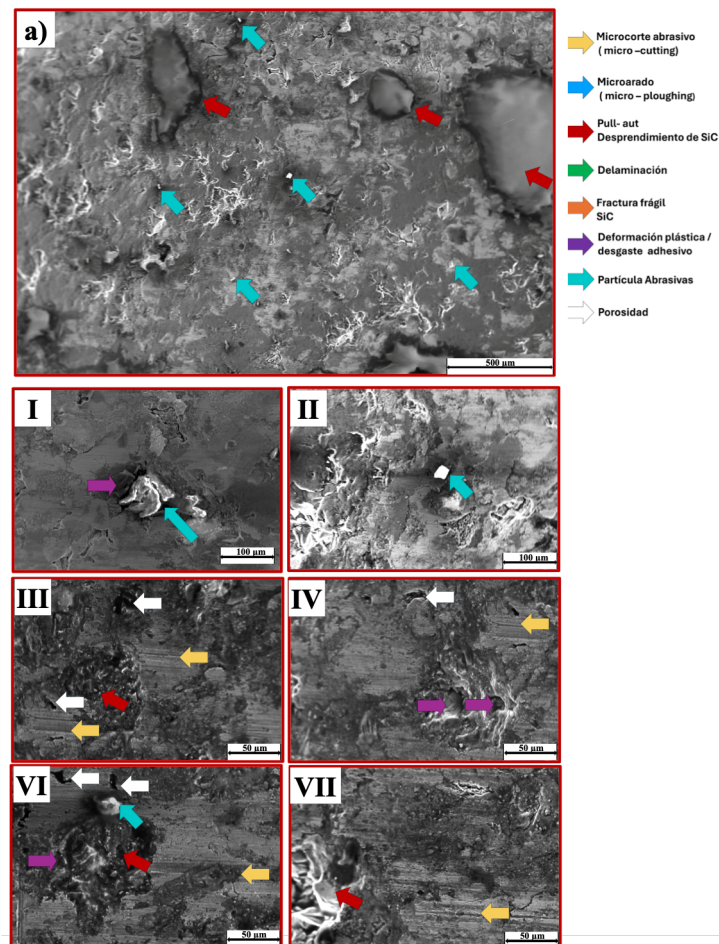


Fig. 3-49 Mecanismos de desgaste abrasivo observados mediante SEM en la condición HP después del ensayo de SPT con Al_2O_3 .

3.7.7.2 Muestra sinterizada mediante SPS

En contraste, la superficie correspondiente a SPS-Fe₅900DCP_{1/1} presenta un comportamiento tribológico considerablemente más severo y heterogéneo, como se

muestra en la Figura 3-50. La superficie evidencia una elevada densidad de cavidades localizadas, regiones extensas de fractura superficial y múltiples eventos de decohesión interfacial asociados al desprendimiento de partículas de SiC.

La interacción abrasiva promueve mecanismos dominados por microcutting severo, pull-out y propagación localizada de grietas alrededor de partículas cerámicas. A diferencia de la condición HP, donde el daño se distribuye relativamente homogéneamente, SPS desarrolla regiones altamente localizadas de colapso superficial asociadas a una menor estabilidad mecánica de la interfaz Fe/SiC.

Asimismo, se observan múltiples regiones de fractura frágil de partículas de SiC y delaminación superficial de la matriz metálica. La propagación subsuperficial de grietas favorece la pérdida progresiva de soporte mecánico alrededor de las partículas cerámicas, facilitando su posterior desprendimiento durante el contacto abrasivo repetitivo.

La presencia de cavidades profundas y zonas de remoción localizada de material indica una elevada concentración local de tensiones alrededor de discontinuidades microestructurales y regiones interfaciales inestables. Estas características sugieren un régimen de desgaste dominado por fractura localizada, decohesión interfacial y cavitación superficial.

Además, la menor continuidad efectiva de la matriz metálica y la mayor presencia de heterogeneidades microestructurales favorecen la nucleación de daño alrededor de partículas abrasivas incrustadas. Como consecuencia, el desgaste no ocurre mediante deformación superficial homogénea, sino principalmente mediante eventos localizados de fractura y remoción severa de material.

Como se observa en la Figura 3-50, particularmente en las ampliaciones IV y VI, varias cavidades asociadas a la porosidad abierta aparecen parcial o totalmente ocupadas por material de mayor contraste, morfología irregular y distribución compatible con partículas abrasivas retenidas durante el ensayo. Esta observación sugiere que parte del abrasivo quedó alojado en el interior de los poros una vez finalizado el ensayo, en lugar de ser completamente removido durante la limpieza de las probetas. En consecuencia, la masa final determinada gravimétricamente puede incluir una fracción correspondiente al material abrasivo retenido, produciendo una aparente disminución de la pérdida de masa medida. Este comportamiento es coherente

con la mayor porosidad abierta de la condición SPS y coincide con lo reportado para materiales pulvimetalúrgicos, donde los poros actúan como sumideros de partículas abrasivas, modificando la interpretación de los resultados gravimétricos de desgaste[199].

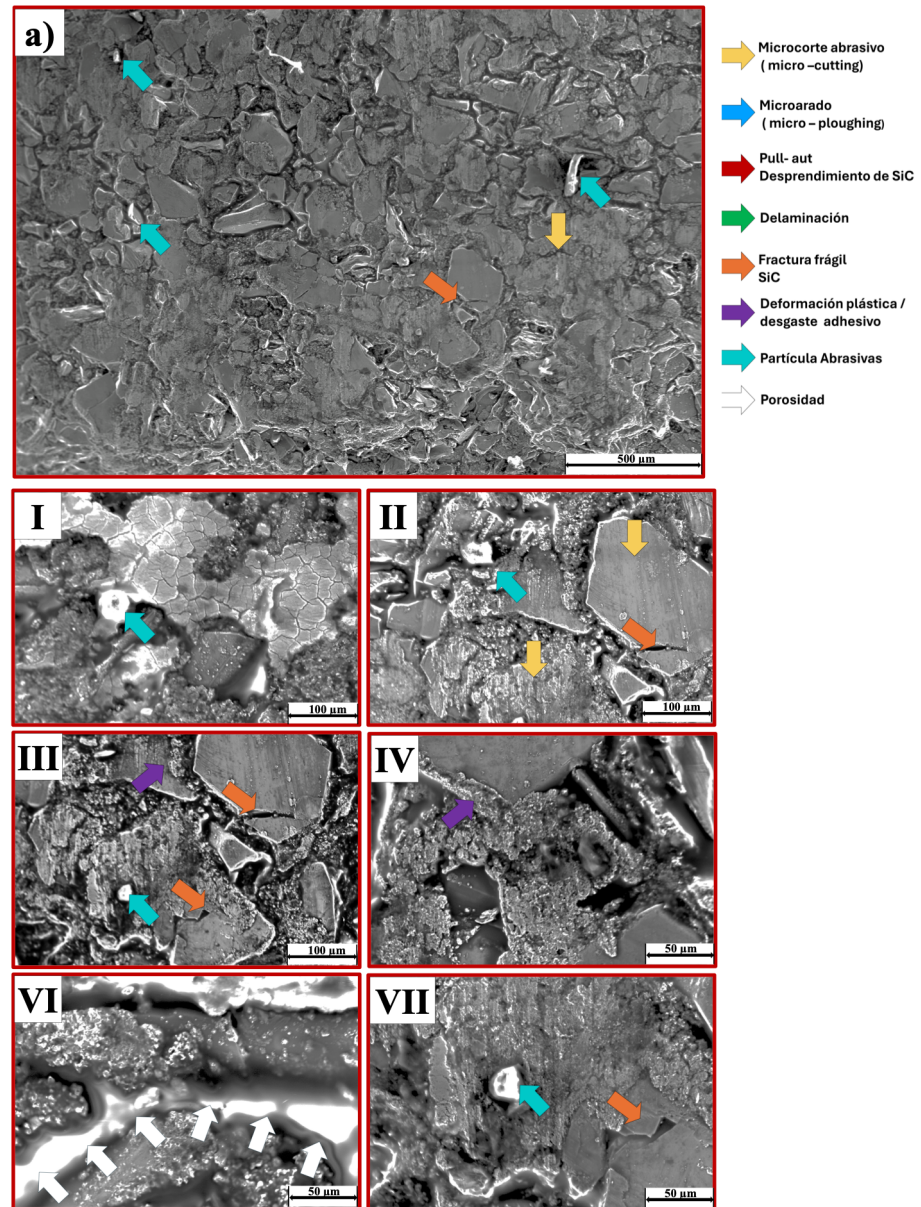


Fig. 3-50 Mecanismos de desgaste abrasivo observados mediante SEM en la condición SPS después del ensayo de SPT con Al_2O_3 .

3.7.8 Pérdida volumétrica mediante análisis confocal de las muestras sometidas a SPT

La pérdida volumétrica determinada mediante microscopía confocal para las superficies sometidas al ensayo de desgaste erisivo en suspensión rotacional se presenta en la Tabla 3-6. La condición HP-50_{G10}Fe900SiC₃₀ presentó un volumen de hueco de 0,045 mm³, mientras que la condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1} alcanzó 0,040 mm³, correspondiente a una diferencia de 0,005 mm³ (≈ 11 % respecto a HP).

Tabla 3-6 Parámetros topográficos ISO 25178 obtenidos mediante microscopía confocal para las superficies desgastadas de los cermets Fe-50 %p SiC

Condición	Volumen de hueco (mm ³)
HP-50 _{G10} Fe900SiC ₃₀	0,045
SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1}	0,040

Aunque ambas condiciones presentan volúmenes de hueco relativamente próximos, este parámetro por sí solo no describe la naturaleza del daño superficial. Para comprender cómo se distribuye el volumen removido, la Figura 3-51 muestra los perfiles topográficos y los mapas tridimensionales obtenidos mediante microscopía confocal para ambas condiciones.

En la condición HP, el perfil superficial presenta oscilaciones relativamente homogéneas distribuidas a lo largo de toda la huella de desgaste, mientras que el mapa tridimensional evidencia una remoción de material ampliamente distribuida, caracterizada por surcos abrasivos de profundidad moderada y deformación progresiva de la matriz metálica.

En contraste, la condición SPS presenta una topografía considerablemente más heterogénea. El perfil confocal revela depresiones abruptas concentradas en regiones específicas de la superficie y el mapa tridimensional muestra cavidades profundas asociadas a una remoción localizada de material. Estas observaciones indican que, aunque el volumen de hueco determinado fue ligeramente menor (0,040 mm³), la remoción de material ocurre mediante eventos localizados de mayor severidad.

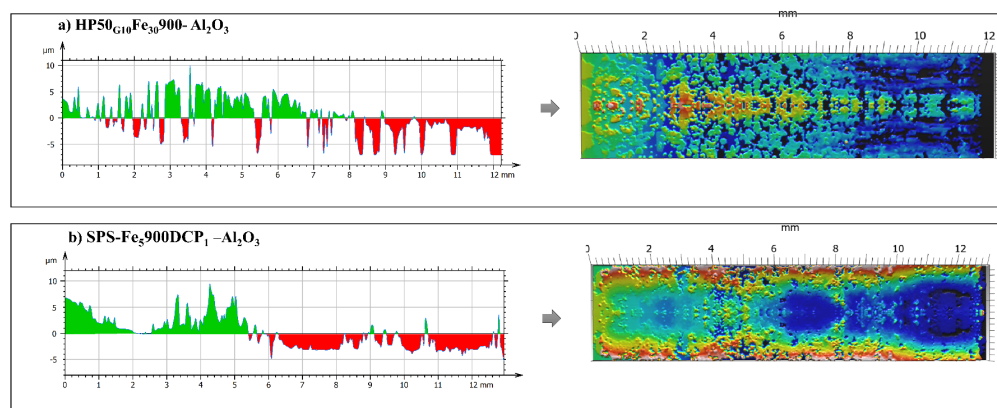


Fig. 3-51 Caracterización topográfica mediante microscopía confocal después del ensayo de desgaste abrasivo en suspensión rotacional: (a) HP - Al_2O_3 y (b) SPS- Al_2O_3 . Se muestran los perfiles topográficos y mapas tridimensionales de desgaste obtenidos para ambas condiciones.

La aparente discrepancia entre el volumen de hueco y la severidad del daño superficial puede explicarse por la distribución espacial de la remoción de material y por la retención de partículas abrasivas en la condición SPS. Como se observó previamente en las Figuras 3-50(IV) y 3-50(VI), parte de la porosidad abierta permanece ocupada por partículas compatibles morfológicamente con el abrasivo utilizado durante el ensayo. Desde el punto de vista tribológico, la condición HP desarrolla una remoción más homogénea y distribuida superficialmente, favorecida por la continuidad de la matriz metálica, la cual redistribuye las tensiones generadas por las partículas abrasivas y limita la concentración local del daño. En cambio, la condición SPS presenta una respuesta dominada por la formación de cavidades localizadas, fractura del material y desprendimiento de partículas de SiC, lo que genera una topografía significativamente más heterogénea pese a registrar un volumen de hueco ligeramente inferior.

3.7.9 Comparación del desempeño tribológico con materiales de referencia

Con el propósito de contextualizar el desempeño tribológico de los cermets Fe–50 %p/p SiC, la Figura 3-52 compara el número SAR (Slurry Abrasion Response) obtenido en esta investigación con valores reportados para diferentes materiales de referencia. Un menor valor de SAR representa una mayor resistencia al desgaste, por lo que este parámetro permite establecer un benchmarking del comportamiento de las condiciones HP y SPS seleccionadas.

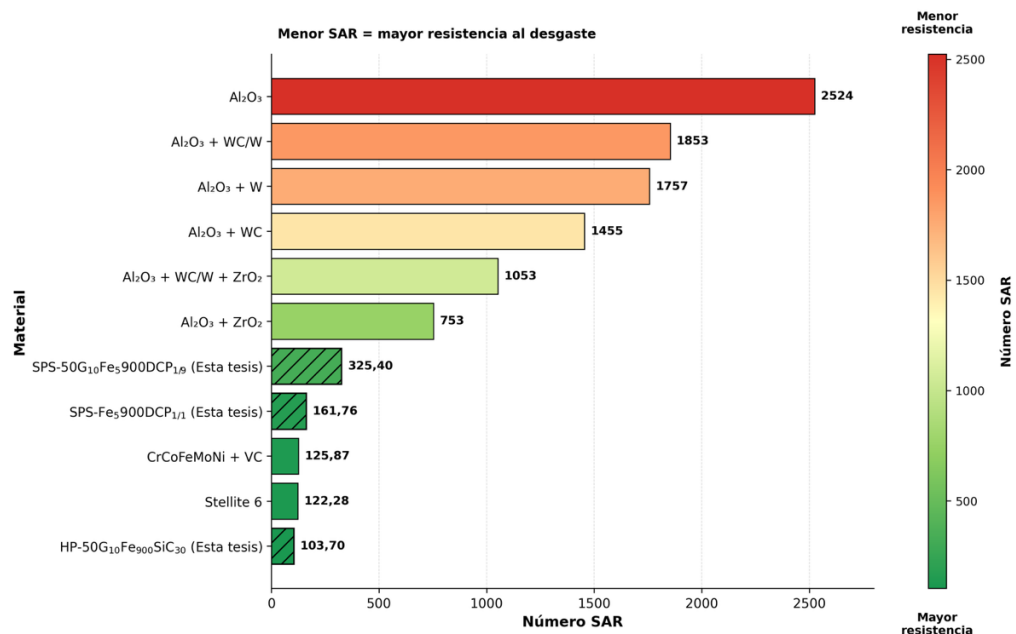


Fig. 3-52 Comparación del número SAR de los cermets Fe–50 %p/p SiC procesados mediante HP y SPS con diferentes materiales de referencia. . Adaptado de[200] .

La condición HP-50G₁₀Fe₉₀₀SiC₃₀ presentó el menor SAR de los cermets Fe–SiC evaluados (103,70), seguida por SPS-Fe₉₀₀DCP_{1,1} (161,76) y SPS-50G₁₀Fe₉₀₀DCP_{1,9} (325,40). Asimismo, el valor obtenido mediante HP fue inferior a los reportados para Stellite 6 (122,28) y CrCoFeMoNi + VC (125,87), situándolo dentro del intervalo de mayor resistencia al desgaste del benchmarking considerado. No obstante, esta comparación debe interpretarse con cautela, debido a que las características del abrasivo y las condiciones experimentales pueden modificar significativamente la respuesta tribológica y los mecanismos de desgaste [171]

3.8 Relación entre estabilidad interfacial y comportamiento tribológico mediante nanoindentación

La respuesta tribológica de los materiales compuestos reforzados con partículas cerámicas no depende únicamente de la dureza de cada una de las fases constituyentes, sino también de la forma en que las cargas mecánicas son transmitidas a través de la interfaz matriz–refuerzo durante el contacto abrasivo. En este tipo de materiales, la región interfacial constituye la principal responsable de la transferencia de carga entre la matriz metálica y las partículas cerámicas, controlando la distribución local de

tensiones, la compatibilidad de deformación entre ambas fases y la iniciación del daño bajo sollicitaciones mecánicas repetitivas. Diversos estudios han demostrado que interfaces caracterizadas por transiciones graduales de dureza y módulo elástico favorecen una redistribución más homogénea de las tensiones, mientras que cambios abruptos de rigidez generan concentraciones locales de esfuerzos que aceleran la nucleación de grietas, la decohesión interfacial y el desprendimiento del refuerzo cerámico [201,202]

En este contexto, la nanoindentación constituye una herramienta especialmente adecuada para evaluar la respuesta mecánica local de materiales heterogéneos, ya que permite determinar simultáneamente la dureza, el módulo elástico y las curvas carga–desplazamiento con resolución micrométrica. A diferencia de los ensayos convencionales de dureza, esta técnica permite caracterizar individualmente la matriz metálica, la interfaz Fe–SiC y las partículas cerámicas, proporcionando información sobre la continuidad mecánica desarrollada durante la sinterización y su influencia sobre la transferencia de carga entre ambas fases [37].

En la presente investigación, la estabilidad interfacial se analiza a partir de la continuidad espacial de las propiedades mecánicas entre la matriz Fe y el SiC. Debido a que esta característica no puede determinarse directamente mediante nanoindentación, su evaluación se realizó de manera indirecta a partir de los gradientes locales de dureza y módulo elástico, complementados con las curvas carga–desplazamiento y los mapas interpolados de propiedades mecánicas [203]. Estos resultados se analizaron conjuntamente con los mecanismos de desgaste identificados mediante SEM, microscopía confocal y los ensayos ASTM G75 y SPT, con el propósito de explorar posibles asociaciones entre la respuesta nanomecánica local y el comportamiento tribológico.

En la condición HP-50_{G10}Fe900SiC₃₀ se observa una transición mecánica relativamente gradual entre matriz, interfaz y partícula cerámica figura 3-53. Las regiones asociadas al SiC presentaron valores de dureza cercanos a 34–36 GPa y módulos elásticos del orden de 390–430 GPa, mientras que la interfaz Fe/SiC mostró valores intermedios de dureza entre 14–18 GPa y módulos entre 220–300 GPa. La matriz metálica presentó durezas cercanas a 28–32 GPa y módulos del orden de 340–390 GPa.

Las curvas carga–desplazamiento mostradas en la Figura 3-53 (b) evidencian una transición relativamente progresiva entre las distintas regiones analizadas. Asimismo, los mapas interpolados de módulo y dureza muestran gradientes mecánicos relativamente continuos entre matriz, interfaz y SiC.

Desde una perspectiva micromecánica, esta distribución gradual de propiedades sugiere una mayor compatibilidad mecánica local entre las regiones analizadas. En términos generales, una transición menos abrupta podría contribuir a disminuir discontinuidades mecánicas entre las fases y favorecer una transferencia de carga más progresiva. No obstante, los resultados de nanoindentación por sí solos no permiten determinar directamente la distribución de tensiones desarrollada durante el contacto abrasivo.

Desde el punto de vista tribológico, estos resultados aportan información complementaria para interpretar los mecanismos observados durante los ensayos de desgaste. Tanto en ASTM G75 como en el SPT, HP-50_{G10}Fe900SiC30 presentó mecanismos dominados principalmente por microploughing y deformación superficial progresiva de la matriz Fe. Las superficies SEM mostraron surcos relativamente homogéneos y limitada presencia de cavidades profundas, mientras que la caracterización confocal evidenció menores valores de Sv y Sz, asociados a una menor severidad topográfica del daño superficial.

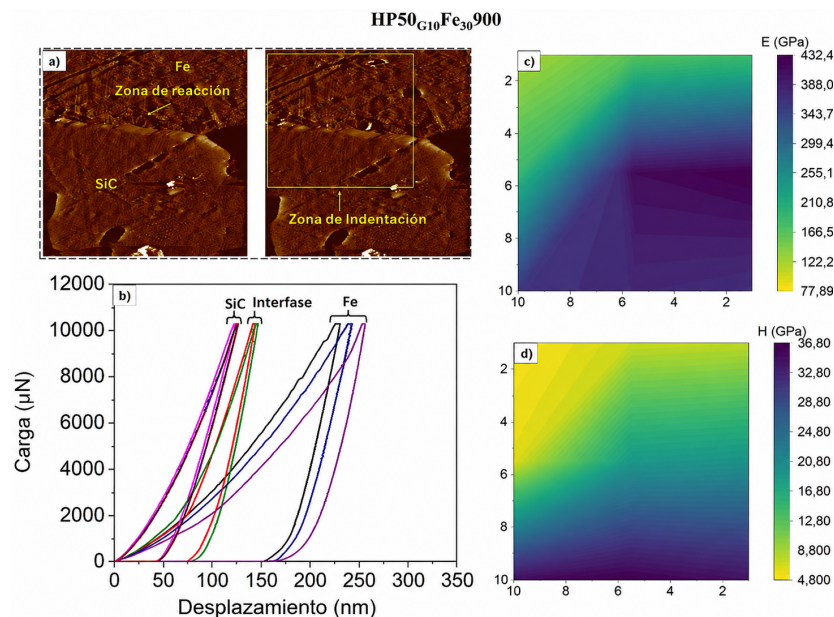


Fig. 3-53 Caracterización nanométrica de la interfaz Fe/SiC en HP-50_{G10}Fe900SiC30 mediante nanoindentación.

La estabilidad mecánica de la interfaz desarrollada mediante HP limita la nucleación de grietas subsuperficiales y restringe el pull-out de partículas de SiC. Como consecuencia, el desgaste ocurre principalmente mediante deformación plástica distribuida superficialmente y remoción relativamente homogénea de material. Esto coincide directamente con las menores tasas de desgaste volumétrico obtenidas durante ASTM G75, donde HP alcanzó aproximadamente 1,39 mm³/h bajo pulpa real y 0,74 mm³/h en Al₂O₃.

En contraste, SPS-Fe₅900DCP_{1/1} presentó una respuesta nanomecánica considerablemente más heterogénea. Las partículas de SiC alcanzaron durezas cercanas a 32–35 GPa, aunque acompañadas de módulos considerablemente menores, del orden de 150–180 GPa. La región interfacial presentó los menores valores de dureza y rigidez del sistema, con durezas entre 6–10 GPa y módulos elásticos entre 120–170 GPa. La matriz Fe presentó durezas cercanas a 24–30 GPa y módulos del orden de 180–240 GPa como se muestra en la figura 3-54

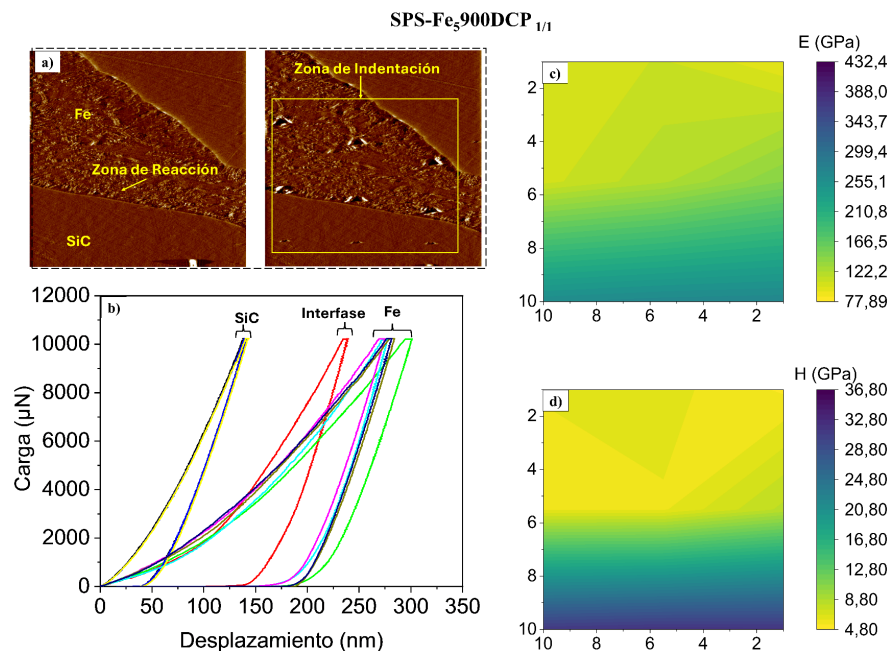


Fig. 3-54 Caracterización nanométrica de la interfaz Fe/SiC en SPS-Fe₅900DCP_{1/1} mediante nanoindentación.

Las curvas carga–desplazamiento mostradas en la Figura 3-54 (b) evidencian una mayor dispersión y una transición considerablemente más abrupta entre matriz, interfaz y partícula cerámica. Asimismo, los mapas interpolados muestran regiones

localizadas de elevada heterogeneidad mecánica y gradientes abruptos de rigidez alrededor de partículas de SiC.

Desde una perspectiva micromecánica, la baja rigidez desarrollada en la región interfacial de la condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1} indica una disminución de la capacidad de la interfaz para transferir y redistribuir los esfuerzos entre la matriz Fe y las partículas de SiC. De acuerdo con la definición de estabilidad interfacial adoptada en esta investigación, una reducción de la continuidad mecánica entre ambas fases incrementa las incompatibilidades locales de deformación durante el contacto abrasivo. Tang et al.[204] demostraron, mediante la combinación de nanoindentación y modelación numérica, que interfaces caracterizadas por cambios abruptos de módulo elástico desarrollan mayores concentraciones de tensiones, reduciendo la eficiencia de la transferencia de carga y favoreciendo la iniciación de grietas en materiales heterogéneos. De forma similar, Furukimi et al. [205] señalaron que gradientes pronunciados de dureza y módulo elástico constituyen indicadores de inestabilidad mecánica local y se correlacionan con una mayor susceptibilidad al desprendimiento del refuerzo y a la degradación por desgaste. En consecuencia, la marcada disminución de dureza y rigidez observada en la interfaz Fe–SiC de la condición SPS-Fe₅900DCP_{1/1} sugiere que esta región constituye el punto más vulnerable del sistema durante el contacto abrasivo, favoreciendo la nucleación de grietas y la pérdida progresiva de cohesión interfacial bajo sollicitaciones repetitivas.

Tribológicamente, esta condición presentó mecanismos dominados por microcutting severo, cavitación superficial, fractura localizada y decohesión interfacial. Las observaciones SEM mostraron cavidades profundas, regiones extensas de pull-out y propagación localizada de grietas alrededor de partículas cerámicas. De manera consistente, la caracterización confocal reveló incrementos significativos de Sv, Sz y curtosis topográfica, indicando una distribución espacial altamente localizada del daño superficial.

La baja estabilidad mecánica de la interfaz Fe/SiC en SPS-Fe₅900DCP_{1/1} favorece la pérdida progresiva de soporte alrededor de partículas cerámicas durante el impacto repetitivo de partículas abrasivas. Como consecuencia, el daño no evoluciona mediante deformación superficial homogénea, sino principalmente mediante eventos

localizados de fractura y remoción severa de material. Este comportamiento explica directamente las elevadas tasas de desgaste observadas durante el ensayo ASTM G75..

La condición SPS-50_{G10}Fe₅900DCP_{1/9} presentó un comportamiento intermedio entre HP y SPS-Fe₅900DCP_{1/1}. Las regiones correspondientes al SiC alcanzaron durezas cercanas a 33–35 GPa, mientras que la interfaz Fe/SiC presentó valores intermedios de dureza y módulo elástico respecto a las otras dos condiciones. La matriz metálica mostró propiedades relativamente más homogéneas que SPS-Fe₅900DCP_{1/1}, aunque aún inferiores a las observadas en HP figura 3-55.

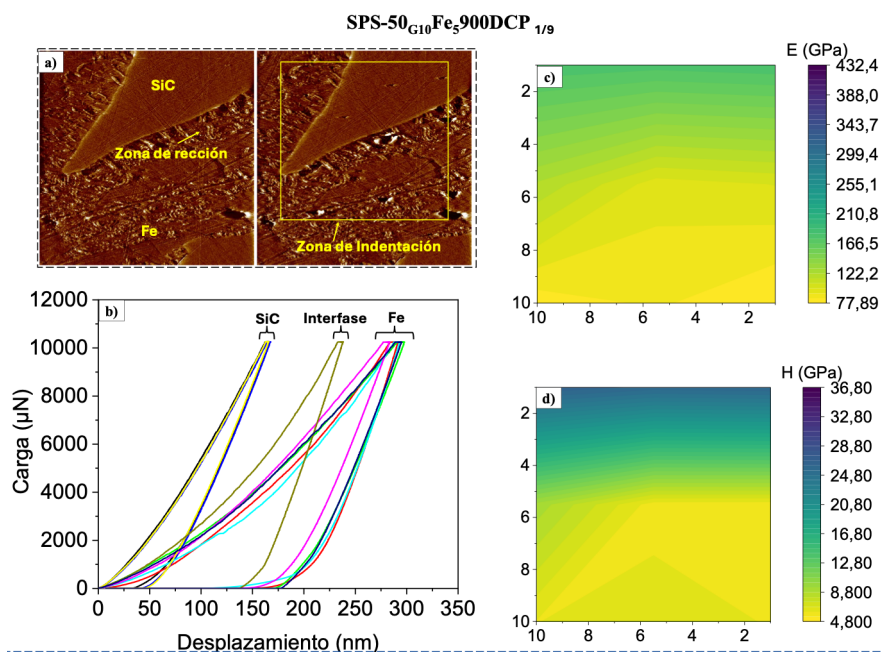


Fig. 3-55 Caracterización nanométrica de la interfaz Fe/SiC en SPS-50_{G10}Fe₅900DCP_{1/9} mediante nanoindentación.

Las curvas carga–desplazamiento evidencian una transición menos abrupta que SPS-Fe₅900DCP_{1/1}, aunque todavía más heterogénea que HP. Asimismo, los mapas interpolados muestran gradientes mecánicos parcialmente suavizados alrededor de las partículas de SiC, sugiriendo una mejora parcial en la continuidad mecánica de la matriz metálica.

Desde una perspectiva tribológica, este comportamiento explica la respuesta intermedia observada durante ASTM G75. La distribución bimodal del Fe favorece una mejor redistribución local de tensiones y reduce parcialmente la severidad del daño respecto al SPS monomodal. Sin embargo, las heterogeneidades mecánicas locales continúan promoviendo nucleación de cavidades y remoción localizada de material bajo abrasión severa.

Las observaciones SEM mostraron una reducción parcial en la densidad de cavidades y regiones de pull-out respecto a SPS-Fe₅900DCP_{1/1}, aunque todavía se observaron mecanismos de microcutting y fractura localizada alrededor de partículas cerámicas. De manera consistente, la caracterización confocal mostró valores intermedios de Sv y Sz respecto a las otras condiciones evaluadas.

La integración de los resultados obtenidos mediante ASTM G75, SPT, SEM, microscopía confocal y nanoindentación demuestra que la resistencia al desgaste de los cermets Fe-50 %p SiC no está controlada exclusivamente por la dureza absoluta de las fases constituyentes, sino principalmente por la estabilidad mecánica de la región interfacial y por la capacidad de la matriz metálica para redistribuir tensiones durante el contacto abrasivo.

En consecuencia, materiales que desarrollan interfaces mecánicamente más graduales y continuas presentan mecanismos de desgaste relativamente homogéneos y menor severidad topográfica, mientras que sistemas con interfaces heterogéneas y menor rigidez interfacial favorecen la nucleación de cavidades, fractura localizada y remoción severa de material bajo condiciones de abrasión prolongada.

Capítulo 4 Conclusiones

Esta investigación abordó la consolidación de cermets Fe–50 % p/p SiC mediante dos rutas de sinterización asistidas por presión, Hot Pressing (HP) y Spark Plasma Sintering (SPS), con el objetivo de establecer la relación entre los parámetros de procesamiento, la evolución microestructural, las propiedades mecánicas y el comportamiento tribológico del material. Para cada técnica se evaluó cómo influyen la distribución granulométrica del hierro, la temperatura y el modo de aplicación de presión y corriente sobre la densificación, la estabilidad de la interfaz Fe–SiC y la resistencia al desgaste abrasivo y erosivo. En este sentido, se concluye que:

Los resultados obtenidos confirman parcialmente la hipótesis planteada en esta investigación: se logró superar el 90 % de densificación y una mayor fractoténacidad mediante SPS respecto a HP a temperaturas inferiores a 1000 °C, tal como se esperaba, pero, contrario a lo previsto, la resistencia al desgaste resultó superior en HP, lo que revela que la estabilidad interfacial, y no la densificación, constituye el factor controlante del desempeño tribológico.

Este hallazgo se explica mejor al revisar el comportamiento de cada ruta de procesamiento por separado. En HP, la consolidación del material depende en mayor medida de cómo se organiza el empaquetamiento inicial de las partículas de hierro que de la severidad de la presión o la temperatura aplicadas. La incorporación de una distribución bimodal favorece la continuidad de la matriz metálica y reduce la porosidad residual, lo que permite alcanzar, dentro del dominio experimental evaluado, una densidad de 84,12 %, una dureza de 3,35 GPa y una tenacidad a la fractura de 5,49 MPa·√m sin necesidad de recurrir a condiciones de proceso extremas.

Un comportamiento distinto se observa en SPS, donde la acción simultánea de presión uniaxial y corriente pulsada activa mecanismos de consolidación más eficientes que en HP, permitiendo superar a esta última técnica en densificación y en tenacidad a la fractura, con 90,39 % de densidad relativa y 7,02 MPa·√m mediante SPS-Fe₅900_{1/1}. Sin embargo, ese beneficio depende de mantener la temperatura dentro de un intervalo de procesamiento adecuado. Cuando la temperatura supera los 900 °C, la disociación del SiC se intensifica, promoviendo la formación de siliciuros de hierro

y carbono libre, lo que modifica la capacidad de transferencia de carga entre la matriz y el refuerzo y revierte parcialmente las mejoras alcanzadas en la consolidación.

No obstante, esta ventaja de SPS en la densificación se diluye al observar el desempeño real de ambos materiales frente al desgaste. Fue HP, y no SPS, el que presentó mayor resistencia al desgaste abrasivo, gracias a una interfaz Fe–SiC más estable que favoreció la retención de las partículas cerámicas y redujo la decohesión y la propagación de grietas durante la abrasión. Lo que evidencia que la densificación y la dureza no son magnitudes suficientes para predecir el comportamiento tribológico de estos materiales, y que es la estabilidad química y mecánica de la interfaz la que rige dicho comportamiento.

Los resultados obtenidos permiten establecer que el diseño de cermets Fe–SiC de alto desempeño debe orientarse prioritariamente al control de la estabilidad de la interfaz metal–cerámica, más que a la maximización de la densificación o la dureza, ya que es esta la que determina el desempeño mecánico y tribológico alcanzado.

Para futuras investigaciones, se propone profundizar en el análisis de la distribución superficial de la porosidad, considerando no solo su fracción volumétrica, sino también su morfología, tamaño, conectividad y orientación, ya que los resultados de esta investigación sugieren que la geometría de los poros podría influir en los mecanismos de desgaste con independencia de la densificación global. Asimismo, se sugiere profundizar en el estudio de la estabilidad interfacial Fe–SiC mediante el diseño de nuevas composiciones y elementos de aleación que controlen la disociación del SiC, apoyado en técnicas de alta resolución como TEM/STEM-EDS o EBSD y en modelos termodinámicos y cinéticos de tipo CALPHAD que permitan predecir la evolución de fases durante la sinterización.

Resulta pertinente, además, extender la caracterización tribológica a la condición SPS-Fe₅1100_{1/1} (FAST/SPS bajo Ar a 1100 °C), no abordada en este estudio por quedar fuera del intervalo de procesamiento hasta 900 °C establecido en sus objetivos. Por último, resulta necesario evaluar la viabilidad del escalamiento industrial de la ruta FAST/SPS hacia componentes de mayor tamaño y geometría compleja, verificando la reproducibilidad de la densificación, la uniformidad microestructural y el comportamiento tribológico bajo condiciones representativas de servicio, con el fin de facilitar una eventual transferencia tecnológica de los cermets desarrollados.

Bibliografia

- [1] K. Holmberg, A. Erdemir, Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions, *Friction* 5 (2017) 263–284. <https://doi.org/10.1007/s40544-017-0183-5>.
- [2] C.H. Imhoff, D.R. Brown, G.J. Hane, R.A. Hutchinson, R. Erickson, T. Merriman, T. Gruber, S. Barber, Review of tribological sinks in six major industries, (1985). <https://doi.org/https://doi.org/10.2172/5164679>.
- [3] D. Myszka, A.N. Wieczorek, E. Skołek, T. Borowski, K. Kotwica, M. Kalita, R. Kruk, P.M. Nuckowski, Abrasive Wear Resistance of Ultrafine Ausferritic Ductile Iron Intended for the Manufacture of Gears for Mining Machinery, *Materials* 16 (2023) 4311. <https://doi.org/10.3390/ma16124311>.
- [4] A. Rani, T.P. Singh, J. Singh, V. Patel, M. Kumar Choudhary, Abrasive wear behavior of EN42 steel used in agricultural discs in field conditions, *Eng. Fail. Anal.* 142 (2022) 106789. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2022.106789>.
- [5] P.S. Mann, N.K. Brar, Tribological aspects of agricultural equipments: a review, *Int Res J Eng Technol* 2 (2015) 1704–1708.
- [6] D. Barbosa Teles, G. da Silva Gehlen, G. Lasch, L. Yesukai de Barros, Y. Muniz Dias, P.D. Neis, N.F. Ferreira, A.J. de Souza, Tribological investigation of contact pairs applied in metallic gate valve seals for onshore application, *Wear* 523 (2023) 204750. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2023.204750>.
- [7] T. Ahmed, Y. Mahmood, N. Yodo, Y. Huang, Weather-Related Combined Effect on Failure Propagation and Maintenance Procedures towards Sustainable Gas Pipeline Infrastructure, *Sustainability* 16 (2024) 5789. <https://doi.org/10.3390/su16135789>.
- [8] W. Xu, R. Liu, P.C. Patnaik, M.X. Yao, X.J. Wu, Mechanical and tribological properties of newly developed Triballoy alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 452 (2007) 427–436. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.10.088>.
- [9] A.S. Malvajerdi, Wear and coating of tillage tools: A review, *Heliyon* 9 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16669>.
- [10] D. Raghu, J.B. Wu, Recent developments in wear and corrosion resistant alloys for oil industry, *Corros.* 1997 (1997) 1–20. <https://doi.org/https://doi.org/10.5006/C1997-97016>.
- [11] S.O. Ilyin, S.N. Gorbacheva, A.Y. Yadykova, Rheology and tribology of nanocellulose-based biodegradable greases: Wear and friction protection mechanisms of cellulose microfibrils, *Tribol. Int.* 178 (2023) 108080. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2022.108080>.
- [12] B. Wang, D. Dou, N. Shen, An intelligent belt wear fault diagnosis method based on deep learning, *Int. J. Coal Prep. Util.* 43 (2023) 708–725.
- [13] P. Uniyal, P. Gaur, J. Yadav, T. Khan, O.S. Ahmed, A Review on the Effect of Metal Oxide Nanoparticles on Tribological Properties of Biolubricants, *ACS Omega* 9 (2024) 12436–12456. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c08279>.
- [14] C. Sanjurjo, E. Rodríguez, J.L. Viesca, A.H. Battez, Influence of Molecular Structure on the Physicochemical and Tribological Properties of Biolubricants: A Review, *Lubricants* 11 (2023) 380. <https://doi.org/10.3390/lubricants11090380>.

- [15] J.F. Kayode, S.A. Afolalu, M.E. Emetere, S.I. Monye, S.L. Lawal, Application and impact of tribology in energy-an overview, *E3S Web Conf.* 391 (2023) 01081. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202339101081>.
- [16] V.V. Hovorukha, A.V. Hovorukha, IMPROVEMENT OF THE SERVICE LIFE OF MINING AND INDUSTRIAL EQUIPMENT BY USING FRICTION MODIFIERS, *Natsionalnyi Hirnychiy Universytet Nauk. Visnyk* (2023) 74–81. <https://doi.org/10.33271/nvngu/2023-4/074>.
- [17] R.A. Al-Samarai, Y. Al-Douri, *Friction and Wear in Metals*, Springer Nature, Singapore, 2024. <https://doi.org/10.1007/978-981-97-1168-0>.
- [18] J. Kübarsepp, K. Juhani, M. Tarraste, Abrasion and Erosion Resistance of Cermets: A Review, *Materials* 15 (2022) 69. <https://doi.org/10.3390/ma15010069>.
- [19] K. Holmberg, P. Kivikytö-Reponen, P. Härkisaari, K. Valtonen, A. Erdemir, Global energy consumption due to friction and wear in the mining industry, *Tribol. Int.* 115 (2017) 116–139. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2017.05.010>.
- [20] K. Holmberg, A. Erdemir, The impact of tribology on energy use and CO2 emission globally and in combustion engine and electric cars, *Tribol. Int.* 135 (2019) 389–396. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2019.03.024>.
- [21] C. Hidalgo, Industria de la construcción en Chile: ¿Por qué es el “termómetro” de la economía?, *CPI* (2018). <https://www.infraestructurapublica.cl/industria-de-la-construccion-en-chile-por-que-es-el-termometro-de-la-economia/> (accessed March 24, 2024).
- [22] Á.V.D. ejecutivo alterno del C.N. de Pilotaje, CNP, por la P.U.C. de Chile, El valor proporcionado por la minería a la sociedad, *Min. Chil.* (2019). <https://www.mch.cl/columnas/el-valor-proporcionado-por-la-mineria-a-la-sociedad/> (accessed April 6, 2023).
- [23] U.C. de Chile, La minería debe reconciliarse con la Sociedad, *Univ. Cent. Chile* (n.d.). <https://www.ucentral.cl/noticias/la-serena/la-mineria-debe-reconciliarse-con-la-sociedad> (accessed March 24, 2024).
- [24] J. Kübarsepp, K. Juhani, M. Tarraste, Abrasion and Erosion Resistance of Cermets: A Review, *Materials* 15 (2022) 69. <https://doi.org/10.3390/ma15010069>.
- [25] A. Aramian, N. Razavi, Z. Sadeghian, F. Berto, A review of additive manufacturing of cermets, *Addit. Manuf.* 33 (2020) 101130. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101130>.
- [26] S. Buchholz, Z.N. Farhat, G.J. Kipouros, K.P. Plucknett, The reciprocating wear behaviour of TiC–Ni3Al cermets, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 33 (2012) 44–52. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2012.02.008>.
- [27] Política Nacional Minera 2050, *Política Nac. Minera 2050* (n.d.). <http://www.politicanacionalminera.cl/> (accessed October 7, 2025).
- [28] A. Rajabi, M.J. Ghazali, A.R. Daud, Chemical composition, microstructure and sintering temperature modifications on mechanical properties of TiC-based cermet – A review, *Mater. Des.* 67 (2015) 95–106. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.081>.
- [29] P. Alvarado, D. Mari, E. Gordo, High temperature transformations in a steel-TiCN cermet, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 41 (2013) 115–120. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2013.02.012>.

- [30] J.M. Marshall, M. Giraudel, The role of tungsten in the Co binder: Effects on WC grain size and hcp–fcc Co in the binder phase, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 49 (2015) 57–66. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2014.09.028>.
- [31] J. Kübarsepp, K. Juhani, Cermets with Fe-alloy binder: A review, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 92 (2020) 105290. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105290>.
- [32] Critical raw materials - European Commission, (n.d.). https://single-market-economy.ec.europa.eu/sectors/raw-materials/areas-specific-interest/critical-raw-materials_en (accessed October 7, 2024).
- [33] Integrated Laboratory Systems, NTP REPORT ON CARCINOGENS BACKGROUND.DOCUMENT for NICKEL COMPOUNDS, (1999). https://ntp.niehs.nih.gov/sites/default/files/ntp/newhomeroc/other_background/nickelcompds1_oneapp_508.pdf (accessed October 7, 2024).
- [34] R.M. Lunn, S.S. Mehta, G.D. Jahnke, A. Wang, M.S. Wolfe, B.R. Berridge, Cancer Hazard Evaluations for Contemporary Needs: Highlights From New National Toxicology Program Evaluations and Methodological Advancements, *J. Natl. Cancer Inst.* 114 (2022) 1441–1448. <https://doi.org/10.1093/jnci/djac164>.
- [35] N. Araya, G.O. Neves, A.I. Ramos Filho, C. Aguilar, J.D. Biasoli de Mello, C. Binder, A.N. Klein, G. Hammes, Study of silicon carbide dissociation into Fe and Fe C matrixes produced by die pressing and sintering, *Mater. Chem. Phys.* 253 (2020) 123442. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123442>.
- [36] G.O. Neves, D.B. Salvaro, T. Bendo, D.R. Consoni, J.D.B. de Mello, C. Binder, A.N. Klein, Carbon structures and tribological properties of Fe-C-SiC self-lubricating metal matrix composites prepared with α/β -SiC polytypes, *Lubricants* 10 (2022) 112. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/lubricants10060112>.
- [37] Y. Oropesa, S. Saucedo, S. Lascano, M. Maril, R. Chávez-Vásquez, N. Fuentes, J. Contreras-Cerón, N. Araya, Microstructural features and mechanical response of Fe–SiC cermets processed by SPS: Influence of current mode, particle size distribution and sintering time, *Ceram. Int.* (2026). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2026.01.244>.
- [38] T. Bajor, M. Górska, M. Perek-Nowak, K. Ostafińska, The effect of sintering temperature on the microstructure and selected properties of composites on Fe with the addition of SiC produced by spark plasma sintering, *Chem. Process Eng. New Front.* 2025 Vol 46 No 4 E109 (2025). <https://doi.org/https://doi.org/10.24425/cpe.2025.155547>.
- [39] M. Wu, H. Huang, Y. Wu, X. Wu, Mechanism of solid-state diffusion reaction in vacuum between metal (Fe, Ni, and Co) and 4H–SiC, *Ceram. Int.* 50 (2024) 17930–17939. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.02.282>.
- [40] A. Elgazzar, S.-J. Zhou, J.-H. Ouyang, Z.-J. Peng, J.-T. Yao, Z.-G. Liu, Y.-J. Wang, Y.-M. Wang, Effect of Si₃N₄ Additive on Microstructure and Mechanical Properties of Ti(C,N)-Based Cermet Cutting Tools, *Materials* 17 (2024) 2586. <https://doi.org/10.3390/ma17112586>.
- [41] X. Cheng, Z. Jin, M. Liu, X. Li, Optimizing the nickel content in weathering steels to enhance their corrosion resistance in acidic atmospheres, *Corros. Sci.* 115 (2017) 135–142. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2016.11.016>.

- [42] Q. Gao, D. Sun, X. Jiang, H. Sun, Y. Zhang, Y. Fang, R. Shu, Microstructure, interfacial characteristics, and wear performances of Cu–Fe–SiC cermet composites, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 20 (2023) 2401–2411. <https://doi.org/10.1111/ijac.14351>.
- [43] A.B. Kheradmand, M. Tayebi, Z. Lalegani, Design of Fe–SiC–Cu–G Composite Alloy and Optimization of Graphite Contribution for High Sliding Speed Applications, *Trans. Indian Inst. Met.* 75 (2022) 2311–2322. <https://doi.org/10.1007/s12666-022-02562-0>.
- [44] S.L. Campanelli, N. Contuzzi, P. Posa, A. Angelastro, Printability and Microstructure of Selective Laser Melting of WC/Co/Cr Powder, *Materials* 12 (2019) 2397. <https://doi.org/10.3390/ma12152397>.
- [45] G.O. Neves, E. Pio, P. Martin, C. Aguilar, C. Binder, A.N. Klein, Semi-empirical computational thermodynamic calculations used to predict carbide dissociation in Fe matrix, *Mater. Chem. Phys.* 240 (2020) 122313. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.122313>.
- [46] S. Karmann, R. Helbig, R.A. Stein, Piezoelectric properties and elastic constants of 4H and 6H SiC at temperatures 4–320 K, *J. Appl. Phys.* 66 (1989) 3922–3924. <https://doi.org/10.1063/1.344477>.
- [47] M. Akhlaghi, E. Salahi, S.A. Tayebifard, G. Schmidt, Role of SPS temperature and holding time on the properties of Ti₃AlC₂-doped TiAl composites, *Synth. Sinter.* 2 (2022) 138–145. <https://doi.org/10.53063/synsint.2022.2383>.
- [48] F. Ghafari, M. Ahmadian, R. Emadi, M. Zakeri, Effects of SPS parameters on the densification and mechanical properties of TiB₂–SiC composite, *Ceram. Int.* 45 (2019) 10550–10557. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.02.119>.
- [49] W.R. Matizamhuka, Spark plasma sintering (SPS) - an advanced sintering technique for structural nanocomposite materials, *J. South. Afr. Inst. Min. Metall.* 116 (2016). <https://doi.org/10.17159/2411-9717/2016/v116n12a12>.
- [50] R. Mundra, T.P. Mishra, M. Bram, O. Guillon, D. Yadav, Sintering behavior of 8YSZ–Ni cermet: Comparison between conventional, FST/SPS, and flash sintering, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 20 (2023) 2271–2280. <https://doi.org/10.1111/ijac.14368>.
- [51] D. Sun, X. Jiang, H. Sun, Y. Fang, T. Song, Effect of SiCP content on the microstructure and mechanical properties of Fe-based cermets, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 118 (2022) 2539–2557. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-08101-3>.
- [52] S.A. Jose, M. John, P.L. Menezes, Cermet Systems: Synthesis, Properties, and Applications, *Ceramics* 5 (2022) 210–236. <https://doi.org/10.3390/ceramics5020018>.
- [53] L. Heydari, P.F. Lieter, F.A. Corpas-Iglesias, O.H. Laguna, Ti(C,N) and WC-Based Cermets: A Review of Synthesis, Properties and Applications in Additive Manufacturing, *Materials* 14 (2021) 6786. <https://doi.org/10.3390/ma14226786>.
- [54] L. Wang, J. Bai, Y. Wang, Z. Men, A Review of Research Progress on Ti(C,N)-Based Cermet Binder by Intermetallic Compounds and High-Entropy Alloys, *Materials* 17 (2024) 675. <https://doi.org/10.3390/ma17030675>.

- [55] K. Plucknett, Cermets and Hardmetals, *Metals* 8 (2018) 963. <https://doi.org/10.3390/met8110963>.
- [56] M. Liu, Z. Sun, P. Liu, W. Hai, Y. Chen, Microstructure and Properties of Ti(C,N)-Based Cermets with Al_xCoCrFeNiTi Binder, *Materials* 16 (2023) 2894. <https://doi.org/10.3390/ma16072894>.
- [57] A. Mehta, H. Vasudev, S. Singh, C. Prakash, K.K. Saxena, E. Linul, D. Buddhi, J. Xu, Processing and advancements in the development of thermal barrier coatings: a review, *Coatings* 12 (2022) 1318.
- [58] Y.F. Ivanov, Y.K. Akhmadeev, O.V. Krysin, N.N. Koval, V.V. Shugurov, E.A. Petrikova, N.A. Prokopenko, O.S. Tolkachev, Structure and Properties of Cermet Coatings Produced by Vacuum-Arc Evaporation of a High-Entropy Alloy, *Coatings* 13 (2023) 1381.
- [59] A.A. Pauzi, M.J. Ghazali, W.F.H. W. Zamri, A. Rajabi, Wear Characteristics of Superalloy and Hardface Coatings in Gas Turbine Applications—A Review, *Metals* 10 (2020) 1171. <https://doi.org/10.3390/met10091171>.
- [60] J. Liu, J. Wang, C. Xu, H. Jiang, C. Li, L. Zhang, J. Lin, Z.X. Shen, Advanced Energy Storage Devices: Basic Principles, Analytical Methods, and Rational Materials Design, *Adv. Sci.* 5 (2018) 1700322. <https://doi.org/10.1002/advs.201700322>.
- [61] B. Katharina, High temperature deformation mechanisms of cemented carbides and cermets, (2004). <https://doi.org/DOI:10.5075/epfl-tesis-3095>.
- [62] J. García, V.C. Ciprés, A. Blomqvist, B. Kaplan, Cemented carbide microstructures: a review, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 80 (2019) 40–68.
- [63] Z.Z. Fang, M.C. Koopman, H. Wang, 1.04 - Cemented Tungsten Carbide Hardmetal—An Introduction, in: V.K. Sarin (Ed.), *Compr. Hard Mater.*, Elsevier, Oxford, 2014: pp. 123–137. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096527-7.00004-0>.
- [64] A. Rajabi, M.J. Ghazali, A.R. Daud, Chemical composition, microstructure and sintering temperature modifications on mechanical properties of TiC-based cermet – A review, *Mater. Des.* 67 (2015) 95–106. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.081>.
- [65] J. García, V. Collado Ciprés, A. Blomqvist, B. Kaplan, Cemented carbide microstructures: a review, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 80 (2019) 40–68. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.12.004>.
- [66] R.A. Al-Samarai, Y. Al-Douri, Surface Engineering for Tribology, in: R.A. Al-Samarai, Y. Al-Douri (Eds.), *Frict. Wear Met.*, Springer Nature, Singapore, 2024: pp. 261–289. https://doi.org/10.1007/978-981-97-1168-0_9.
- [67] A. Home, A tungsten-tipped answer to the West's critical metals dilemma, *Reuters* (2025). <https://www.reuters.com/markets/commodities/tungsten-tipped-answer-wests-critical-metals-dilemma-andy-home-2025-02-19/> (accessed July 17, 2026).
- [68] P. Alvaredo, C. Abajo, S.A. Tsipas, E. Gordo, Influence of heat treatment on the high temperature oxidation mechanisms of an Fe–TiCN cermet, *J. Alloys Compd.* 591 (2014) 72–79. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.12.009>.
- [69] H. Yu, Z.-A. Luo, Y.-Y. Feng, Y.-H. Wang, G.-M. Xie, R.D.K. Misra, On the Microstructure and Wear Behavior of Fe-Based/B₄C Composite Coating

- Processed by Vacuum Cladding, *Steel Res. Int.* 93 (2022) 2100400. <https://doi.org/10.1002/srin.202100400>.
- [70] H. Klaasen, J. Kübarsepp, Abrasive wear performance of carbide composites, *Wear* 261 (2006) 520–526. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2005.12.004>.
- [71] H.S. Maurya, R.J. Vikram, R. Kumar, R. Rahmani, K. Juhani, F. Sergejev, K.G. Prashanth, EBSD investigation of microstructure and microtexture evolution on additively manufactured TiC-Fe based cermets—Influence of multiple laser scanning, *Micron* 180 (2024) 103613. <https://doi.org/10.1016/j.micron.2024.103613>.
- [72] H.S. Maurya, K. Juhani, M. Viljus, F. Sergejev, J. Kübarsepp, Microstructural evolution and mechanical properties of Ti(C,N)–FeCrMo-based green cermets, *Ceram. Int.* 50 (2024) 8695–8705. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.12.186>.
- [73] J. Navarrete-Cuadrado, T. Soria-Biurrun, L. Lozada-Cabezas, N. Isasti, F. Ibarreta-López, R. Martínez-Pampliega, J.M. Sánchez-Moreno, Effect of carbon content and cooling rate on the microstructure and hardness of TiC-Fe-Cr-Mo cermets, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 119 (2024) 106552. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2023.106552>.
- [74] K. Aigner, W. Lengauer, P. Ettmayer, Interactions in iron-based cermet systems, *J. Alloys Compd.* 262–263 (1997) 486–491. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(97\)00360-5](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(97)00360-5).
- [75] S. Woloj, Estudio, desarrollo y fabricación de recubrimientos de carburo de silicio SiC, como protección de sistemas y componentes de uso en reactores nucleares, (2017). <https://nuclea.cnea.gob.ar/handle/20.500.12553/1809> (accessed May 2, 2024).
- [76] ▷ Carburo de Silicio [Propiedades] características y Usos, (n.d.). <https://geologiaweb.com/materiales/carburo-de-silicio/> (accessed May 10, 2023).
- [77] M. Fides, A. Kovalčíková, P. Hvizdoš, R. Bystrický, R. Džunda, J. Balko, J. Sedláček, Mechanical and tribological properties of electrically conductive SiC based cermets, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 65 (2017) 76–82. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2016.12.017>.
- [78] M. Balog, J. Kováč, A. Šatka, D. Haško, J. Zhang, M.A. Crimp, O. Vávra, I. Vávra, SiC-based cermet with electrically conductive grain boundaries, *Mater. Charact.* 61 (2010) 420–426. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.01.010>.
- [79] P. Sahani, Fabrication of SiC-B₄C–Si and SiC-B₄C–Al Cermets by Powder Metallurgy Route, PhD, 2017. <http://ethesis.nitrkl.ac.in/8631/> (accessed May 3, 2024).
- [80] D. Zhambakin, M. Aibilev, A. Zhilkashinova, A. Ichshanova, L. Łatka, Silicon Carbide Ceramics for Armor Applications: A Review of Sintering Methods and Additive Systems, *Molecules* 31 (2026) 1185. <https://doi.org/10.3390/molecules31071185>.
- [81] J. Sun, J. Zhao, Z. Huang, K. Yan, X. Shen, J. Xing, Y. Gao, Y. Jian, H. Yang, B. Li, A Review on Binderless Tungsten Carbide: Development and Application, *Nano-Micro Lett.* 12 (2019) 13. <https://doi.org/10.1007/s40820-019-0346-1>.

- [82] E.B.P. Journal, L.M. Soltys, I.F. Mironyuk, I.M. Mykytyn, I.D. Hnylytsia, L.V. Turovska, Synthesis and Properties of Silicon Carbide (Review), *Phys. Chem. Solid State* 24 (2023) 5–16. <https://doi.org/10.15330/pcss.24.1.5-16>.
- [83] A.A. Mahaidin, T.R. Jaafar, M.A. Selamat, S. Budin, Z.S. Sulaiman, M.H.A. Hamid, Effect of fabrication process on physical and mechanical properties of tungsten carbide-cobalt composite: A review, in: *AIP Conf. Proc.*, AIP Publishing LLC, 2017: p. 040006. <https://doi.org/https://doi.org/10.1063/1.5010495>.
- [84] Y.-S. Kwon, H.-T. Kim, D.-W. Choi, J.-S. Kim, MECHANICAL PROPERTIES OF BINDERLESS WC PRODUCED BY SPS PROCESS, in: *Nov. Mater. Process. Adv. Electromagn. Energy Sources*, Elsevier Science Ltd, Oxford, 2005: pp. 275–279. <https://doi.org/10.1016/B978-008044504-5/50056-8>.
- [85] D.E. Crawmer, Plasma Spray Coatings, in: K.H.J. Buschow, R.W. Cahn, M.C. Flemings, B. Ilchner, E.J. Kramer, S. Mahajan, P. Veyssière (Eds.), *Encycl. Mater. Sci. Technol.*, Elsevier, Oxford, 2001: pp. 7035–7040. <https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/01248-1>.
- [86] K. Cai, J. Sun, Z. Cao, B. Li, B. Liu, C. Fan, Microstructure and mechanical properties of medium entropy cemented carbides, *J. Mater. Res. Technol.* 35 (2025) 3774–3783. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025.02.094>.
- [87] S.F. Ferdous, Fracture toughness evaluation across length scales in metallic materials and alloys: Methods, measurements, and insights, *Adv. Mech. Eng.* 18 (2026) 16878132261432872. <https://doi.org/https://doi.org/10.1177/1687813226143287>.
- [88] E.M. Alemu, J. Petrů, M.N. Bashir, A. Aljabri, J.S. Lee, I.A. Badruddin, B.A. Chuddher, M.A. Fazal, S. Ghazali, A. Alkotami, G.M.S. Ahmed, Experimental investigation on mechanical properties of iron metal matrix reinforced with MAX phase V2AlC-GO, *Sci. Rep.* 16 (2026) 3944. <https://doi.org/10.1038/s41598-025-33860-4>.
- [89] Cobalt Price Today, ScarceEarth (n.d.). <https://scarceearth.io/minerals/cobalt> (accessed September 2, 2026).
- [90] Third-Quarter 2026 Tungsten Carbide Price per Kilogram - LSC, (n.d.). https://www.langsuncarbide.com/news/third-quarter-2026-price-of-tungsten-carbide-per-kilogram-analysis-of-actual-procurement-costs-for-industrial-buyers/?utm_source=perplexity (accessed September 2, 2026).
- [91] ScarceEarth - Critical Minerals Intelligence, ScarceEarth (n.d.). <https://scarceearth.io> (accessed September 2, 2026).
- [92] A. Dong, S. Shen, J. Wang, X. Liu, B. Han, S. Wu, X. Zheng, Y. Sun, S. Liu, A. Dong, S. Shen, J. Wang, X. Liu, B. Han, S. Wu, X. Zheng, Y. Sun, S. Liu, Advances in synthesis strategies and multifunctional applications of silicon carbide materials, *AIMS Mater. Sci.* 12 (2025) 1069–1091. <https://doi.org/10.3934/matersci.2025050>.
- [93] R. Raj, A. Kumar, S. Saha, G. Singh, Tungsten carbide-cobalt based hardmetals via additive manufacturing: Insights into processing–structure–property relationships, *Ceram. Int.* 52 (2026) 4097–4121. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2025.12.284>.

- [94] S. Kurbanbekov, Y. Kozhakhmetov, M. Skakov, B. Seitov, M. Aidarova, Y. Tabiyeva, Properties, Advantages, and Prospects of Using Cobalt-Free Composites Based on Tungsten Carbide in Industry, *Materials* 18 (2025) 129. <https://doi.org/10.3390/ma18010129>.
- [95] Q. Gao, D. Sun, X. Jiang, H. Sun, Y. Zhang, Y. Fang, R. Shu, Microstructure, interfacial characteristics, and wear performances of Cu–Fe–SiC cermet composites, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 20 (2023) 2401–2411. <https://doi.org/10.1111/ijac.14351>.
- [96] A.B. Kheradmand, M. Tayebi, Z. Lalegani, Design of Fe–SiC–Cu–G Composite Alloy and Optimization of Graphite Contribution for High Sliding Speed Applications, *Trans. Indian Inst. Met.* 75 (2022) 2311–2322. <https://doi.org/10.1007/s12666-022-02562-0>.
- [97] S.A.A. Alem, M.H. Sabzvand, P. Govahi, P. Poormehrabi, M. Hasanzadeh Azar, S. Salehi Siouki, R. Rashidi, S. Angizi, S. Bagherifard, Advancing the next generation of high-performance metal matrix composites through metal particle reinforcement, *Adv. Compos. Hybrid Mater.* 8 (2024) 3. <https://doi.org/10.1007/s42114-024-01057-4>.
- [98] Z.Z. Fang, J.D. Paramore, P. Sun, K.S.R. Chandran, Y. Zhang, Y. Xia, F. Cao, M. Koopman, M. Free, Powder metallurgy of titanium – past, present, and future, *Int. Mater. Rev.* 63 (2018) 407–459. <https://doi.org/10.1080/09506608.2017.1366003>.
- [99] Y. Wei, H.-L. Yang, L.-Z. Tao, K.-X. Gui, L.-M. Luo, Research progress and development of strengthening-toughening methods for molybdenum alloys prepared by powder metallurgy, *J. Alloys Compd.* 1010 (2025) 177099. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.177099>.
- [100] G. Manohar, A. Dey, K.M. Pandey, S.R. Maity, Fabrication of metal matrix composites by powder metallurgy: A review, *AIP Conf. Proc.* 1952 (2018) 020041. <https://doi.org/10.1063/1.5032003>.
- [101] O.O. Edosa, F.K. Tekweme, K. Gupta, A review on the influence of process parameters on powder metallurgy parts, *Eng. Appl. Sci. Res.* 49 (2022) 433–443. <https://doi.org/https://ph01.tci-thaijo.org/index.php/easr/article/view/246617>.
- [102] T. Miko, D. Petho, G. Gergely, D. Markatos, Z. Gacsi, A Novel Process to Produce Ti Parts from Powder Metallurgy with Advanced Properties for Aeronautical Applications, *Aerospace* 10 (2023) 332. <https://doi.org/10.3390/aerospace10040332>.
- [103] Z. Seikh, M. Sekh, G. Mandal, B. Sengupta, A. Sinha, Metal matrix composites processed through powder metallurgy: a brief overview, *J. Inst. Eng. India Ser. D* 106 (2025) 771–778.
- [104] A. Al Njjar, K. Mazloun, A. Sata, Optimization of Powder Metallurgy Parameters for Improving the Major Properties of AA7075/SiC Composites for Aerospace Applications, *J. Mater. Eng. Perform.* 34 (2025) 11626–11639. <https://doi.org/10.1007/s11665-024-09998-z>.
- [105] S.C. Tung, Powertrain Tribology Development Trends and Impact of Surface Engineering on Friction and Wear Control, in: *Surf. Eng. - Found. Concepts Tech. Appl.*, IntechOpen, 2025. <https://doi.org/10.5772/intechopen.1007649>.

- [106] J. LI, F. YANG, F. GUO, X. LI, B. CAO, A. CHEN, Application Study of Tesla Valve Micro-Textures for Lubrication and Friction Reduction on YG8N Cemented Carbide Surfaces, *Tribol. Trans.* 0 (n.d.) 1–18. <https://doi.org/10.1080/10402004.2025.2567748>.
- [107] R.P. Koehring, The Present and Future of Powder Metallurgy in the Automotive Industry, in: Warrendale, Pennsylvania, United States, 1963: p. 630046. <https://doi.org/10.4271/630046>.
- [108] D.W. Hall, S. Mocarski, Powder Metal Parts for Automotive Applications, *SAE Trans.* 94 (1985) 449–468.
- [109] P. Ramakrishnan, 17 - Automotive applications of powder metallurgy, in: I. Chang, Y. Zhao (Eds.), *Adv. Powder Metall.*, Woodhead Publishing, 2013: pp. 493–519. <https://doi.org/10.1533/9780857098900.4.493>.
- [110] M.M. Dewidar, H.-C. Yoon, J.K. Lim, Mechanical properties of metals for biomedical applications using powder metallurgy process: A review, *Met. Mater. Int.* 12 (2006) 193–206. <https://doi.org/10.1007/BF03027531>.
- [111] L. Bolzoni, E.M. Ruiz-Navas, E. Gordo, Feasibility study of the production of biomedical Ti–6Al–4V alloy by powder metallurgy, *Mater. Sci. Eng. C* 49 (2015) 400–407. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.01.043>.
- [112] M. Bram, T. Ebel, M. Wolff, A.P. Cysne Barbosa, N. Tuncer, 18 - Applications of powder metallurgy in biomaterials, in: I. Chang, Y. Zhao (Eds.), *Adv. Powder Metall.*, Woodhead Publishing, 2013: pp. 520–554. <https://doi.org/10.1533/9780857098900.4.520>.
- [113] J. Gummadi, S. Alanka, A review on titanium and titanium alloys with other metals for biomedical applications prepared by powder metallurgy techniques, *Mater. Today Proc.* (2023). <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.04.387>.
- [114] V. Savich, PM Applications: Powder Metallurgy Technology in Production of Medical Implants. Why?, *Eur. Congr. Exhib. Powder Metall. Eur. PM Conf. Proc.* 1 (2005) 537–542.
- [115] L. Ladani, M. Palmieri, Review of the Use of Metals in Biomedical Applications: Biocompatibility, Additive Manufacturing Technologies, and Standards and Regulations, *Metals* 14 (2024) 1039. <https://doi.org/10.3390/met14091039>.
- [116] A.M. Abraham, S. Venkatesan, A critical review on biomaterials using powder metallurgy method, *Eng. Res. Express* 6 (2024) 012508. <https://doi.org/10.1088/2631-8695/ad35a6>.
- [117] Superalloys for Nuclear Plants, (n.d.). <https://mrforum.com/product/9781644903698-9/> (accessed October 3, 2025).
- [118] Sangeeta Sharma, R.K. Singh, R.K. Rai, A Critical Review on Recent Progress in Refractory High Entropy Alloys: Mechanistic and Microstructural Aspects, *Phys. Met. Metallogr.* 126 (2025) 668–694. <https://doi.org/10.1134/S0031918X25600514>.
- [119] M.J. Pavel, B.A. Duwa, S. Fudger, T.L. Luckenbaugh, B.C. Hornbuckle, M.L. Weaver, High temperature capabilities of nanophase separation sintering refractory alloys, *J. Alloys Compd.* 1037 (2025) 182248. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.182248>.
- [120] S. Panda, R.V. Vignesh, M. Govindaraju, B. Arivazhagan, Processing Routes, Functional Properties, and Potential Applications of High Entropy Alloys: A

- Review, *J. Bio- Tribo-Corros.* 11 (2025) 120. <https://doi.org/10.1007/s40735-025-01039-z>.
- [121] E. Kalay, İ. Özkul, Applications of additive manufacturing technologies in the production of boron-based ceramics, *J. Boron* 10 (2025) 95–110. <https://doi.org/10.30728/boron.1639273>.
- [122] R. Singh, M.A. Auger, D. Kumar, U. Prakash, A critical review of consolidation processes for ODS steels: Development as clad tube materials in Gen-IV nuclear reactors, *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.* 0 (n.d.) 1–34. <https://doi.org/10.1080/10408436.2025.2529380>.
- [123] P.K. Prajapati, C.O. Bapanapalle, P. Biswas, K.K. Sadhu, R.R. Sahoo, N. Mandal, Cutting performance, failure mechanisms and tribological properties of MWCNT-reinforced ZTA-MgO ceramic inserts in high-speed machining of hardened AISI-4340 steel, *Diam. Relat. Mater.* 153 (2025) 112094. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2025.112094>.
- [124] K. Kang, S. Su, B. Yu, Z. Sun, S. Hu, Z. Wang, C. Zhao, L. Wu, G. Luo, R. Wei, The review and prospect of tool coating technology, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 137 (2025) 3107–3139. <https://doi.org/10.1007/s00170-025-15344-x>.
- [125] A. Choudhari, A. Kumar, H. Liang, T. Borkar, Binder jetting additive manufacturing of AISI M2 tool steel: Investigating the influence of sintering parameters on wear behavior, *Wear* 576–577 (2025) 206094. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2025.206094>.
- [126] S.K. Sharma, S. Gajević, L.K. Sharma, D.G. Mohan, Y. Sharma, M. Radojković, B. Stojanović, Significance of the Powder Metallurgy Approach and Its Processing Parameters on the Mechanical Behavior of Magnesium-Based Materials, *Nanomaterials* 15 (2025) 92. <https://doi.org/10.3390/nano15020092>.
- [127] N. Sobahi, O.A. El-Kady, F. Nouh, E. Banoqitah, R. Ghoname, E.B. Moustafa, A. Elsheikh, Impacto del nano-Y2O3 en las características físicas, microestructurales y mecánicas del compuesto de Cu fabricado mediante pulvimetalurgia, *J. Alloys Compd.* 1010 (2025) 177042. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.177042>.
- [128] K.-C. Chang, C.-F. Miu, F.-Y. Hung, Enhanced microstructure, mechanical properties, and thermal stability of powder metallurgy Al-Ni-Cu-Fe alloy through thermomechanical processing and recrystallization, *Mater. Today Adv.* 26 (2025) 100581. <https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2025.100581>.
- [129] J. He, G. Zhao, T. Liu, C. Xu, Overview of Advanced Sintering Technologies for High-entropy Ceramics, *J. Ceram.* 45 (2024) 32–45. <https://doi.org/10.13957/j.cnki.txzb.2024.01.003>.
- [130] C. Hu, F. Li, D. Qu, Q. Wang, R. Xie, H. Zhang, S. Peng, Y. Bao, Y. Zhou, 8 - Developments in hot pressing (HP) and hot isostatic pressing (HIP) of ceramic matrix composites, in: I.M. Low (Ed.), *Adv. Ceram. Matrix Compos.*, Woodhead Publishing, 2014: pp. 164–189. <https://doi.org/10.1533/9780857098825.1.164>.
- [131] P. Asadi, M. Akbari, P. Aydiner, A. Moghanian, V. Salarvand, S. Safaee, Spark Plasma Sintering: A solid-state sustainable recycling technique, *Int. J. Lightweight Mater. Manuf.* (2025). <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2025.12.002>.

- [132] M. Tokita, Progress of Spark Plasma Sintering (SPS) Method, Systems, Ceramics Applications and Industrialization, *Ceramics* 4 (2021) 160–198. <https://doi.org/10.3390/ceramics4020014>.
- [133] Z.A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, M. Ohyanagi, The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method, *J. Mater. Sci.* 41 (2006) 763–777. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-6555-2>.
- [134] D.M. Hulbert, A. Anders, D.V. Dudina, J. Andersson, D. Jiang, C. Unuvar, U. Anselmi-Tamburini, E.J. Lavernia, A.K. Mukherjee, The absence of plasma in “spark plasma sintering,” *J. Appl. Phys.* 104 (2008) 033305. <https://doi.org/10.1063/1.2963701>.
- [135] S. Digole, S. Karki, M. Mugale, A. Choudhari, R.K. Gupta, T. Borkar, Spark Plasma Sintering of Pure Titanium: Microstructure and Mechanical Characteristics, *Materials* 17 (2024). <https://doi.org/10.3390/ma17143469>.
- [136] K. Wang, X. Yang, W. Zhao, Z. Gu, S. Luo, J. Zhang, Densification, microstructure, mechanical, and thermionic properties of spark plasma sintered LaB₆–HfB₂ composite, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 21 (2024) 3936–3949. <https://doi.org/https://doi.org/10.1111/ijac.14862>.
- [137] C. Manière, J. Diatta, C. Couder, C. Harnois, S. Marinel, Spark plasma sintering grain growth assessment by densification kinetics analysis, *Scr. Mater.* 228 (2023) 115346. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2023.115346>.
- [138] J.E. Garay, Current-Activated, Pressure-Assisted Densification of Materials, *Annu. Rev. Mater. Res.* 40 (2010) 445–468. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104433>.
- [139] H. Xu, Y. Li, J. Yang, R. Yang, H. Liu, W. Liu, J. Sun, J. Jiao, The comparison of densification mechanisms and microstructure evolution among TiB₂ ceramics sintered under different levels of high pressure, *Mater. Today Commun.* 38 (2024) 108399. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2024.108399>.
- [140] W. Zhao, X. Yang, Q. Zhan, H. Cheng, S. Luo, S. Ning, J. Zhang, Densification mechanism, microstructure, and thermionic emission property at the low temperature of spark plasma sintered (LaBa)B₆–ZrB₂ composite, *Ceram. Int.* (2024). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.06.005>.
- [141] J.L. Shi, Relations Between Coarsening and Densification and Mass Transport Path in Solid-state Sintering of Ceramics: Model Analysis, *J. Mater. Res.* 14 (1999) 13. <https://doi.org/10.1557/JMR.1999.0188>.
- [142] H.V. Atkinson, S. Davies, Fundamental aspects of hot isostatic pressing: An overview, *Metall. Mater. Trans. A* 31 (2000) 2981–3000. <https://doi.org/10.1007/s11661-000-0078-2>.
- [143] A.S. Helle, K.E. Easterling, M.F. Ashby, Hot-isostatic pressing diagrams: New developments, *Acta Metall.* 33 (1985) 2163–2174. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(85\)90177-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(85)90177-4).
- [144] A.H.M. Andreasen, Ueber die Beziehung zwischen Kornabstufung und Zwischenraum in Produkten aus losen Körnern (mit einigen Experimenten), *Kolloid-Z.* 50 (1930) 217–228. <https://doi.org/10.1007/BF01422986>.
- [145] R. Chávez-Vásquez, S. Lascano, S. Saucedo, M. Reyes-Valenzuela, C. Salvo, R.V. Mangalaraja, F.J. Gotor, C. Arévalo, Y. Torres, Effect of the Processing Parameters on the Porosity and Mechanical Behavior of Titanium Samples with

- Bimodal Microstructure Produced via Hot Pressing, *Materials* 15 (2022) 136. <https://doi.org/10.3390/ma15010136>.
- [146] A.H. Tavakoli, A. Simchi, S.M. Seyed Reihani, Study of the compaction behavior of composite powders under monotonic and cyclic loading, *Compos. Sci. Technol.* 65 (2005) 2094–2104. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.05.016>.
- [147] E.A. Olevsky, Theory of sintering: from discrete to continuum, *Mater. Sci. Eng. R Rep.* 23 (1998) 41–100. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(98\)00009-6](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(98)00009-6).
- [148] R.L. Coble, Sintering Crystalline Solids. I. Intermediate and Final State Diffusion Models, *J. Appl. Phys.* 32 (1961) 787–792. <https://doi.org/10.1063/1.1736107>.
- [149] A.D.L. Claire, Diffusion in Solid Metals and Alloys, Landolt-Börnstein, New Series III/26, Springer-Verlag, 1990. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/b37801>.
- [150] N. Araya, G.O. Neves, A.I. Ramos Filho, C. Aguilar, J.D. Biasoli de Mello, C. Binder, A.N. Klein, G. Hammes, Study of silicon carbide dissociation into Fe and Fe C matrixes produced by die pressing and sintering, *Mater. Chem. Phys.* 253 (2020) 123442. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123442>.
- [151] R.M. German, Sintering theory and practice, 1996.
- [152] R.K. Bordia, H. Camacho-Montes, Sintering: Fundamentals and Practice, in: *Ceram. Compos. Process. Methods*, John Wiley & Sons, Ltd, 2012: pp. 1–42. <https://doi.org/10.1002/9781118176665.ch1>.
- [153] P. Sahani, Fabrication of SiC-B4C–Si and SiC-B4C–Al Cermets by Powder Metallurgy Route, PhD, 2017. <http://ethesis.nitrkl.ac.in/8631/> (accessed May 3, 2024).
- [154] D. Sun, X. Jiang, H. Sun, Y. Fang, T. Song, Effect of SiCP content on the microstructure and mechanical properties of Fe-based cermets, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 118 (2022) 2539–2557. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-08101-3>.
- [155] J. Pelleg, Reactions in the matrix and interface of the Fe–SiC metal matrix composite system, *Mater. Sci. Eng. A* 269 (1999) 225–241. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00158-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00158-6).
- [156] Developments in hot pressing (HP) and hot isostatic pressing (HIP) of ceramic matrix composites, in: *Adv. Ceram. Matrix Compos.*, Woodhead Publishing, 2014: pp. 164–189. <https://doi.org/10.1533/9780857098825.1.164>.
- [157] C. Binder, T. Bendo, R.V. Pereira, G. Hammes, J.D.B. De Mello, A.N. Klein, Influence of the SiC content and sintering temperature on the microstructure, mechanical properties and friction behaviour of sintered self-lubricating composites, *Powder Metall.* 59 (2016) 384–393. <https://doi.org/https://doi.org/10.1080/00325899.2016.1250036>.
- [158] U. Anselmi-Tamburini, S. Gennari, J.E. Garay, Z.A. Munir, Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: II. Modeling of current and temperature distributions, *Mater. Sci. Eng. A* 394 (2005) 139–148. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.11.019>.
- [159] U. Anselmi-Tamburini, J.E. Garay, Z.A. Munir, A. Tacca, F. Maglia, G. Spinolo, Spark plasma sintering and characterization of bulk nanostructured

- fully stabilized zirconia: Part I. Densification studies, *J. Mater. Res.* 19 (2004) 3255–3262. <https://doi.org/10.1557/JMR.2004.0423>.
- [160] E. Olevsky, L. Froyen, Constitutive modeling of spark-plasma sintering of conductive materials, *Scr. Mater.* 55 (2006) 1175–1178. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.07.009>.
- [161] T. Saunders, S. Grasso, M.J. Reece, Formación de plasma durante una descarga eléctrica (50 V) a través de compactos de polvo conductor., *J. Eur. Ceram. Soc.* 35 (2015) 871–877. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2014.09.022>.
- [162] C.P. Wang, A.Q. Zheng, X.J. Liu, Thermodynamic assessments of the V–Ge and V–Pt systems, *Intermetallics* 16 (2008) 544–549. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2008.01.002>.
- [163] M.S. Anwar, H.J. Lee, J.-H. Ha, J. Lee, I.-H. Song, Influencia del Fe_2O_3 y la atmósfera de sinterización en la evolución de fase y la resistividad eléctrica del SiC poroso., *Ceram. Int.* 50 (2024) 8198–8210. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.12.151>.
- [164] ASTM International, Standard Test Method for Determination of Slurry Abrasivity (Miller Number) and Slurry Abrasion Response of Materials (SAR Number) — ASTM G75-15, West, (2026). <https://doi.org/https://doi.org/10.1520/G0075-15>.
- [165] G. Nath, S. Kumar, Studies on Slurry Erosion Behavior of HVOF Applied Y_2O_3 -Added WC–10Co–4Cr Cermet on 13-4 Martensitic Stainless Steel, *Metallogr. Microstruct. Anal.* 7 (2018) 133–142. <https://doi.org/10.1007/s13632-018-0426-5>.
- [166] P. Khullar, G. Singh, S. Kumar, Experimental investigation of wear behaviour of WC-10Co-4Cr-coated SS304 on slurry pot tester, *World J. Eng.* 23 (2025) 439–446. <https://doi.org/10.1108/WJE-08-2024-0470>.
- [167] N.K. Singh, A. Kumar, A.S.M. Ang, D.K. Mahajan, H. Singh, Characterization and Slurry Erosion Mechanisms of Nickel-Based Cermet Coatings on Monel K-500, *J. Therm. Spray Technol.* 30 (2021) 2138–2154. <https://doi.org/10.1007/s11666-021-01267-y>.
- [168] G. Stachowiak, A.W. Batchelor, *Engineering tribology*, Butterworth-heinemann, 2025.
- [169] A.V. Levy, The platelet mechanism of erosion of ductile metals, *Wear* 108 (1986) 1–21. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(86\)90085-2](https://doi.org/10.1016/0043-1648(86)90085-2).
- [170] I. Finnie, Erosion of surfaces by solid particles, *Wear* 3 (1960) 87–103. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(60\)90055-7](https://doi.org/10.1016/0043-1648(60)90055-7).
- [171] J. Kübarsepp, K. Juhani, M. Tarraste, Abrasion and Erosion Resistance of Cermets: A Review, *Materials* 15 (2022) 69. <https://doi.org/10.3390/ma15010069>.
- [172] K.-H. Zum Gahr, *Microstructure and wear of materials*, Elsevier, 1987. <https://doi.org/https://www.sciencedirect.com/bookseries/tribology-series/vol/10>.
- [173] A. Pramanik, K.S. Neo, M. Rahman, X.P. Li, M. Sawa, Y. Maeda, Ultra-precision turning of electroless-nickel: Effect of phosphorus contents, depth-of-cut and rake angle, *J. Mater. Process. Technol.* 208 (2008) 400–408. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.01.006>.

- [174] ASTM, Standard Guide for Determining Synergism Between Wear and Corrosion, (n.d.). <https://doi.org/10.1520/G0119-09R21>.
- [175] V. Javaheri, V. Kuokkala, D. Porter, Slurry erosion of steel – Review of tests, mechanisms and materials, *Wear* 408–409 (2018) 248–273. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.05.010>.
- [176] H.McI. Clark, Particle velocity and size effects in laboratory slurry erosion measurements OR... do you know what your particles are doing?, *Tribol. Int.* 35 (2002) 617–624. [https://doi.org/10.1016/S0301-679X\(02\)00052-X](https://doi.org/10.1016/S0301-679X(02)00052-X).
- [177] S. Kalogeropoulou, L. Baud, N. Eustathopoulos, Relationship between wettability and reactivity in Fe/SiC system, *Acta Metall. Mater.* 43 (1995) 907–912. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)00336-G](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)00336-G).
- [178] P. Khosla, H.K. Singh, V. Katoch, A. Dubey, N. Singh, D. Kumar, P. Gupta, Synthesis, mechanical and corrosion behaviour of iron–silicon carbide metal matrix nanocomposites, *J. Compos. Mater.* 52 (2018) 91–107. <https://doi.org/10.1177/0021998317702439>.
- [179] J. Pelleg, Reactions in the matrix and interface of the Fe–SiC metal matrix composite system, *Mater. Sci. Eng. A* 269 (1999) 225–241. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00158-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00158-6).
- [180] B. Song, S. Dong, C. Coddet, Rapid in situ fabrication of Fe/SiC bulk nanocomposites by selective laser melting directly from a mixed powder of micro-sized Fe and SiC, *Scr. Mater.* 75 (2014) 90–93. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.11.031>.
- [181] Adhesion and mechanical properties of Fe/SiC interfaces analyzed at the atomic level: Insight from DFT calculations, *Surf. Coat. Technol.* 502 (2025) 131983. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2025.131983>.
- [182] M. Wang, Z. Wang, Z. Yang, J. Jin, G. Ling, Y. Zong, Sintering and Mechanical Properties of (SiC + TiC)_x/Fe Composites Synthesized from Ti₃AlC₂, SiC, and Fe Powders, *Materials* 14 (2021) 2453. <https://doi.org/10.3390/ma14092453>.
- [183] K. Yang, Y. Zhou, Preparation and Performance Study of SiC-Reinforced Fe-Based Wear-Resistant Composite Grinding Media, *Materials* 17 (2024) 2940. <https://doi.org/10.3390/ma17122940>.
- [184] Self-lubrication behavior of the reaction-formed graphite/SiC composites with optimizing graphite content, *Wear* 526–527 (2023) 204946. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2023.204946>.
- [185] H. Liu, J. Li, J. Zhang, P. Gong, W. Yang, L. Zhao, X. Wang, Design Optimization and Mechanical Properties of SiC Particle Reinforced Ti-Based Metallic Glass Matrix Composite, *Materials* 16 (2023) 5323. <https://doi.org/10.3390/ma16155323>.
- [186] J.J. Swab, J.C. Wright, Application of ASTM C1421 to WC-Co fracture toughness measurement, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 58 (2016) 8–13. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2016.03.007>.
- [187] D.W. Trindade, R. da Silva Guimarães, R.D. Lugon, E.R. Gonçalves Junior, A.A.A. dos Santos, M. Filgueira, Experimental Study to Assess Fracture Toughness in SPS Sintered WC–10% Co Hardmetal by Modifying the

- Palmqvist Test, Coatings 12 (2022) 1809.
<https://doi.org/10.3390/coatings12121809>.
- [188] C.A. Schneider, W.S. Rasband, K.W. Eliceiri, NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis, Nat. Methods 9 (2012) 671–675.
<https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>.
- [189] N. Otsu, A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms, IEEE Trans. Syst. Man Cybern. 9 (1979) 62–66.
<https://doi.org/10.1109/TSMC.1979.4310076>.
- [190] R. Ashima, A. Haleem, S. Bahl, M. Javaid, S. Kumar Mahla, S. Singh, Automation and manufacturing of smart materials in additive manufacturing technologies using Internet of Things towards the adoption of industry 4.0, Mater. Today Proc. 45 (2021) 5081–5088.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.01.583>.
- [191] R.M. German, Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing, Metal Powder Industry, Princeton, New Jersey, 2005.
- [192] J. Pelleg, Reactions in the matrix and interface of the Fe–SiC metal matrix composite system, Mater. Sci. Eng. A 269 (1999) 225–241.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00158-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00158-6).
- [193] M. Cholewa, T. Wróbel, C. Baron, M. Morys, Surface Phenomena at the Interface between Silicon Carbide and Iron Alloy, Materials 14 (2021) 6762.
<https://doi.org/10.3390/ma14226762>.
- [194] W.M. Tang, Z.X. Zheng, H.F. Ding, Z.H. Jin, Control of the interface reaction between silicon carbide and iron, Mater. Chem. Phys. 80 (2003) 360–365.
[https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(02\)00521-7](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(02)00521-7).
- [195] T.C. Chou, A. Joshi, High temperature interfacial reactions of SiC with metals, J. Vac. Sci. Technol. A 9 (1991) 1525–1534. <https://doi.org/10.1116/1.577673>.
- [196] L.G. Cançado, K. Takai, T. Enoki, M. Endo, Y.A. Kim, H. Mizusaki, N.L. Speziali, A. Jorio, M.A. Pimenta, Measuring the degree of stacking order in graphite by Raman spectroscopy, Carbon 46 (2008) 272–275.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2007.11.015>.
- [197] Y. Wang, Q. Liu, B. Zhang, H. Zhang, Y. Jin, Z. Zhong, J. Ye, Y. Ren, F. Ye, W. Wang, Microstructure and mechanical behaviour of transient liquid phase spark plasma sintered B₄C–SiC–TiB₂ composites from a B₄C–TiSi₂ system, Ceram. Int. 47 (2021) 10665–10671.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.12.180>.
- [198] Z. Li, R. Guo, L. Li, R. Zheng, C. Ma, Microstructure and fracture toughness of SiAlCN ceramics toughened by SiCw or GNPs, Ceram. Int. 49 (2023) 29709–29718. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.06.211>.
- [199] W.M. da Silva, R. Binder, J.D.B. de Mello, Abrasive wear of steam-treated sintered iron, Wear 258 (2005) 166–177.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2004.09.042>.
- [200] Y. Oropesa, M. Maril, S. Saucedo, N. Fuentes, C. Salvo, J.P. Sanhueza, F. De Barbieri, N. Araya, Microstructure, mechanical properties, and wear resistance of novel hot-pressed Fe–SiC reactive cermets, Ceram. Int. (2026).
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2026.07.509>.

- [201] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Nanoindentation in materials research: Past, present, and future, *MRS Bull.* 35 (2010) 897–907. <https://doi.org/10.1557/mrs2010.717>.
- [202] T. Ohmura, M. Wakeda, Pop-In Phenomenon as a Fundamental Plasticity Probed by Nanoindentation Technique, *Materials* 14 (2021) 1879. <https://doi.org/10.3390/ma14081879>.
- [203] X. Tang, A. Song, H. Wu, K. Feng, T. Shao, T. Ma, Observing and Modeling the Wear Process of Heterogeneous Interface, (n.d.). <https://dx.doi.org/10.1021/acs.nanolett.4c01290> (accessed July 25, 2026).
- [204] W.M. Tang, Z.X. Zheng, H.F. Ding, Z.H. Jin, Control of the interface reaction between silicon carbide and iron, *Mater. Chem. Phys.* 80 (2003) 360–365. [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(02\)00521-7](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(02)00521-7).
- [205] O. Furukimi, H. Kabasawa, M. Yamamoto, R. Protasius, M. Tanaka, Enhancing Wear Resistance in Functionally Graded Metallic Components: Insights from Nanoindentation and Mechanical Analysis, *Materials* 17 (2024) 1567. <https://doi.org/10.3390/ma17071567>.
- [206] Y. Li, M. Shi, T. Gao, C. Chen, Adhesion and mechanical properties of Fe/SiC interfaces analyzed at the atomic level: Insight from DFT calculations, *Surf. Coat. Technol.* 502 (2025) 131983. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2025.131983>.
- [207] G.O. Neves, N. Araya, J.D. Biasoli de Mello, C. Binder, A.N. Klein, C. Aguilar, Synthesis of nanostructured carbon derived from the solid-state reaction between iron and boron carbide, *Mater. Chem. Phys.* 276 (2022) 125396. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.125396>.
- [208] C. Li, S. Li, D. An, Z. Xie, Microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered SiC ceramics aided by B₄C, *Ceram. Int.* 46 (2020) 10142–10146. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.01.005>.

ANEXOS

ANEXO 1: Base comparativa de materiales Fe–SiC y sistemas relacionados procesados por técnicas asistidas por presión, simulación y ensayos interfaciales, agrupada por autor y año.

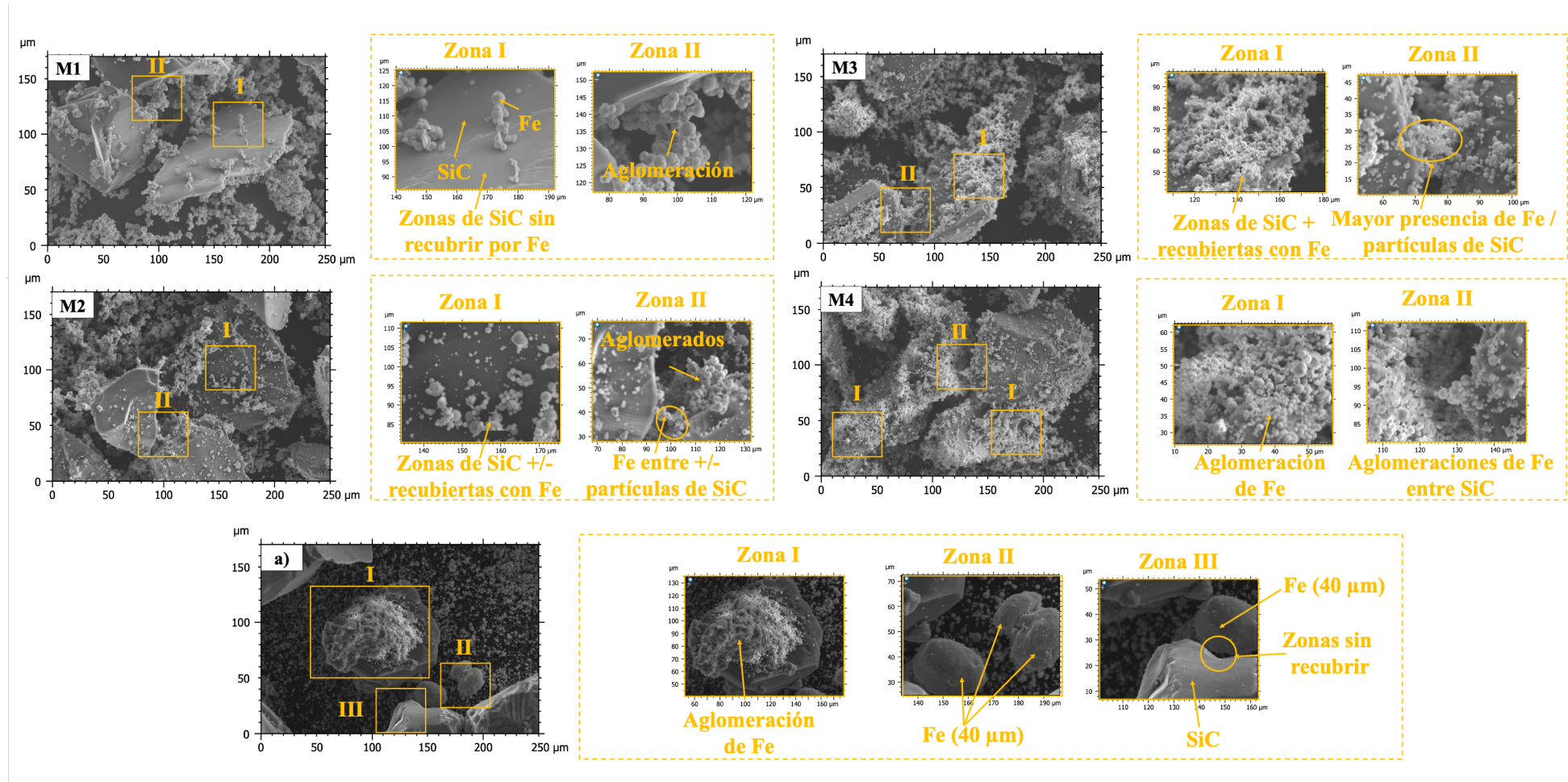
Sistema / material	Tipo de estudio	Técnica de procesamiento / evaluación	% SiC / fase cerámica	Temperatura / condición térmica	Tiempo	Presión	Atmósfera	Densificación / densidad relativa	Propiedades mecánicas / tribológicas	Fases / productos identificados	Observaciones para el anexo	Autores	Año	Cantidad de muestras
Fe–50 wt.% SiC	Experimental	FAST/SPS; DC y DCP 1/1	50 wt.% SiC	1100 °C	5–10 min	50 MPa	Ar ultrapuro 99.99 %	83.81–99.93 % por densidad geométrica	Dureza ~4.8–7.5 GPa; microdureza ~4.5–>6 GPa; nanodureza hasta 31.5 GPa; KIC >11 MPa·√m en FeSiC–DC5	α-Fe; Fe ₃ Si; Fe ₃ Si ₂ ; FeSi; Fe ₃ C; Fe ₂ C; grafito; SiC residual	Grupo propio SPS. Mejor condición reportada: FeSiC–DC5 por máxima densificación, baja porosidad e interfaces limpias.	Oropesa et al.[37]	2026	8
Fe–50 wt.% SiC	Artículo enviado	Hot Pressing (HP)	50 wt.% SiC; SiC 50–150 μm	900–1100 °C	30 min	30 MPa	Argón	~72–95 %	Dureza ~1.47–4.80 GPa; KIC ~2.8–6.3 MPa·√m; ASTM G75; SAR reportado para algunas condiciones	α-Fe; SiC-6H; FeSi; FeSi ₂ ; Fe ₃ Si ₃ ; Fe ₃ Si; grafito	Permite comparar efecto del tamaño de SiC y temperatura en HP. Mejor densificación global para SiC 100 μm a 1100 °C.	Oropesa et al.	2026	9
Interfaces 3C-SiC/Fe	Simulación atomística	DFT de interfaz	NR	0 K	NR	NR	NR	NR	Wad 4.52–11.77 J/m ² ; resistencia ideal 19.74–23.10 GPa	Enlaces Fe–C y Fe–Si; SiC; Fe	Ter-C2 fue la interfaz más estable; relevante para discutir adhesión Fe–SiC.	Li et al.[168]	2025	5

Fe–SiC y Distaloy SA–SiC	Experimental	SPS	2.5–12.5 wt.% SiC	1000 °C	10 min	50 MPa	Vacío	92.5–97.3 %	Dureza ~1.67–4.04 GPa	Ferrita; perlita; cementita; eutéctico Fe–SiC; fase Mo	Comparación útil para bajos contenidos de SiC; aumento de SiC reduce levemente densificación. Fe mostró reacción fuerte con SiC, útil para justificar formación de siliciuros y grafito. Mejor condición global: Sample 7, 10 wt.% SiC, 1100 °C, 15 min.	Perek-Nowak et al.[38]	2025	10
Fe/Ni/Co sobre 4H-SiC	Experimental interfacial	Difusión sólida en vacío	Monocristal 4H-SiC	800–950 °C	0–4 h	0.2 MPa	Vacío 5×10^{-4} Pa	NR	Profundidad de difusión hasta 255.1 μm para Fe/C-face	Fe_3Si + C amorfo; Ni-siliciuros; Co_2Si + C	Fe mostró reacción fuerte con SiC, útil para justificar formación de siliciuros y grafito. Mejor condición global: Sample 7, 10 wt.% SiC, 1100 °C, 15 min.	Wu et al.[39]	2024	11
Fe–10/20/30 wt.% SiC	Experimental	Hot Pressing Sintering	10–30 wt.% SiC	900–1100 °C	10–20 min	10 MPa	NR	NR	Wear rate 0.21–0.55 %; SSA change 26.1–39.2 m^2/kg KIC ~2.8–4.5 $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$; desgaste ~0.45– 6.2×10^{-6} $\text{mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$ Microdureza 2.45–3.27 GPa; coef. fricción 0.312–0.341; grinding ratio 22.34–60.27 Microdureza ~5.18 GPa; plasticidad a compresión $\uparrow 1471$ %; FEM de fractura	Fe; SiC; Fe_2Si ; FeSi	Sirve como comparación con composites autolubricantes SiC/grafito, no Fe–SiC.	Yang & Zhou[40]	2024	9
Graphite/SiC composite	Experimental tribológico	Reactive Melting Infiltration (RMI)	46.90–81.78 vol.% SiC	1550 °C	30 min	10 MPa compactación verde	Vacío	Alta densificación; porosidad 0.27–0.53 %	β -SiC; grafito; Si residual; SiO_2 superficial	β -SiC; grafito; Si residual; SiO_2 superficial	Mayor Fe mejora adherencia Fe/SiC por interfaz reactiva ~1 μm .	Xue et al.[184]	2023	5
Cu–Fe–SiC	Experimental tribológico	Vacuum Hot Pressing	35 wt.% SiC	900 °C	120 min	12 MPa	Vacío	74.5–78.6 %	Microdureza 2.45–3.27 GPa; coef. fricción 0.312–0.341; grinding ratio 22.34–60.27 Microdureza ~5.18 GPa; plasticidad a compresión $\uparrow 1471$ %; FEM de fractura	Cu; Fe; WC; Ti_2Cu_3 ; Ti_2O_3 ; cementita; compuestos Fe–Si–C	Referencia indirecta sobre efecto de SiC como refuerzo y transición de modo de fractura.	Gao et al.[95]	2023	3
SiC/Ti-based metallic glass matrix composite	Experimental + FEM	Copper mold injection casting; FEM	10–40 vol.% SiC	Fusión rápida; $T_g=601.7$ K; $T_x=687.3$ K	Solidificación rápida	Ar ~2 MPa	Vacío 1×10^{-2} Pa + Ar	NR	Microdureza ~5.18 GPa; plasticidad a compresión $\uparrow 1471$ %; FEM de fractura	SiC; fase amorfa; Be_3Zr	Referencia indirecta sobre efecto de SiC como refuerzo y transición de modo de fractura.	Liu et al.[185]	2023	5

Fe-0.6%C-3 wt.% α/β -SiC	Experimental tribológico	PIM + PADS	3 wt.% SiC	1100–1200 °C	60 min	NR	H ₂ hasta 500 °C; luego 5%H ₂ –95%Ar	NR	Microdureza ~2.06 GPa; wear rate ~2.43×10 ⁻⁶ –3.65×10 ⁻⁵ mm ³ /Nm; COF ~0.08–0.26	α -Fe; perlita; grafito turbostrático 2D/3D	Importante para discutir grafitización por disociación de SiC y respuesta tribológica.	Neves et al. [36,207]	2022	6
Fe-based cermet + SiCP	Experimental tribológico	Vacuum Hot Pressing	45–55 wt.% SiC	1000 °C	120 min	12 MPa	Vacío	73.32–76.19 %	Microdureza a matriz ~2.61 GPa; interfaz ~1.70 GPa; SiC ~8.27 GPa; fricción 0.273–0.309	α -Fe; perlita; cementita; grafito; Fe ₃ Si; FeSi; (Cr,Fe) ₇ C ₃ ; CoFe15.7	Comparación cercana por alto SiC y formación Fe–Si–C durante HP.	Sun et al[51].	2022	3
Fe–Cu–SiC–grafito/BaSO ₄	Experimental tribológico	Cold pressing + sintering + HP	6 wt.% SiC	1000 °C	60 min	40 MPa	Argón	~5.6–6.7 g/cm ³	Dureza ~2.64–4.07 GPa; wear rate ~1.0–4.2×10 ⁻⁶ m ³ /m; COF ~0.15–0.48	Fe; Cu; grafito; SiC; BaSO ₄	BG6 fue la mejor condición por menor desgaste y tribocapa estable.	Kheradmand et al. [96]	2022	6
Fe–SiC / Fe–Ti ₃ AlC ₂ / híbridos	Experimental	Fast Resistance Sintering	0–20 vol.% fase cerámica; SiC ~10 μ m	>763 °C estado semisólido	70 s + 180 s	40 MPa	NR	~93–99 %	Microdureza a 3.92–6.23 GPa; resistencia tracción ~500–720 MPa	Fe; SiC; TiC _x ; Fe(Al)	Híbridos SiC+Ti ₃ AlC ₂ muestran mejor combinación dureza-resistencia.	Wang et al.	2021	[182]6
Fe–SiC	Experimental	PM + plasma-assisted homogenization	5–25 wt.% SiC	1100 °C	60 min	400 MPa	95%Ar + 5%H ₂	NR	NR	Fe- α ; grafito; Fe ₃ Si; Fe ₅ Si ₃ ; SiC residual	Referencia central para disociación de SiC en matriz Fe y formación de grafito/siliciuros.	Neves et al. [45]	2020	5

Fe–C–SiC	Experimental	Die pressing + sinterización convencional	3–5 wt.% SiC	1150–1250 °C	60 min	600 MPa compactación	95%Ar + 5%H ₂	NR	Microdureza calculada ~16.2–26.8 GPa en condiciones reportadas	Fe- α ; perlita; SiC residual; grafito nodular/secundario	El tamaño fino de SiC favorece disociación y grafito nodular.	Araya et al.[35]	2020	6
SiC + 1 wt.% B ₄ C	Experimental	SPS y Pressureless Sintering	~99 wt.% SiC	1700–2150 °C	5 min SPS; NR PS	30 MPa en SPS	Vacío / NR	87.2–98.6 %	Dureza 13.9–28.3 GPa; KIC 3.2–3.6 MPa·√m	6H-SiC; 4H-SiC	SPS1800 fue la mejor condición del estudio.	Li et al.[208]	2020	6
Fe–0.6C–SiC	Experimental tribológico	PIM + PADS	0–5 wt.% SiC	1100–1200 °C	60 min	NR	Plasma H ₂ ; 133 Pa	NR	Dureza 1.47–3.29 GPa; fricción ~0.09–0.38	α -Fe; perlita; grafito; ferrita rica en Si	Los contenidos 2–3 wt.% SiC muestran buen compromiso tribológico.	Binder et al.[157]	2016	6
Fe–SiC	Manufactura aditiva	Selective Laser Melting (SLM)	0–2.2 wt.% SiC; 1.6 vol.% retenido	NR	NR	NR	Argón; O ₂ <0.2 %; 10 mbar	NR	UTS 357±22 MPa Fe puro; 753±49 MPa Fe/SiC	α -Fe BCC; martensita; perlita; SiC residual/nanométrico	SiC incrementa resistencia por refinamiento y nanopartículas retenidas in situ.	Song et al.[180]	2014	3
Fe–Si / SiC	Mojabilidad	Sessile drop	SiC monocristal	1633 K (~1360 °C)	~100–600 s / NR	NR	Alto vacío 10 ⁻⁵ –10 ⁻⁴ Pa	NR	Ángulo de contacto ~30–60°	α -Fe; Fe ₃ Si ₃ ; FeSi; Fe ₃ Si ₇ ; grafito lamelar; SiC precipitado	El aumento de Si en Fe reduce la reactividad con SiC y evita grafito.	Kalogeropoulou et al.[177]	1995	3
4H/6H-SiC monocristalino	Caracterización física	Crecimiento modificado tipo Lely; resonancia piezoeléctrica	100 wt.% SiC	4–320 K	NR	NR	NR	NR	Q 20000–100000; C33 de 4H ~10 % superior a 6H	4H-SiC; 6H-SiC	Referencia de propiedades físicas de monocristales SiC; uso contextual.	Karmann et al.[153]	1989	2

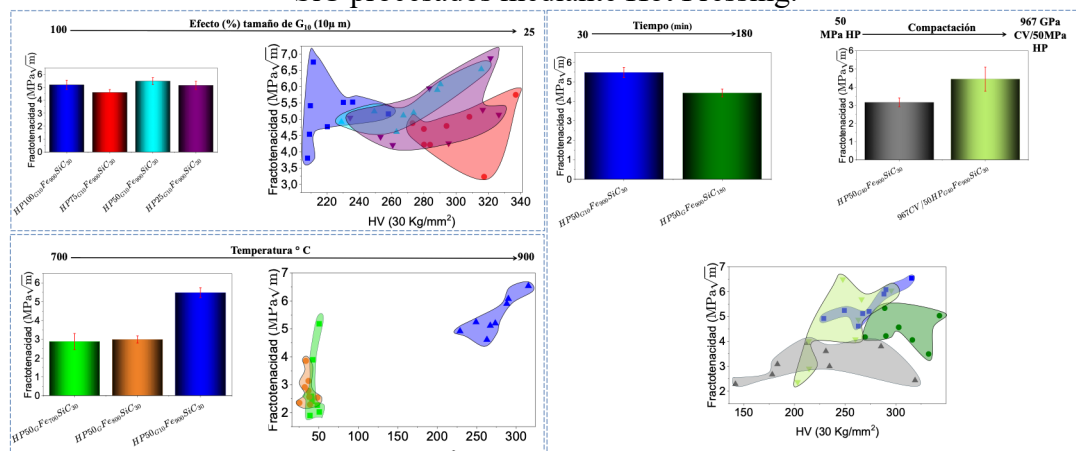
ANEXO 1: Micrografías SEM complementarias de una micrografía de referencia de la mezcla de polvos y de las mezclas M1, M2, M3 y M4 antes de la compactación



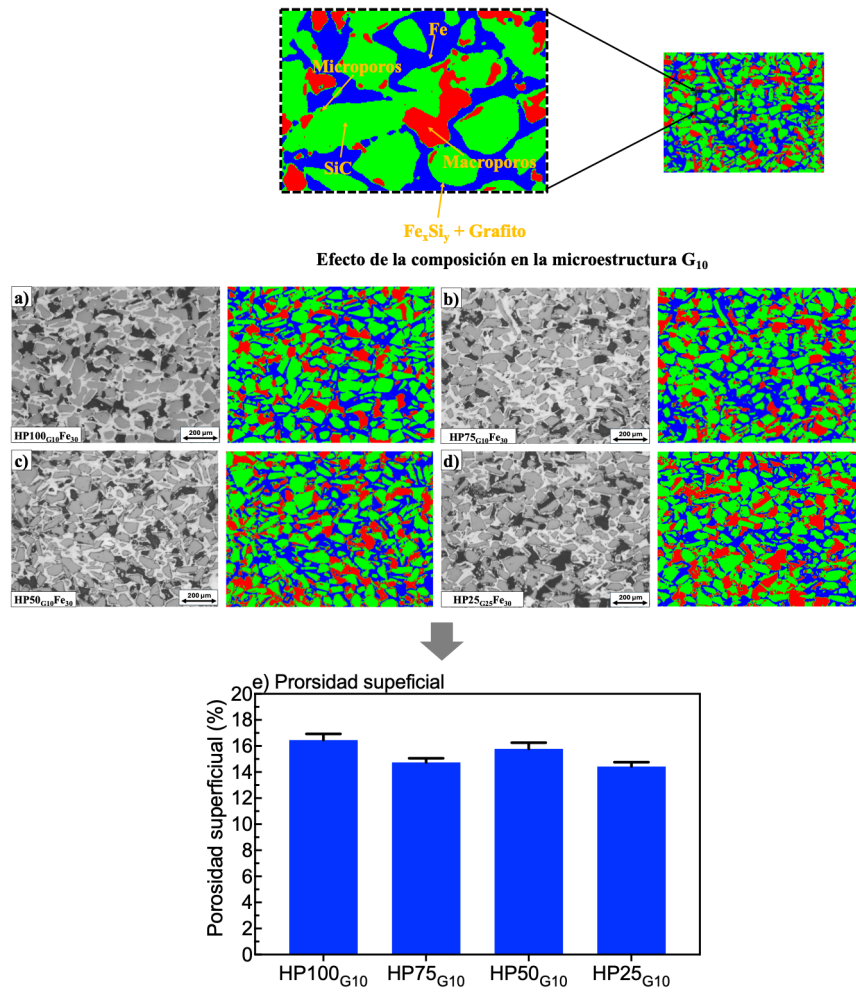
ANEXO 2: Propiedades de los cermetos Fe-50 %p SiC procesados por Hot Pressing

Nomenclatura	Geo (%)	Arq (%)	A.I. (%)	LCM (μm)	Grafito (%)	HV _{0.25} (GPa)	HV ₁ (GPa)	K _{IC} (MPa· $\sqrt{\text{m}}$)
HP100 _{G10} Fe ₃₀ 900	83,83	83,45	83,54	9,08	10,33	3,62	5,19	4,93
HP75 _{G10} Fe ₃₀ 900	86,16	85,38	85,26	5,19	4,37	3,56	5,81	4,61
HP50 _{G10} Fe ₃₀ 900	86,64	84,12	85,57	5,37	3,70	3,35	5,16	5,49
HP25 _{G10} Fe ₃₀ 900	84,15	83,36	84,23	5,20	24,23	3,31	4,62	4,97
HP50 _{G10} Fe ₁₈₀ 900	87,31	88,55	89,75	5,23	—	3,23	5,81	4,43
HP50 _{G40} Fe ₃₀ 900	81,73	87,04	84,49	8,11	—	3,35	0,71	3,16
CV/HP50 _{G40} Fe ₃₀ 900	88,34	81,83	87,98	5,60	—	3,98	0,94	4,44
HP50 _{G10} Fe ₃₀ 800	72,57	75,10	83,94	5,35	—	0,72	3,83	2,99
HP50 _{G10} Fe ₃₀ 700	70,76	74,41	83,30	5,37	—	0,87	5,47	2,88

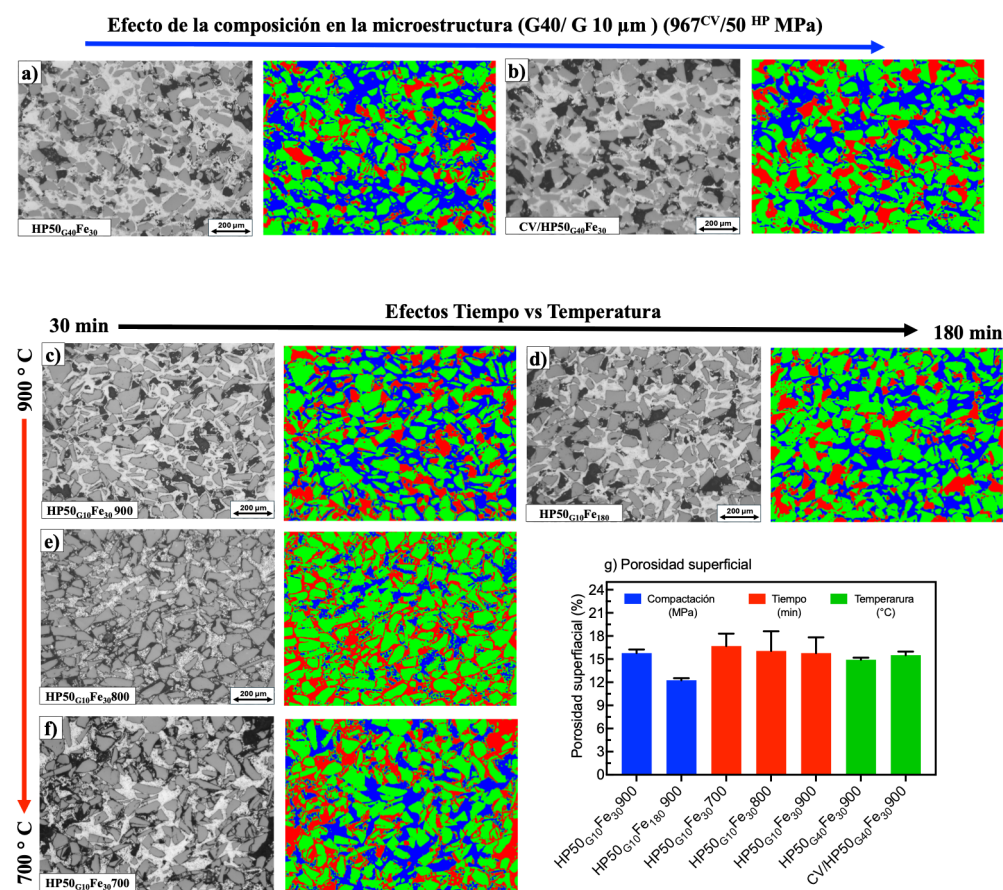
ANEXO 3: Análisis complementario de la fractoténacidad de los cermetos Fe-50 %p SiC procesados mediante Hot Pressing.



ANEXO 4: Mapa de segmentación de fases y cuantificación de la porosidad superficial de los cermetes Fe–50 %p SiC: efecto de la distribución granulométrica del Fe

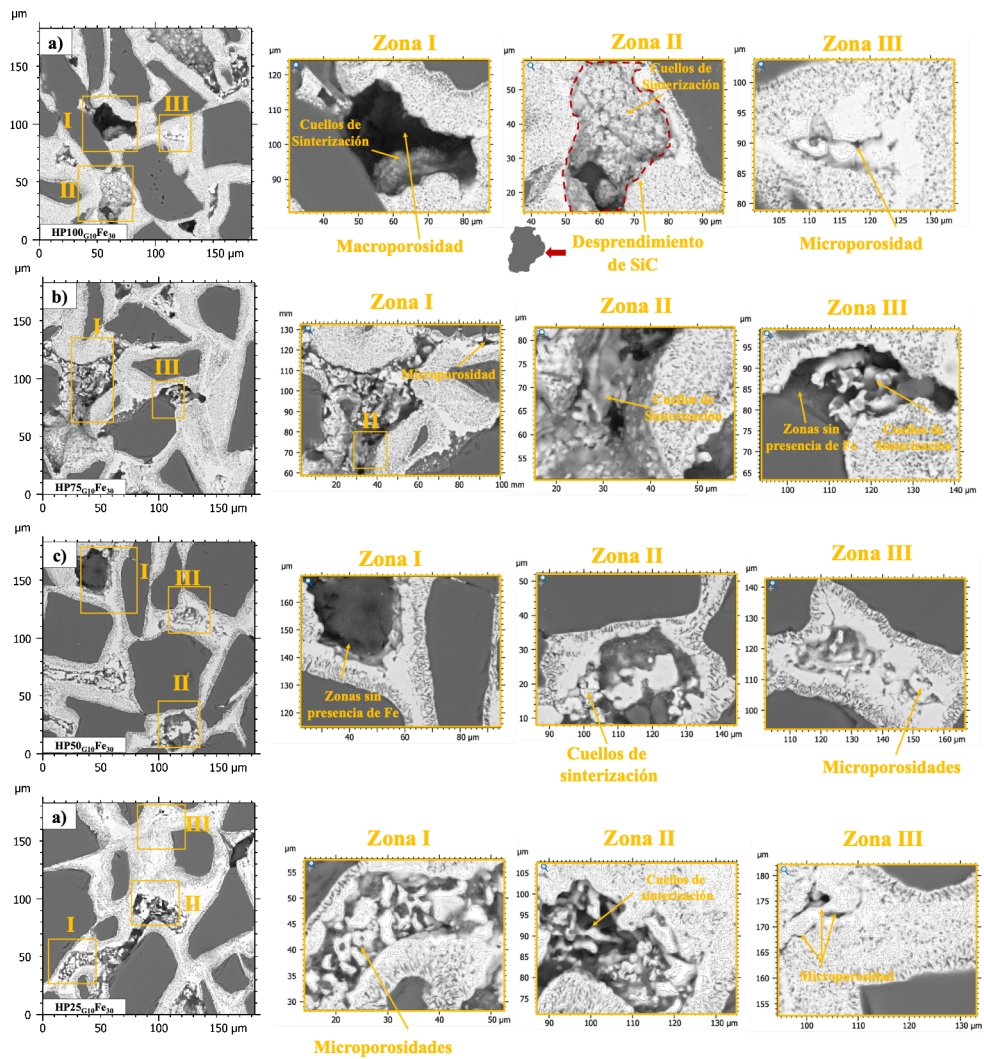


ANEXO 5: Mapas de segmentación de fases y cuantificación de la porosidad superficial de los cermets Fe–50 %p SiC: efecto de la ruta de compactación, el tiempo de mantenimiento y la temperatura de sinterización



ANEXO 6: Microestructura SEM de las muestras sinterizadas mediante HP.
Influencia de la granulometría de Fe.

Imágenes SEM



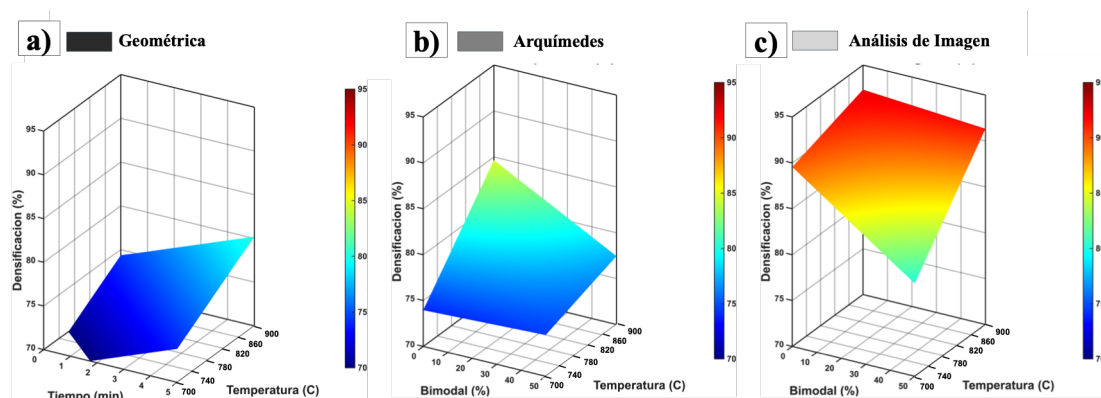
ANEXO 7: Parámetros de efecto Raman de los cermetes Fe-50% p/p procesados mediante HP

Muestras	Posición del pico Raman (cm-1)		Pico Raman FWHM(cm-1)		Id/ig	La
	Banda D	Banda G	Banda D	Banda G		
HP100 _{G10} Fe ₃₀ 900	1333.874	1581.908	36.068	23.604	0.843	45.697
HP75 _{G10} Fe ₃₀ 900	1335.107	1582.190	37.238	22.226	0.843	45.6634
HP50 _{G10} Fe ₃₀ 900	1334.210	1582.183	41.826	23.262	0.843	45.693
HP25 _{G10} Fe ₃₀ 900	1333.552	1581.733	38.800	22.614	0.843	45.703
HP50 _{G10} Fe180 900	1411.635	1657.710	46.014	29.516	0.8515	45.249
HP50 _{G40} Fe ₃₀ 900	1334.093	1583.044	34.066	28.712	0.842	45.722
CVHP50 _{G40} Fe ₃₀ 900	1334.856	1582.257	37.907	27.502	0.843	45.673
HP50 _{G10} Fe ₃₀ 800	1334.042	1582.482	42.560	34.334	0.8430	45.708
HP50 _{G10} Fe ₃₀ 700	1528.409	1619.153	288.390	288.390	0.9439	40.820

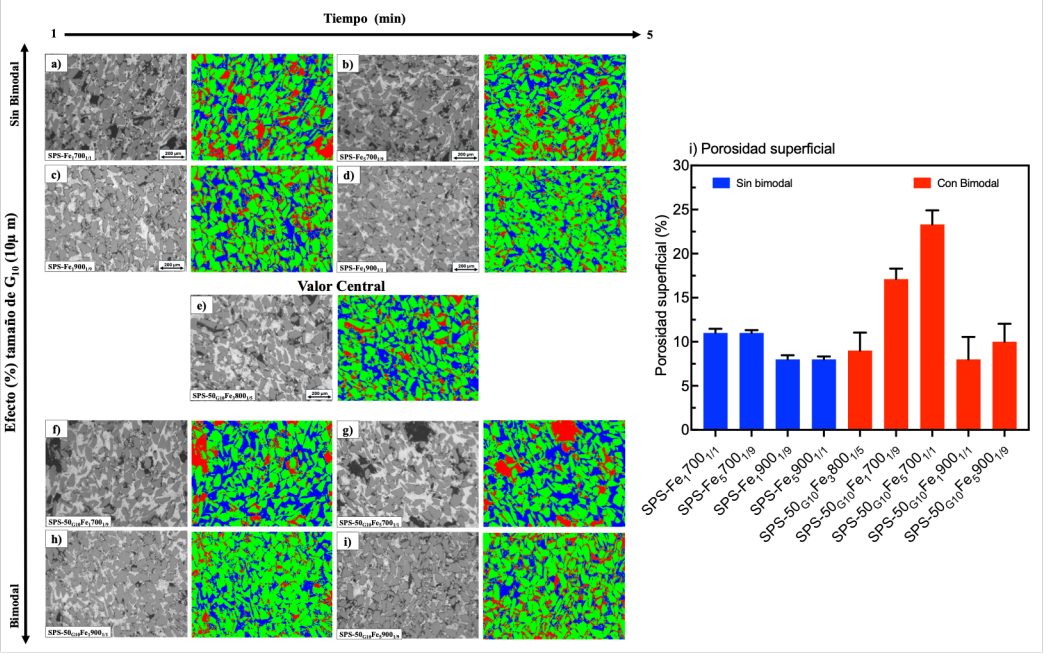
ANEXO 8: Propiedades cuantitativas de los cermets Fe-50%pSiC procesados mediante SPS (fase factorial fraccionada)

Muestra	Geo (%)	Arq (%)	A.I. (%)	LCM (μm)	Grafito (%vol)	HV _{0,25} (GPa)	HV ₁ (GPa)	K _{IC} (MPa·√m)
SPS-Fe ₁ 700 _{1/1}	67,73	73,71	89,0	2,87	2,93	0,63	0,78	3,25
SPS-Fe ₅ 700 _{1/9}	73,45	74,78	89,0	4,02	2,30	0,98	1,67	3,00
SPS-Fe ₁ 900 _{1/9}	71,05	80,49	92,0	1,96	22,30	1,82	3,26	6,73
SPS-Fe ₅ 900 _{1/1}	81,44	90,39	92,0	2,25	2,90	3,91	4,13	7,02
SPS-50G ₁₀ Fe ₁ 700 _{1/9}	70,64	74,64	82,89	5,24	0,70	1,11	1,20	2,36
SPS-50G ₁₀ Fe ₅ 700 _{1/1}	71,73	74,97	76,68	5,91	1,10	1,40	1,73	4,02
SPS-50G ₁₀ Fe ₁ 900 _{1/1}	77,50	78,47	92,0	1,90	9,50	1,01	2,07	3,70
SPS-50G ₁₀ Fe ₅ 900 _{1/9}	79,09	89,05	90,0	3,87	9,80	0,93	0,87	5,88
SPS-50G ₁₀ Fe ₃ 800 _{1/5}	79,36	75,26	91,0	2,91	0,70	0,89	2,15	2,91

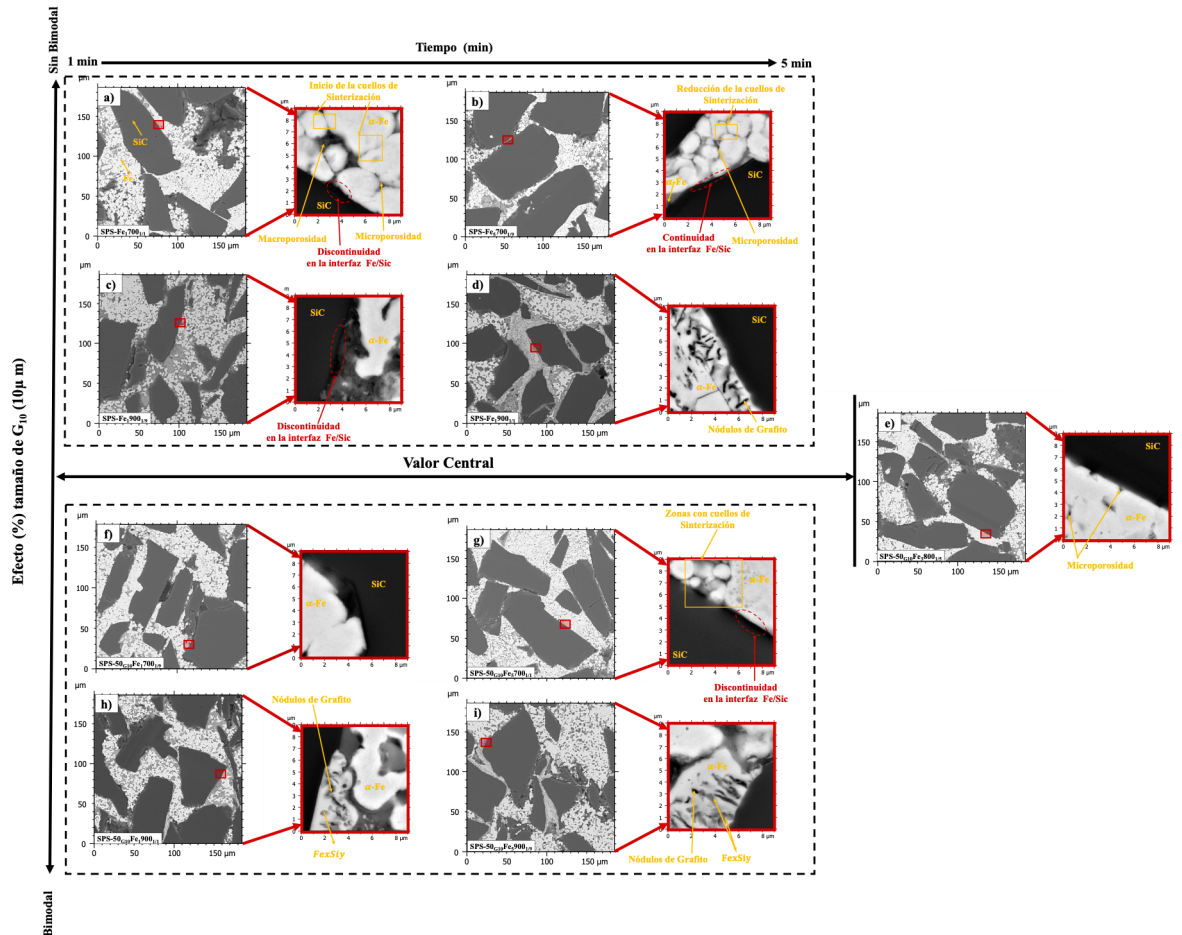
ANEXO 9: Las superficies de respuesta de la densificación (%) en cermets Fe–SiC muestran la dependencia del tiempo y la temperatura en (a), mientras que en (b) y (c) la densificación se presenta en función de la fracción bimodal de la fase Fe y la temperatura.



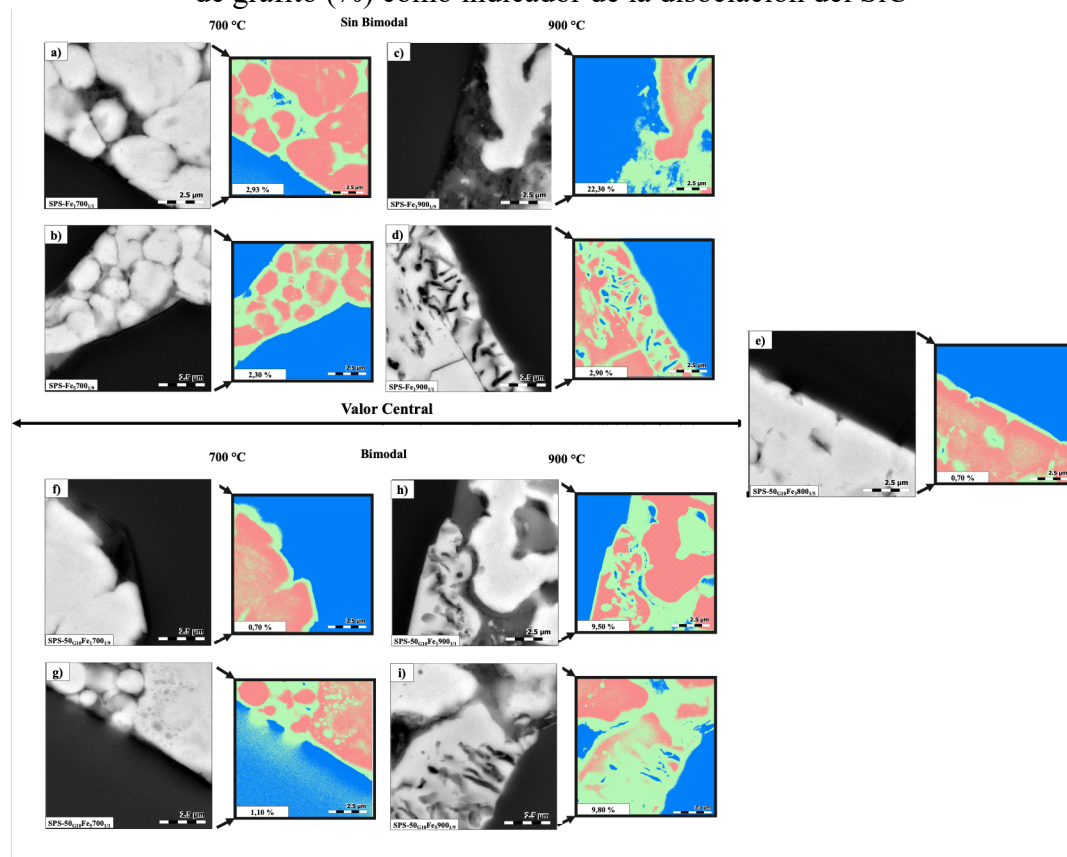
ANEXO 10: Efecto del procesamiento por SPS en la microestructura de cermets Fe–SiC: influencia de la distribución granulométrica (monomodal vs. Bimodal). Imagen de segregación para la determinación de la porosidad.



ANEXO 11: Panel comparativo de micrografías SEM y ampliaciones de la interfaz Fe–SiC correspondientes a las nueve condiciones experimentales del diseño factorial fraccionado empleado en los cermetos Fe–50 %p SiC procesados mediante SPS.



ANEXO 12: Influencia de los parámetros de procesamiento sobre la Fracción de área de grafito (%) como indicador de la disociación del SiC



ANEXO 13: Parámetros espectroscópicos Raman de los cermetes Fe-50 %p SiC procesados mediante SPS a 900 °C.

Muestras	Posición del pico Raman (cm-1)		Pico Raman FWHM (cm-1)		I _D /I _G	La
	Banda D	Banda G	Banda D	Banda G		
SPS-Fe ₁ 900DCP _{1/9}	1333.535	1583.060	37.453	28.722	0.8423	45.742
SPS-Fe ₅ 900DCP _{1/1}	1334.134	1582.307	36.205	24.421	0.843	45.700
SPS-50 _{G10} Fe ₁ 900DCP _{1/1}	1333.287	1582.401	31.235	23.112	0.8425	45.731
SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP _{1/9}	1333.324	1582.278	32.9697	25.502	0.8426	45.727

ANEXO 14: Propiedades de los cermetes Fe-50%pSiC procesados mediante SPS (fase exploratoria ampliada)

Nomenclatura	Geo (%)	Arq (%)	A.I. (%)	LCM (μm)	Grafito (%)	HV _{0,25} (GPa)	HV ₁ (GPa)	K _{IC} (MPa·√m)
SPS-Fe ₁ 900 _{1/1}	78,17	72,65	92,13	2,79	4,5	0,71	1,76	3,22
20MPa-SPS-Fe ₅ 900 _{1/9}	81,96	91,65	96,96	4,96	7,6	7,76	6,19	4,73
20MPa-SPS-Fe ₁ 900 _{1/1}	78,96	83,24	91,44	2,83	42,8	7,76	3,37	4,71
SPS-Fe ₅ 900 _{12/2}	74,44	89,64	90,0	3,40	10,4	3,99	4,02	4,42
SPS-Fe ₁₀ 900 _{12/2}	78,14	81,59	22,0*	3,56	11,2	4,23	3,59	4,75
SPS-I*	82,24	85,63	91,0	7,17	3,7	2,77	3,27	5,10
SPS-II*	76,14	79,64	88,0	3,41	12,8	5,84	2,75	6,07
SPS-Fe ₅ 1000 _{1/1}	92,80	89,18	95,03	3,02	10,6	3,55	3,98	3,96
SPS-Fe ₅ 1100 _{1/1}	74,62	89,34	87,91	4,89	1,5	3,18	3,93	8,57
SPS-50 _{G10} Fe ₅ 1000 _{1/9}	79,43	90,78	95,48	2,67	37,2	2,95	3,93	2,46
SPS-50 _{G10} Fe ₅ 1100 _{1/9}	85,06	91,36	91,53	3,35	13,66	3,46	3,96	4,76
SPS*-Fe ₅ 1100 _{1/1} (FAST/Ar)	99,93	98,21	98,37	6,50	5,6	3,85	7,09	4,93
SPS*-50 _{G10} Fe ₅ 1100 _{1/1} (FAST/Ar)	83,81	82,45	83,26	6,77	3,9	4,31	6,56	5,49

ANEXO 15: Resultados del ensayo ASTM G75 para cermets Fe–SiC procesados por HP y SPS bajo diferentes medios abrasivos

Condiciones	Partículas abrasivas	Densidad (g/cm3)	Tasa de Pérdida de masa (mg/h)	Pérdida volumétrica (mm ³)	Pérdida de masa total (mg)	NM	SAR
HP50 _{G10} Fe ₃₀ 900	Real	3,9902	5,556	8,3537	33,333	159,5677	303,1206
HP50 _{G10} Fe ₃₀ 900	Al ₂ O ₃	4,0163	2,957	4,4180	17,744	54,9478	103,7038
SPS-Fe ₅ 900DCP	Real	3,6344	31,524	52,0427	189,144	263,5589	549,6784
^{1/1} SPS-Fe ₅ 900DCP	Al ₂ O ₃	3,7936	12,617	19,9547	75,700	80,9561	161,7588
^{1/1} SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP	Real	3,5629	19,261	32,4362	115,567	149,4022	317,8547
^{1/9} SPS-50 _{G10} Fe ₅ 900DCP	Al ₂ O ₃	3,66456	18,654	30,5417	111,922	156,5003	325,3972
^{1/9}							

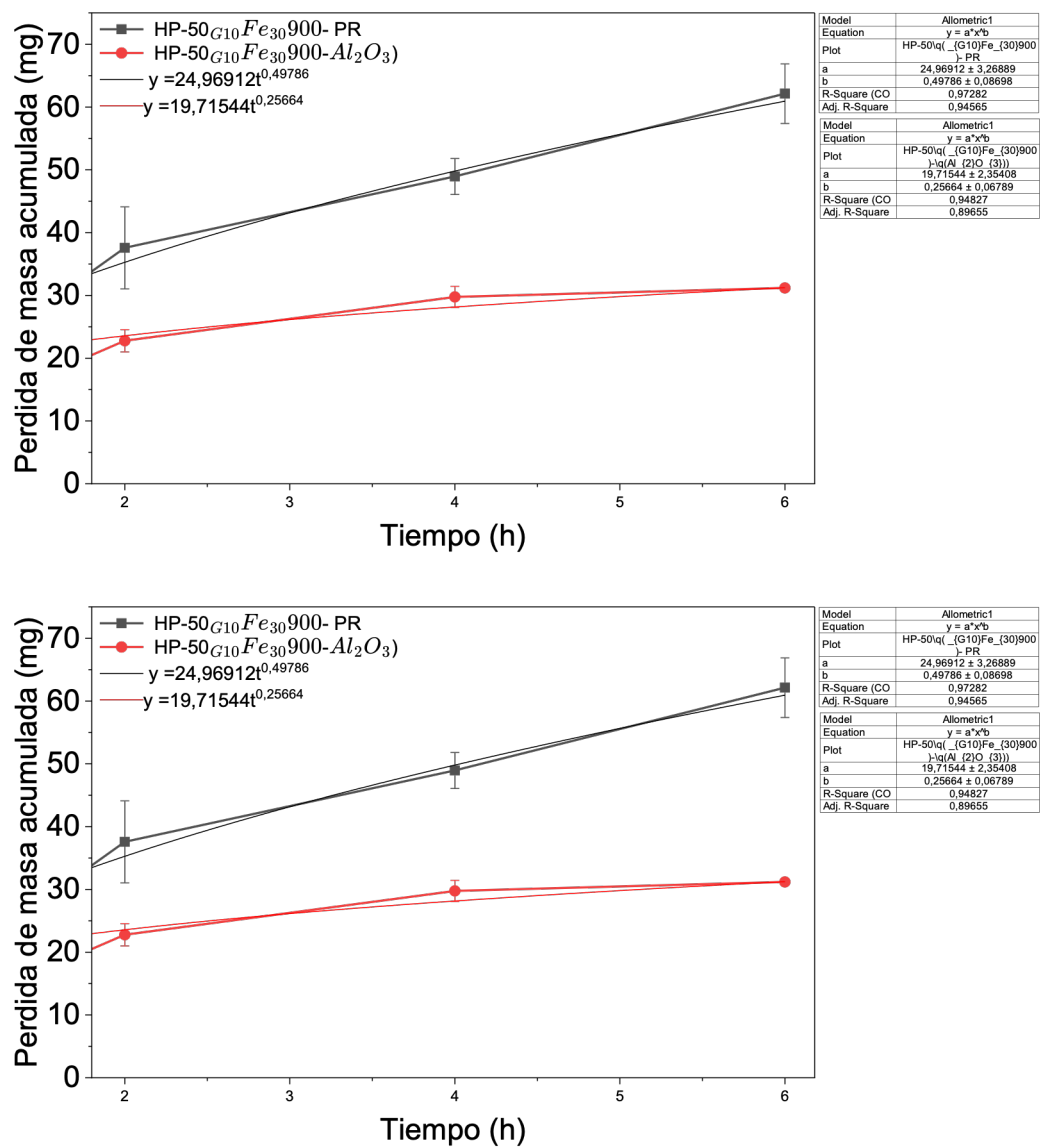
ANEXO 16: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra HP50_{G10}Fe₃₀900 en pulpa real.

Tiempo (h)	Pérdida M (mg)	SD±	Ph	SD±	T (°C)	SD±
0	0,000	0	8,1000	0,0577	18,5	0,0577
2	20,155	1,8811	8,2033	0,0367	19,2955	0,1005
4	6,1	0,8242	8,2033	0,0105	19,3944	0,0959
6	7,078	1,3659	8,2178	0,0275	21,1833	0,2131

ANEXO 17: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra HP50_{G10}Fe₃₀900 en pulpa Al₂O₃

Tiempo (h)	Pérdida M (mg)	SD±	Ph	SD±	T(°C)	SD±
0	0,0000	0,0000	8,2333	0,1453	18,7000	0,1528
2	12,9556	0,5749	8,2011	0,0045	19,9667	0,0333
4	3,9778	0,5457	8,1967	0,0050	19,4944	0,0966
6	0,8111	0,1235	8,3933	0,0363	21,9500	0,0408

ANEXO 18: Cinética de pérdidas de masa acumulada del cermet HP50_{G10}Fe₃₀900



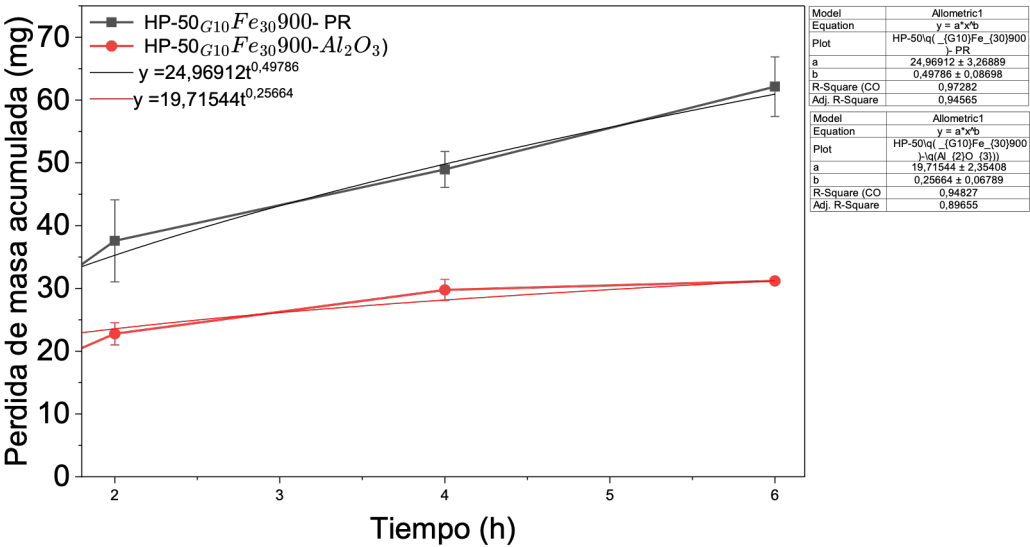
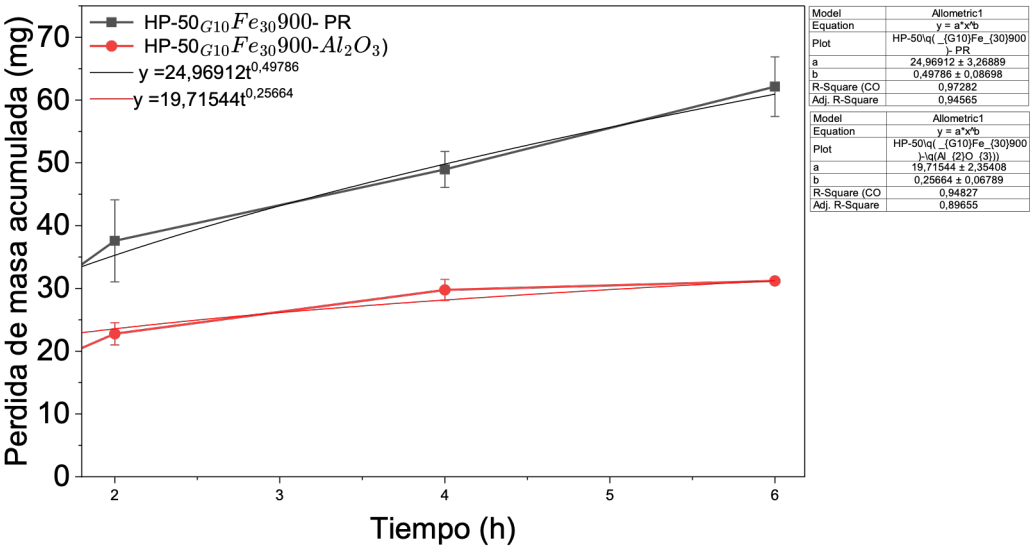
ANEXO 19: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra SPS-Fe5900DCP 1/1 en pulpa real.

Tiempo (h)	Pérdida M (mg)	SD±	Ph	SD±	T(°C)	SD±
0	0,0000	0,0000	8,2267	0,0088	18,5033	0,1613
2	87,8333	7,6231	8,1033	0,0067	19,2956	0,1005
4	52,7333	4,2367	8,6022	0,0301	19,3444	0,0580
6	48,5778	5,3892	8,4722	0,0036	21,6111	0,0455

ANEXO 20: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra SPS-Fe5900DCP 1/1 en pulpa Al2O3

Tiempo (h)	Pérdida M (mg)	SD±	Ph	SD±	T(°C)	SD±
0	0,0000	0,0000	8,1500	0,0058	18,1800	0,0153
2	45,1556	4,3399	8,0456	0,0096	19,1000	0,0884
4	18,2778	3,3354	8,2044	0,0073	19,2000	0,0966
6	12,2667	2,3818	8,2200	0,0215	21,8000	0,2131

ANEXO 21: Cinética de pérdidas de masa acumulada del cermet SPS-Fe₅900DCP 1/1



ANEXO 22: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra SPS-
50_{G10}Fe5900DCP _{1/9} en pulpa real.

Tiempo (h)	Pérdida M (mg)	SD±	Ph	SD±	T(°C)	SD±
0	0,00000	0,00000	8,12667	0,01453	18,45000	0,27538
2	66,3111	4,43970	8,20111	0,00455	19,96667	0,03333
4	30,7667	2,65972	8,23667	0,00882	19,71111	0,02606
6	18,48889	3,81762	8,40111	0,03352	21,20000	0,21082

ANEXO 23: Datos experimentales de ensayo ASTM G75 de la muestra SPS-
50_{G10}Fe5900DCP _{1/9} en pulpa Al₂O₃

Tiempo (h)	Pérdida M (mg)	SD±	Ph	SD±	T(°C)	SD±
0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0088	18,2300	0,0351
2	52,7889	1,9388	8,3189	0,0054	18,5889	0,0309
4	26,7889	4,0655	8,1811	0,0095	19,6500	0,0687
6	32,3444	4,1083	8,3933	0,0053	21,9500	0,0408

ANEXO 24: Datos del ensayo de desgaste G75 de muestras sinterizadas vía HP
pulpa real vs Al₂O₃

Tabla1: Datos del ensayo de la muestra de HP en pulpa real.

T.S	Rep licas	Pulp a	Mas a Inici al	2H	PH	Tem p	4H	PH	Tem p	6H	PH	Tem p	Áre a (cm 3)	Den sida d GR (g/c m3)
HP	M1	Real	11,6 900	11,6 745	8,12 00	19,6 000	11,6 745	8,18 00	19,8 000	11,6 701	8,14 00	21,8 000	17,0 853	3,97 81
	M1	Real	11,6 903	11,6 744	8,11 00	19,5 000	11,6 744	8,19 00	19,6 000	11,6 706	8,13 00	21,9 000	17,0 174	4,00 80
	M1	Real	11,6 904	11,6 753	8,10 00	19,7 000	11,6 743	8,18 00	19,0 000	11,6 708	8,16 00	22,0 000	17,1 230	3,98 79
HP	M2	Real	11,7 762	11,7 650	8,09 00	19,0 400	11,7 579	8,22 00	19,3 000	11,7 575	8,29 00	20,5 000	17,8 949	3,99 80
	M2	Real	11,7 762	11,7 651	8,07 00	19,1 000	11,7 577	8,21 00	19,1 000	11,7 574	8,28 00	20,4 000	17,6 982	4,02 29
	M2	Real	11,7 758	11,7 650	8,00 00	18,8 000	11,7 579	8,23 00	19,1 000	11,7 577	8,30 00	20,4 000	17,9 141	3,94 33
HP	M3	Real	8,42 18	8,38 72	8,11 00	19,3 200	8,37 70	8,20 00	19,5 500	8,36 07	8,22 00	21,1 500	17,0 853	3,97 81
	M3	Real	8,42 20	8,38 83	8,11 00	19,1 000	8,37 73	8,21 00	19,4 000	8,36 00	8,23 00	21,2 000	17,0 174	4,00 80
	M3	Real	8,42 18	8,38 83	8,10 00	19,5 000	8,37 72	8,21 00	19,7 000	8,35 97	8,21 00	21,3 000	17,1 230	3,98 79
Promedios			10,6 294	10,6 092	8,09 00	19,2 956	10,6 031	8,20 33	19,3 944	10,5 961	8,21 78	21,1 833	1,73 29	3,99 02

Tabla 2: Datos del ensayo de la muestra de HP en pulpa Al₂O₃

T.S	Rep licas	Pulp a	Mas a Inici al	2H	PH	Tem p	4H	PH	Tem p	6H	PH	Tem p	Áre a (cm 3)	Den sida d GR (g/c m3)
HP	M1	AL2	12,1 910	12,1 783	8,20 00	19,9 000	12,1 782	8,18 00	19,8 000	12,1 773	8,52 00	21,9 000	17,6 256	3,95 01
	M1	O3	12,1 900	12,1 799	8,18 00	20,0 000	12,1 784	8,19 00	19,6 000	12,1 775	8,54 00	22,0 000	17,5 676	3,95 61
	M1	AL2	12,1 908	12,1 795	8,22 00	19,8 000	12,1 788	8,17 00	19,9 000	12,1 771	8,50 00	21,8 000	17,3 922	3,94 89
HP	M2	AL2	12,7 648	12,7 535	8,20 00	19,9 000	12,7 470	8,20 00	19,3 000	12,7 465	8,26 00	22,0 000	18,9 660	4,01 09
	M2	O3	12,7 648	12,7 553	8,19 00	20,0 000	12,7 472	8,20 00	19,1 000	12,7 457	8,28 00	21,9 000	18,8 335	4,04 16
	M2	AL2	12,7 649	12,7 536	8,22 00	20,0 000	12,7 465	8,22 00	19,1 000	12,7 465	8,27 00	22,2 000	18,6 292	4,09 33
HP	M3	AL2	8,69 49	8,67 78	8,20 00	19,9 000	8,67 47	8,20 00	19,5 500	8,67 32	8,39 00	21,9 500	18,9 660	4,01 09
	M3	O3	8,69 48	8,67 87	8,21 00	20,1 000	8,67 41	8,20 00	19,4 000	8,67 40	8,40 00	22,0 000	18,8 335	4,04 16
	M3	AL2	8,69 50	8,67 78	8,19 00	20,1 000	8,67 37	8,21 00	19,7 000	8,67 35	8,38 00	21,8 000	18,6 292	4,09 33
Promedios			11,2 168	11,2 038	8,20 11	19,9 667	11,1 998	8,19 67	19,4 944	11,1 990	8,39 33	21,9 500	1,83 83	4,01 63

ANEXO 25:Datos del ensayo de desgaste G75 muestras sinterizadas vía SPS en pulpa real vs Al₂O₃

Tabla 3: Datos del ensayo de la muestra de SPS-M4 en pulpa real.

T.S	Replicas	Pulpa	Masa Inicial	2H	PH	Tem p	4H	PH	Tem p	6H	PH	Tem p	Área (cm ³)	Densidad GR (g/cm ³)
SPS-M4	M1	Real	8,33	8,22	8,13	19,6	8,17	8,70	19,4	8,14	8,48	21,8	16,2	3,55
			57	69	00	000	72	00	000	48	00	000	942	75
	M1	Real	8,33	8,22	8,12	19,5	8,17	8,71	19,6	8,14	8,47	21,7	15,9	3,61
			57	68	00	000	71	00	000	48	00	000	494	18
	M1	Real	8,33	8,22	8,11	19,7	8,17	8,71	19,6	8,14	8,46	21,6	15,6	3,75
			56	68	00	000	59	00	000	48	00	000	961	84
SPS-M4	M2	Real	7,33	7,30	8,09	19,0	7,28	8,50	19,2	7,26	8,47	21,4	13,7	3,62
			21	69	00	400	43	00	000	37	00	000	432	93
	M2	Real	7,33	7,30	8,07	19,1	7,28	8,51	19,1	7,26	8,49	21,6	13,8	3,62
			07	75	00	000	37	00	000	37	00	000	155	19
	M2	Real	7,33	7,30	8,08	18,8	7,28	8,49	19,3	7,26	8,48	21,5	13,8	3,60
			18	68	00	000	40	00	000	43	00	000	610	32
SPS-M4	M3	Real	6,26	6,13	8,11	19,3	6,04	8,60	19,3	5,95	8,48	21,6	16,2	3,55
			20	22	00	200	68	00	000	30	00	000	942	75
	M3	Real	6,26	6,13	8,12	19,1	6,04	8,58	19,2	5,95	8,46	21,8	15,9	3,61
			21	15	00	000	72	00	000	30	00	000	494	18
	M3	Real	6,26	6,13	8,10	19,5	6,04	8,62	19,4	5,95	8,46	21,5	15,6	3,75
			20	18	00	000	64	00	000	33	00	000	961	84
	Promedios		7,30	7,22	8,10	19,2	7,16	8,60	19,3	7,12	8,47	21,6	1,52	3,63
			97	19	33	956	92	22	444	06	22	111	55	44

Tabla 4: Datos del ensayo de la muestra de SPS-M4 en pulpa de Al₂O₃.

T.S	Replicas	Pulpa	Masa Inicial	2H	PH	Tem p	4H	PH	Tem p	6H	PH	Tem p	Área (cm ³)	Densidad GR (g/cm ³)
SPS-M4	M1	AL2	7,96	7,93	8,01	18,1	7,93	8,18	19,8	7,93	8,15	21,8	13,1	3,86
		O3	94	27	00	000	13	00	000	07	00	000	957	65
	M1	AL2	7,96	7,93	8,02	18,3	7,93	8,19	19,6	7,93	8,13	21,9	13,4	3,78
		O3	94	29	00	000	17	00	000	06	00	000	948	32
	M1	AL2	7,96	7,93	8,02	18,0	7,93	8,17	19,9	7,93	8,16	22,0	13,6	3,74
		O3	92	28	00	000	27	00	000	07	00	000	206	33
SPS-M4	M2	AL2	7,90	7,88	8,09	18,6	7,88	8,22	19,3	7,88	8,29	20,5	13,9	3,81
		O3	40	90	00	000	50	00	000	42	00	000	373	12
	M2	AL2	7,90	7,88	8,07	18,7	7,88	8,21	19,1	7,88	8,28	20,4	13,9	3,80
		O3	31	89	00	000	50	00	000	41	00	000	704	95
	M2	AL2	7,90	7,88	8,08	18,7	7,88	8,24	19,1	7,88	8,31	20,4	14,1	3,73
		O3	39	92	00	000	48	00	000	43	00	000	430	57
SPS-M4	M3	AL2	6,60	6,51	8,05	18,3	6,46	8,20	19,5	6,43	8,22	21,1	13,1	3,86
		O3	04	62	00	500	61	00	500	10	00	500	957	65
	M3	AL2	6,60	6,51	8,03	18,6	6,46	8,21	19,4	6,43	8,23	21,2	13,4	3,78
		O3	03	61	00	000	69	00	000	17	00	000	948	32
	M3	AL2	6,60	6,51	8,04	18,2	6,46	8,22	19,7	6,43	8,21	21,3	13,6	3,74
		O3	07	62	00	000	60	00	000	18	00	000	206	33
	Promedios		7,49	7,44	8,04	18,3	7,42	8,20	19,4	7,41	8,22	21,1	1,36	3,79
			12	60	56	944	77	44	944	55	00	833	30	36

Tabla 5: Datos del ensayo de la muestra de SPS-M8 en pulpa real

T.S	Rep licas	Pulp a	Mas a Inici al	2H	PH	Tem p	4H	PH	Tem p	6H	PH	Tem p	Áre a (cm 3)	Den sida d GR (g/c m3)
SPS -M8	M1	Real	7,70 62	7,65 73	8,20 00	19,9 000	7,63 11	8,22 00	19,6 000	7,62 81	8,29 00	20,5 000	16,1 088	3,54 89
	M1	Real	7,70 56	7,65 66	8,18 00	20,0 000	7,63 06	8,21 00	19,7 000	7,62 76	8,27 00	20,3 000	16,1 750	3,49 26
	M1	Real	7,70 58	7,65 63	8,22 00	19,8 000	7,63 03	8,20 00	19,8 000	7,62 73	8,28 00	20,6 000	16,2 302	3,46 81
	M2	Real	7,22 69	7,17 77	8,20 00	19,9 000	7,16 28	8,26 00	19,8 000	7,15 98	8,52 00	21,9 000	15,1 502	3,73 84
SPS -M8	M2	Real	7,22 71	7,17 81	8,19 00	20,0 000	7,16 30	8,28 00	19,7 000	7,16 00	8,50 00	21,8 000	15,2 681	3,68 08
	M2	Real	7,22 70	7,17 78	8,22 00	20,0 000	7,16 34	8,24 00	19,7 000	7,16 04	8,51 00	22,0 000	15,2 433	3,62 75
	M3	Real	5,78 57	5,66 54	8,20 00	19,9 000	5,61 34	8,24 00	19,7 000	5,56 13	8,41 00	21,2 000	16,1 088	3,54 89
SPS -M8	M3	Real	5,75 60	5,66 46	8,21 00	20,1 000	5,61 28	8,22 00	19,8 000	5,56 10	8,43 00	21,1 000	16,1 750	3,49 26
	M3	Real	5,75 50	5,66 47	8,19 00	20,1 000	5,61 42	8,26 00	19,6 000	5,56 97	8,40 00	21,4 000	16,2 302	3,46 81
	Promedios		6,89 95	6,83 32	8,20 11	19,9 667	6,38 83	8,23 67	19,7 111	6,78 39	8,40 11	21,2 000	1,58 54	3,56 29

Tabla 2: Datos del ensayo de la muestra de SPS-M8 en pulpa de Al₂O₃.

T.S	Rep licas	Pulp a	Mas a Inici al	2H	PH	Tem p	4H	PH	Tem p	6H	PH	Tem p	Áre a (cm 3)	Den sida d GR (g/c m3)
SPS -M8	M1	AL2 O3	7,96 60	7,92 80	8,31 00	18,7 000	7,92 32	8,15 00	19,8 000	7,92 22	8,52 00	21,9 000	15,2 707	3,78 83
	M1	AL2 O3	7,96 60	7,92 76	8,30 00	18,6 000	7,92 37	8,17 00	20,0 000	7,92 10	8,54 00	22,0 000	15,8 248	3,62 41
	M1	AL2 O3	7,96 63	7,92 75	8,33 00	18,5 000	7,92 35	8,13 00	19,6 000	7,92 15	8,50 00	21,8 000	15,8 760	3,64 40
	M2	AL2 O3	7,07 80	7,02 95	8,33 00	18,7 000	7,01 12	8,22 00	19,5 000	6,98 25	8,26 00	22,0 000	15,9 129	3,55 27
SPS -M8	M2	AL2 O3	7,07 74	7,02 93	8,35 00	18,6 000	7,01 17	8,20 00	19,3 000	6,98 19	8,28 00	21,9 000	16,0 240	3,46 14
	M2	AL2 O3	7,07 78	7,02 01	8,32 00	18,5 000	7,01 13	8,20 00	19,7 000	6,98 26	8,27 00	22,2 000	15,5 333	3,68 35
	M3	AL2 O3	4,80 72	4,73 86	8,32 00	18,7 000	4,67 76	8,19 00	19,6 500	4,61 17	8,39 00	21,9 500	15,2 707	3,78 83
SPS -M8	M3	AL2 O3	4,80 72	4,73 87	8,30 00	18,5 000	4,67 75	8,17 00	19,5 000	4,61 10	8,40 00	22,0 000	15,8 248	3,62 41
	M3	AL2 O3	4,80 73	4,73 88	8,31 00	18,5 000	4,67 73	8,20 00	19,8 000	4,61 15	8,38 00	21,8 000	15,8 760	3,64 40
	Promedios		6,61 70	6,56 42	8,31 89	18,5 889	6,53 74	8,18 11	19,6 500	6,50 51	8,39 33	21,9 500	1,57 13	3,64 56

ANEXO 26: Resultados del Slurry Pot Test

Muestra	Replicas	Técnica de sinterización	Diámetro (mm)	Error Diámetro (mm)	Altura(m m)	Error Altura(m m)	Masa inicial (g)	Error Masa inicial (g)	Volúmen (cm3)	Error Volúmen (cm3)	Densidad GR (g/cm3)	Error Densidad GR (g/cm3)	Duración del ensayo	Material Abrasivo	RP M	Disco empleado para el ensayo	Masa después del ensayo	Error Masa después del ensayo
HP1	1	Host Press	25,47		11,72		23,8764		2,747729964		8,68950017		6 h	600 g de AL2O3 con mesh 400 y 600 g de agua destilada	600	IAA4560	22,9103	
			25,46	0,00333333	11,72	0,00333333	23,8763	3,33333E-05	2,746651153	0,001771051	8,69287677	0,005584997					22,9098	0,0002333
			25,47		11,73		23,8764		2,752420923		8,67469063						22,9106	
25,56			11,75		22,9087		2,771573907		8,26559232		21,9317							
HP2	2		25,55	0,00333333	11,7	0,018559215	22,9092	0,02768371	2,7469611	0,008872053	8,33983415	0,022249233					21,9322	0,02768371
			25,55		11,76		22,992		2,775207301		8,28478651						22,015	
		19,57		12,54		13,8404		2,416995156		5,72628371		13,8289						
SPS-M4-1	1	19,54	0,008819171	12,53	0,00333333	13,8406	6,66667E-05	2,40944259	0,002223545	5,74431616	0,005304494	13,829	0,00038442					
		SPS	19,56		12,53		13,8404		2,411908754		5,7383597		13,8278					
			19,76		13,05		13,9915		2,643004149		5,29378662		13,981					
SPS-M4-2	2	19,74	0,008819171	13,05	0,00333333	13,9917	5,7735E-05	2,640329044	0,000897307	5,29922588	0,001817924	13,9778	0,00176163					
		19,73		13,06		13,9916		2,643037472		5,29375771		13,9839						

ANEXO 27: Productividad Científica

Proyectos de investigación vinculados a la tesis doctoral

1. Investigador principal, Desarrollo de Materiales CERMET Fe-SiC altamente densificados sinterizados por plasma de chispa (SPS) para extensión de la vida útil de componentes sometidos a ambientes extremos de desgaste abrasivo. Proyecto ANID Tesis Doctoral en Sector Productivo N.º 88240023 (2024–2026).
2. Asistente de investigación, Desarrollo de revestimiento metal cerámico Fe-SiC para aplicaciones de alta abrasividad. Proyecto FONDEF ID22I10130 (2022–2024).

Publicaciones científicas vinculadas directamente a la tesis doctoral

1. Oropesa, Y.; Saucedo, S.; Lascano, S.; Maril, M.; Chávez-Vásquez, R.; Fuentes, N.; Contreras, J.; Araya, N. Microstructural Features and Mechanical Response of Fe–SiC Cermets Processed by SPS: Influence of Current Mode, Particle Size Distribution and Sintering Time. *Ceramics International*, 2026. DOI: 10.1016/j.ceramint.2026.01.244.
2. Oropesa, Y.; Maril, M.; Saucedo, S.; Fuentes, N.; Salvo, C.; Sanhueza, J. P.; De Barbieri, F.; Araya, N. Microstructure, Mechanical Properties, and Wear Resistance of Novel Hot-Pressed Fe–SiC Reactive Cermets. *Ceramics International*, 2026. DOI: 10.1016/j.ceramint.2026.07.509

Solicitud de patente vinculada a la tesis doctoral

1. Araya Rivera, N. I.; Sanhueza Araya, J. P.; Oropesa Márquez, Y.; Maril Millán, M. S.; Contreras Cerón, J. B.; Fuentes Valencia, N. B.; Saucedo Martínez, S. Un proceso de elaboración de un material metálico/cerámico. Solicitud de Patente de Invención N.º 202503133, Instituto Nacional de Propiedad Industrial (INAPI), Chile. Solicitante: Universidad de Concepción. Estado: En trámite, 2025.

Congresos y presentaciones vinculadas al doctorado

1. Oropesa, Y.; Saucedo, S.; Contreras-Cerón, J.; Machado, I.; Lascano, S.; Araya, N. Abrasive wear of Fe–SiC cermets processed by hot pressing and spark plasma sintering. 8th World Tribology Congress (WTC), Río de Janeiro, Brasil, 2026.
2. Oropesa, Y.; Saucedo, S.; Contreras, J.; Machado, I.; Lascano, S.; Araya, N. Processing-Driven Tribological Performance of Fe–SiC Cermets: Comparison Between Hot Pressing and Spark Plasma Sintering. International Materials Research Congress (IMRC), Cancún, México, 2026.

3. Oropesa, Y.; Saucedo, S.; Lascano, S.; Maril, M.; Chávez-Vásquez, R.; Suazo, D.; Contreras-Cerón, J.; Araya, N. CERMETS Fe-SiC sinterizados por SPS: hacia materiales de bajo costo y alto desempeño. XXXV Jornadas Chilenas de Química, Chile, 2026.
4. Oropesa, Y. Diseño microestructural de cermet FeSiC sinterizados por SPS para aplicaciones abrasivas. XXIII Congreso Internacional CONAMET-SAM, Chile, 2025.
5. Suazo, D.; Contreras, J.; Oropesa, Y.; Araya, N. Estudio de la densificación de cermets de Fe-SiC para aplicaciones de desgaste. XXIII Congreso Internacional CONAMET-SAM, Chile, 2025.
6. Araya, N.; Oropesa, Y.; Contreras, J.; Aguilar, C.; Lascano, S.; Salvo, C.; Saucedo, S.; Maril, M. Influence of the sintering process on the slurry erosion behavior of new Fe-SiC cermets. Symposium on Tribology, Francia, 2024.
7. Oropesa, Y.; Saucedo, S.; Fuentes, N.; Maril, M.; Araya, N. Síntesis y caracterización de cermet Fe-SiC. CONAMET-SAM/IBEROMAT, Chile, 2023.
8. Araya, N.; Sanhueza, J.P.; Salvo, C.; Maril, M.; Oropesa, Y.; Saucedo, S. Development and characterization of new Fe-SiC sintered cermet for anti-abrasive applications. International Materials Research Congress, México, 2023.
9. Fuentes, N.; Maril, M.; Oropesa, Y.; Saucedo, S.; Araya, N. Análisis del comportamiento electroquímico de cermets SiC-Fe para aplicaciones mineras. CONAMET-SAM/IBEROMAT, Chile, 2023.
10. Contreras, J.; Fuentes, N.; Maril, M.; Saucedo, S.; Oropesa, Y.; Araya, N. Estudio comparativo de densificación de cermets Fe-SiC mediante Press and Sinter y Hot Pressing. CONAMET-SAM/IBEROMAT, Chile, 2023.

Otras publicaciones científicas desarrolladas durante el doctorado

1. Oropesa, Y.; Araya, N.; Oñate, A.; Maril, M.; Saucedo, S.; Vargas-Silva, G.; Tuninetti, V.; Lanziotti, C. Composite Materials for Lightweight and High-Performance Aerospace Structures. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part L: Journal of Materials: Design and Applications, 2026. DOI: 10.1177/14644207261429085.
2. Oñate, A.; Oropesa, Y.; Saucedo, S.; Miranda, A.; Medina, C.; Tuninetti, V. Progressive Stiffening in GFRP Composites with Low-Concentration, Non-Functionalized SiC Microparticles: An Experimental–Computational Approach. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2025. DOI: 10.1177/07316844251360968.

3. Cabrera, M.; Oropesa, Y.; Sanhueza, J.P.; Tuninetti, V.; Oñate, A. Multicomponent Alloys Design and Mechanical Response: From High Entropy Alloys to Complex Concentrated Alloys. *Materials Science & Engineering R: Reports*, 2024. DOI: 10.1016/j.mser.2024.100853.
4. Oñate, A.; Campos, C.; Contreras-Cerón, J.; Cabrera, M.; Oropesa, Y.; Suazo, D. Multiscale Analysis of Microstructural Evolution and Mechanical Response in WAAM-GMAW ER70S-6 Steel under Different Deposition Conditions. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2026. DOI: 10.1007/s00170-026-19013-5.