



UNIVERSIDAD MICHOACANA  
DE  
SAN NICOLAS DE HIDALGO



---

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALURGICAS

**“ESTUDIO INTERFACIAL Y EVALUACIÓN MECÁNICA  
DURANTE LA UNIÓN DE CARBURO DE TUNGSTENO Y NÍQUEL  
EMPLEANDO UNA ALEACIÓN DE COBRE”**

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

**MAESTRO EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

PRESENTA:

**LEONEL CEJA CÁRDENAS**

ASESOR:

**DR. JOSÉ LEMUS RUIZ**

*MORELIA, MICHOACÁN*



*SEPTIEMBRE 2005*

---

---

# RESUMEN

---

---

El carburo de tungsteno (WC) es un cerámico duro, capaz de soportar grandes compresiones, además de tener buena resistencia al desgaste y a la oxidación a temperaturas elevadas, aunado a la capacidad de resistir cambios repentinos de temperatura, y ser químicamente resistente. Sin embargo, para incrementar el potencial práctico de estos materiales es necesario desarrollar técnicas de unión viables que permitan, a partir de la fabricación de uniones de formas simples, producir componentes de formas complejas en situaciones donde la maquinaria tiene un elevado costo o donde las necesidades de las propiedades de un cerámico requieren ser combinadas con las propiedades de un metal, ya que ambas son esenciales para el funcionamiento de un componente o mecanismo. Por tal motivo, los procesos de unión cerámico/metal y cerámico/cerámico como Brazing constituyen una alternativa viable en la integración de los materiales cerámicos en aplicaciones prácticas.

El presente trabajo está enfocado a diferentes aspectos del estudio interfacial y evaluación mecánica durante la unión de muestras de WC/Ni y WC/WC utilizando como elemento de unión una aleación Cu-Zn. Los experimentos de unión se realizaron variando la temperatura en el rango de 730 °C a 980 °C, empleando diferentes tiempos de permanencia en una atmósfera inerte de argón (Ar). El estudio interfacial se realizó en la sección transversal de muestras unidas y pulidas utilizando diversas técnicas: Microscopía Óptica, DRX, MEB, EPMA, Barrido en línea y Mapeo. En los resultados se puede observar una línea de unión uniforme, homogénea y con la ausencia tanto de porosidades como agrietamientos, además para el sistema WC/Cu-Zn/Ni es posible percibir una zona de difusión donde se observa la difusión de cobalto hacia el elemento de unión, el cual, va decreciendo en la dirección del metal. Así mismo, se observa la difusión de níquel disminuyendo en la dirección del cerámico. Para el arreglo WC/Cu-Zn/WC puede apreciarse una fragilización en el cerámico, producto de

la preparación de las muestras y causada posiblemente por el calentamiento del elemento de unión, el cual tiende a hacer quebradiza la interfase.

La evaluación mecánica se realizó por pruebas de flexión por cuatro puntos obteniendo valores de resistencias promedio máximas de 255 MPa para el sistema WC/Cu-Zn/Ni, cuando las muestras fueron unidas a 980 °C por 15 minutos. Así mismo, se observa una disminución en la resistencia de unión a temperaturas mayores a 15 minutos producida probablemente por la evaporación del zinc en mayor cantidad y a la generación de esfuerzos residuales los cuales afectan la interfase formada. Cabe mencionar el hecho de que para tiempos diferentes a 15 minutos se observa una resistencia de unión promedio mayor a 100 MPa.

En el caso del arreglo WC/Cu-Zn/WC, la resistencia máxima promedio es de 145 MPa para muestras unidas a 980 °C por 60 minutos, debido a que el zinc que se encontraba presente en la interfase se a evaporado por completo, lo cual, promueve que exista una mejor interacción entre la interfase y el cerámico.

---

---

# *A G R A D E C I M I E N T O S*

---

---

Quiero expresar mis agradecimientos a varias personas y a las instituciones que hicieron posible la elaboración del presente trabajo.

Primeramente, al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), y al Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la U. M. S. N. H. Por el apoyo económico y por permitirme el uso de sus instalaciones para llevar a cabo el presente trabajo.

A mi asesor, el Dr. José Lemus Ruiz, por el apoyo brindado durante todo este tiempo, su paciencia y motivación para desarrollarme en el campo de la investigación, así como el guiarme en la elaboración del presente trabajo.

Muchas gracias al personal técnico, del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la U. M. S. N. H. por su contribución indispensable en el presente trabajo: Ing. Francisco Solorio González (MEB), Sra. Victoria Luque Valdivia (DRX), así como M. C. María de Lourdes Mondragón Sánchez (MEB) del Instituto Tecnológico de Morelia y al Tec. Carlos Flores Morales (MFA) del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM.

Finalmente, agradecer a mis padres Carmen y Antonio por su apoyo incondicional en las decisiones tomadas a lo largo de mi vida. A mis hermanos Oscar y Toño, así como a sus hijas Alba y Perla por ser parte esencial en mi familia.

---

---

# CONTENIDO

---

---

RESUMEN .....	<i>i</i>
AGRADECIMIENTOS .....	<i>iii</i>
CONTENIDO .....	<i>iv</i>
LISTA DE FIGURAS .....	<i>vii</i>
LISTA DE TABLAS .....	<i>xii</i>
<b>OBJETIVOS .....</b>	<b>1</b>
<b>Capítulo 1: INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>2</b>
<b>Capítulo 2: REVISIÓN BIBLIOGRAFICA .....</b>	<b>8</b>
.....	8
2.1 Propiedades de los materiales .....	8
2.2 Carburos cementados .....	9
2.2.1 Carburo de tungsteno .....	10
2.2.2 Propiedades del carburo de tungsteno .....	11
2.2.3 Procesamiento del carburo de tungsteno .....	13
2.3 Latones .....	15
2.3.1 Aleación Cu70-Zn30 .....	16
2.4 Níquel .....	16
2.5 Técnicas de unión en materiales cerámicos .....	17
2.6 Técnicas de unión cerámico-metal .....	20
2.7 Brazing .....	21
2.7.1 Parámetros de unión en Brazing .....	21
2.7.2 Ventajas y desventajas del Brazing .....	23

2.7.3 Unión de materiales cerámicos por Brazing .....	25
2.8 Interacciones cerámico-metal .....	26
2.9 Problemas de la unión cerámico-metal .....	28
2.9.1 Esfuerzos residuales de origen térmico .....	29
2.10 Evaluación mecánica de la unión .....	36
2.11 Uniones cerámico-metal y cerámico-cerámico .....	39
<b>Capítulo 3: DESARROLLO</b> .....	<b>EXPERIMENTAL</b> 40
.....	41
3.1 Materiales de inicio .....	41
3.2 Análisis termodinámico .....	41
3.3 Caracterización de los materiales de inicio .....	42
3.3.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB) .....	42
3.3.2 Difracción de rayos X (DRX) .....	44
3.3.3 Microscopía de fuerza atómica (MFA) .....	44
3.4 Proceso de unión .....	45
3.4.1 Preparación de la superficie .....	46
3.4.2 Arreglo de la unión .....	47
3.4.3 Unión .....	48
3.5 Caracterización de la unión .....	49
3.6 Evaluación mecánica .....	
3.6.1 Prueba de flexión por cuatro puntos .....	51
	51
<b>Capítulo 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....	54
4.1 Análisis termodinámico .....	57
4.2 Caracterización del carburo de tungsteno .....	58
4.3 Caracterización de la aleación Cu-Zn .....	59
4.4 Caracterización del níquel .....	59
4.5 Unión del WC/Ni empleando la aleación Cu <sub>70</sub> -Zn <sub>30</sub> .....	61
4.5.1 Microscopía de fuerza atómica .....	62
4.5.2 Resultados experimentales de la unión WC/Cu-Zn/Ni .....	64

4.5.3 Difracción de rayos X (Muestra sin unir) .....	71
4.5.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB) .....	72
4.5.5 Difracción de rayos X (Muestra unida) .....	77
4.5.6 Microanálisis puntual (EPMA) .....	80
4.5.7 Análisis químico interfacial del sistema WC/Cu-Zn/Ni .....	80
4.5.8 Distribución atómica en la unión WC/Cu-Zn/Ni .....	83
4.5.9 Efecto de la temperatura en uniones WC/Ni .....	85
4.5.10 Evaluación mecánica en uniones WC/Cu-Zn/Ni .....	85
4.6 Unión del WC/WC empleando la aleación Cu70-Zn30 .....	86
4.6.1 Resultados experimentales de la unión WC/Cu-Zn/WC .....	88
4.6.2 Caracterización interfacial de la uniones WC/Cu-Zn/WC ....	91
4.6.3 Análisis químico interfacial del sistema WC/Cu-Zn/WC	91
.....	95
4.6.4 Distribución atómica en la unión WC/Cu-Zn/WC .....	
4.6.5 Evaluación mecánica en uniones WC/Cu-Zn/WC	98
.....	
4.7 Análisis de los resultados obtenidos .....	100
	101
<b>Capítulo 5: CONCLUSIONES</b> .....	105
RECOMENDACIONES .....	
REFERENCIAS .....	
APÉNDICE .....	

---

---

# LISTA DE FIGURAS

---

---

## *Capítulo 1:*

<b>Figura 1.1</b>	Usos de los materiales cerámicos en el mercado en 1985 .....	2
<b>Figura 1.2</b>	Ensamble de un inserto de WC con el portaherramientas .....	6
<b>Figura 1.3</b>	La punta de la broca es de carburo de tungsteno, la cual va soldada .....	7
<b>Figura 1.4</b>	Cuchilla circular con insertos de carburo de tungsteno .....	7

## *Capítulo 2:*

<b>Figura 2.1</b>	Microestructura de una muestra fracturada de WC94/Co6, atacada con ácido fluorhídrico por 20 minutos, La matriz blanca es el metal (cobalto); las partículas grises son el cerámico (carburo de tungsteno) .....	9
<b>Figura 2.2</b>	Diagrama de fase WC-Co .....	13
<b>Figura 2.3</b>	Diagrama de fase Cu-Zn .....	14
<b>Figura 2.4</b>	Técnicas de unión en materiales cerámicos .....	17
<b>Figura 2.5</b>	Materiales de aporte .....	20
<b>Figura 2.6</b>	Fuerzas superficiales actuando entre un líquido en equilibrio descansando sobre un sólido .....	23
<b>Figura 2.7</b>	Condiciones de mojado .....	24
<b>Figura 2.8</b>	Esquema ilustrativo de varios defectos en uniones cerámico-metal .....	27



<b>Figura 2.9</b>	Ilustración esquemática de esfuerzos térmicos en la interfase de unión y el modo de fractura debido a la diferencia del coeficiente de expansión térmica .....	28
<b>Figura 2.10</b>	Esquema de varios métodos de evaluación mecánica realizados sobre uniones cerámico/metal .....	31
<b>Figura 2.11</b>	Comparación de la distribución de esfuerzos de tensión para muestras ensayadas por flexión en tres puntos, flexión en cuatro puntos y tensión uniaxial .....	33
<b>Figura 2.12</b>	Distribución del esfuerzo flexionante en una flecha circular .....	34
<b>Figura 2.13</b>	Derivación del modelo, para determinar la ecuación de esfuerzo por flexión en tres puntos y flexión en cuatro puntos .....	35

**Capítulo 3:**

<b>Figura 3.1</b>	Procedimiento experimental .....	39
<b>Figura 3.2</b>	Esquema generalizado del funcionamiento del MFA .....	43
<b>Figura 3.3</b>	Representación esquemática del arreglo tipo sándwich .....	45
<b>Figura 3.4</b>	Esquema representativo del horno .....	46
<b>Figura 3.5</b>	Ciclo de calentamiento .....	47
<b>Figura 3.6</b>	Portamuestra de grafito .....	49
<b>Figura 3.7</b>	Muestras unidas para ser evaluadas por flexión .....	50
<b>Figura 3.8</b>	Esquema de la prueba de flexión por cuatro puntos .....	50

**Capítulo 4:**

<b>Figura 4.1</b>	Energía libre de descomposición del WC en función de la temperatura (datos obtenidos del F*A*C*T) .....	52
<b>Figura 4.2</b>	Diagrama de fase Cu-Ni .....	53
<b>Figura 4.3</b>	Diagrama de fase Co-Cu .....	54
<b>Figura 4.4</b>	Microestructura típica del WC94/Co6 atacada con ácido fluorhídrico por .....	55

	20 minutos .....	56
<b>Figura 4.5</b>	Análisis puntual (EPMA) del WC94/Co6 .....	56
<b>Figura 4.6</b>	Patrón de DRX del carburo de tungsteno .....	57
<b>Figura 4.7</b>	Análisis puntual (EPMA) del Cu70-Zn30 .....	57
<b>Figura 4.8</b>	Patrón de DRX de la aleación Cu70-Zn30 .....	58
<b>Figura 4.9</b>	Análisis puntual (EPMA) del níquel .....	59
<b>Figura 4.10</b>	Patrón de DRX del níquel .....	60
<b>Figura 4.11</b>	Imágenes de las superficies pulidas: a) WC y b) Ni .....	62
<b>Figura 4.12</b>	Representación esquemática de WC/Cu-Zn/Ni .....	62
<b>Figura 4.13</b>	Difractograma de la superficie del carburo de tungsteno a 730 °C por 1 minuto .....	63
<b>Figura 4.14</b>	Difractograma de la superficie de la aleación Cu-Zn que esta en contacto con el carburo de tungsteno a 730 °C por 1 minuto .....	63
<b>Figura 4.15</b>	Difractograma de la superficie de la aleación Cu-Zn que esta en contacto con el níquel a 730 °C por 1 minuto .....	64
<b>Figura 4.16</b>	Difractograma de la superficie del níquel a 730 °C por 1 minuto .....	65
<b>Figura 4.17</b>	Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 1 minuto .....	66
<b>Figura 4.18</b>	Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 1 minuto .....	66
<b>Figura 4.19</b>	Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 5 minutos .....	67
<b>Figura 4.20</b>	Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 15 minutos .....	68
<b>Figura 4.21</b>	Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones retrodispersados de una muestra unida a 980 °C por 15 minutos .....	69
<b>Figura 4.22</b>	Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones retrodispersados de una muestra unida a 980 °C por 25 minutos .....	70

<b>Figura 4.23</b>	Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones retrodispersados de una muestra unida a 980 °C por 35 minutos .....	70
<b>Figura 4.24</b>	Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 60 minutos .....	72
<b>Figura 4.25</b>	Patrones de difracción de la muestra fracturada a) Ni, b) Ni/Cu-Zn, c) Cu-Zn/WC y d) WC .....	73
<b>Figura 4.26</b>	Puntos analizados en la interfase WC/Cu-Zn/Ni en una muestra unida a 980 °C por 15 minutos .....	74
<b>Figura 4.27</b>	Microanálisis puntual (EPMA) de la muestra unida a 980 °C por 15 minutos: a) punto uno, b) punto dos .....	75
<b>Figura 4.28</b>	Microanálisis puntual (EPMA) del punto tres de la muestra unida a 980 °C por 15 minutos .....	76
<b>Figura 4.29</b>	Microanálisis puntual (EPMA) del punto cuatro de la muestra unida a 980 °C por 15 minutos .....	76
<b>Figura 4.30</b>	Representación gráfica de los microanálisis puntuales de la Figura 4.26 ..	77
<b>Figura 4.31</b>	Muestra de WC/Cu-Zn/Ni unida a 980 °C por 15 minutos .....	79
<b>Figura 4.32</b>	Representación grafica de los resultados cuantitativos mostrados en la Tabla 4.3 .....	81
<b>Figura 4.33</b>	Distribución atómica en la interfase de unión de una muestra WC/Cu-Zn/Ni unida a 980 °C por 15 minutos .....	82
<b>Figura 4.34</b>	Muestras de WC/Cu-Zn/Ni unidas por 15 minutos a diferentes temperaturas de unión, a) 980 °C, b) 930 °C, c) 880 °C y d) 830 °C .....	84
<b>Figura 4.35</b>	Ejemplo de una unión estándar para pruebas por flexión .....	84
<b>Figura 4.36</b>	Resistencia de unión en función del tiempo para muestras de WC/Cu-Zn/Ni unidas a 980 °C en una atmósfera de argón .....	87
<b>Figura 4.37</b>	Uniones del sistema WC/Cu-Zn/WC por el proceso brazing en una atmósfera de argón .....	88
<b>Figura 4.38</b>	Interfase WC/Cu-Zn/WC de una muestra unida a 980 °C por 15 minutos .	89
<b>Figura 4.39</b>	Muestra de WC/Cu-Zn/WC unida a 980 °C por 15 minutos .....	90
<b>Figura 4.40</b>	Representación grafica de los resultados cuantitativos mostrados en la Tabla 4.5 .....	

<b>Figura 4.41</b>	Distribución atómica en la interfase de unión de una muestra WC/Cu-Zn/WC unida a 980 °C por 15 minutos .....	92
<b>Figura 4.42</b>	Resistencia de unión en función del tiempo para muestra de WC/Cu-Zn/WC unidas en una atmósfera de argón a 980 °C .....	93
<b>Figura 4.43</b>	Distribución atómica en la interfase de unión de una muestra WC/Cu-Zn/WC unida a 980 °C por 60 minutos .....	94
 <i>Apéndice</i>		106
<b>Figura A-1</b>	Interfases WC/Ni observada en MEB por electrones retrodispersados .....	

---

---

# LISTA DE TABLAS

---

---

## *Capítulo 1:*

<b>Tabla 1.1</b>	Propiedades físicas y mecánicas de algunos materiales cerámicos y metales .....	4
------------------	---	---

## *Capítulo 2:*

<b>Tabla 2.1</b>	Efecto del zinc sobre las propiedades de las aleaciones de cobre .....	15
------------------	--	----

## *Capítulo 3:*

<b>Tabla 3.1</b>	Materiales de inicio .....	40
<b>Tabla 3.2</b>	Propiedades físicas y mecánicas de los materiales de inicio .....	40

## *Capítulo 4:*

<b>Tabla 4.1</b>	Impurezas del níquel .....	58
<b>Tabla 4.2</b>	Resultados experimentales de la unión WC/Cu-Zn/Ni por brazing .....	61
<b>Tabla 4.3</b>	Resultados por EPMA de los puntos señalados en la interfase del sistema WC/Cu-Zn/Ni, mostrados en la Figura 4.31 .....	78
<b>Tabla 4.4</b>	Resultados experimentales de la unión WC/Cu-Zn/WC por brazing .....	86
<b>Tabla 4.5</b>	Resultados por EPMA de los puntos señalados en la interfase del sistema WC/Cu-Zn/WC, mostrados en la Figura 4.39 .....	90

<b>Tabla 4.6</b>	Parámetros reportados por la literatura obtenidos para uniones del carburo de tungsteno con otro material .....	97
------------------	---	----

# OBJETIVOS

---

---

Los procesos de unión cerámico/metal y cerámico/cerámico como *Brazing* constituyen una alternativa viable en la integración de los materiales cerámicos en aplicaciones prácticas, sin embargo, un aspecto importante para valorar el potencial práctico de estos materiales, son las propiedades físicas y mecánicas de la unión. De tal manera, que es importante entender los mecanismos de formación de la interfase, lo cual afectará en forma directa las propiedades de la unión. En particular, analizaremos el sistema WC/Cu-Zn/Ni y WC/Cu-Zn/WC para los cuales se plantea como:

## ***Objetivo general:***

Encontrar las condiciones de unión, en función de los parámetros experimentales utilizados durante el ensamble de Carburo de Tungsteno/Carburo de Tungsteno y Carburo de Tungsteno/Níquel empleando una aleación Cobre-Zinc.

## ***Objetivos particulares:***

Caracterizar la interacción interfacial y estudiar su correlación con los parámetros experimentales de unión empleados.

Realizar la evaluación mecánica de las uniones producidas, optimizando los resultados en función de las condiciones experimentales y la formación interfacial de unión.

# Capítulo 1:

## INTRODUCCIÓN

De todos los materiales sintéticos, los cerámicos son los que tienen mayor historia. Tradicionalmente, los materiales cerámicos han sido basados en arcillas con o sin la adición de otros minerales<sup>[1]</sup>. Sin embargo, a finales de los años 80's y en los años 90's, la necesidad de los programas de defensa militar, además del deseo de compañías grandes de reducir sus costos operacionales, provocaron un rápido crecimiento en el desarrollo de nuevas tecnologías aplicadas a la producción de los llamados cerámicos avanzados, los cuales están basados en óxidos, carburos, nitruros o boruros, mediante enlaces iónicos o covalentes. La gran variedad de aplicaciones de los materiales cerámicos en esos años se puede observar claramente en la Figura 1.1.



**Figura 1.1 Usos de los materiales cerámicos en el mercado en 1985<sup>[1]</sup>.**

El progreso de estos materiales durante los últimos 15 años, ha revolucionado en forma dramática la industria, así como la ciencia de los materiales y el campo de la tecnología, debido a la variedad de usos actuales y al gran potencial de crecimiento en los sectores



industriales de la economía mundial, provocando que las compañías japonesas y europeas se incorporen al mercado estadounidense con sus propios subsidios o creando empresas de riesgo compartido. En la actualidad existen una variedad de nuevos usos para la cerámica avanzada que nunca fueron pensados anteriormente y una lista cada vez mayor de composiciones de estos materiales. El resultado de esto fomenta el mejoramiento de productos existentes y el nacimiento de nuevas tecnologías<sup>[1, 2]</sup>.

Por lo anterior, el desarrollo de los procesos de unión facilitan el uso de los materiales cerámicos y metales para su aplicación en una área determinada, debido a las propiedades que caracterizan a ambos, sin embargo, existen muchas otras razones para desear la unión de componentes metálicos y cerámicos como lo podrían ser la manufactura, el diseño de la pieza de trabajo y el factor económico. De tal forma, que el producir uniones que conlleven hacia un mejor aprovechamiento de las propiedades de ambos materiales, nos permitirá incrementar el potencial práctico y funcional de éstos.

No importa el método de unión empleado, la producción de una unión exitosa dependerá principalmente de los siguientes factores:

- Establecimiento de un contacto íntimo entre las piezas a unir.
- Conversión de ese contacto íntimo superficial en una superficie unida a nivel atómico.
- Habilidad de las interfases de unión de acomodar los esfuerzos residuales producidos por la diferencia en el coeficiente de expansión térmica generados durante el enfriamiento después de la fabricación o por los cambios de temperatura en la condiciones de operación.

Para poder obtener estos resultados en los materiales unidos, se requiere de información que es característica de cada material, como el coeficiente de expansión térmica, el módulo elástico, la resistencia a la fractura, etc., la cual nos permitirá hacer un análisis de la unión y poder establecer el alcance de las mismas<sup>[1]</sup>. A continuación en la Tabla 1.1 se muestran algunas propiedades características de los cerámicos y metales donde se puede observar las diferencias que existen entre ambos<sup>[3]</sup>.

**Tabla 1.1 Propiedades físicas y mecánicas de algunos materiales cerámicos y metales<sup>[3]</sup>.**

<i>Material</i>	<i>Temperatura de Fusión (°C)</i>	<i>Densidad Teórica (g/cm<sup>3</sup>)</i>	<i>Coefficiente de Expansión Térmica (10<sup>-6</sup>/°K)</i>	<i>Máxima Cedencia (MPa)</i>	<i>Módulo Elástico (GPa)</i>
HfB <sub>2</sub>	3200	11.2	7.6	100	----
B <sub>4</sub> C	2350	2.5	5.6	350	470
SiC	2700*	3.2	4.5	650	430
TiC	3100	4.9	8.6	700	430
<b>WC</b>	<b>2800</b>	<b>15.8</b>	<b>5.2</b>	<b>600</b>	<b>700</b>
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1900*	3.14	3.1	700 - 1000	310
TiN	2900	5.4	8.1	----	250
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2050	3.98	7.2 - 8.6	550	380
ZrO <sub>2</sub>	2960	5.6	7.5	180	140
Al	660	2.7	22.4	200	70
Cu	1083	9.0	16.4	220	130
Fe	1536	7.9	12.6	260	210
W	3387	19.3	4.66	550	410
<b>Ni</b>	<b>1453</b>	<b>8.908</b>	<b>13.3</b>	<b>400</b>	<b>210</b>

\*Descomponen

Las técnicas y métodos de unión se han desarrollado minuciosamente por varios años, no únicamente en la unión de metales a cerámico, sino también en la unión de cerámicos a cerámicos. Actualmente, estas técnicas de unión aunadas a las características especiales con que cuentan los materiales cerámicos avanzados (alta resistencia, buen comportamiento al desgaste, estabilidad dimensional, etc.), han logrado extender su uso, para remplazar a materiales existentes, además de abrir nuevos horizontes donde los metales no han podido satisfacer hasta ahora las necesidades de diseño, por lo cual, hace de los cerámicos avanzados, unos materiales muy interesantes para un elevado número de aplicaciones ingenieriles dentro del sector industrial como son:<sup>[1, 4]</sup>

**Electrónica:** La industria electrónica esta avanzado en muchos aspectos y esto se debe en gran medida a la disponibilidad de los materiales cerámicos avanzados, principalmente el uso de óxidos puros y mezclados para componentes electrónicos. Además, la viabilidad de producir substratos y empaquetamientos de multicapas creando metalizados superficiales y

aplicando técnicas de unión (soldering, brazing, etc.) para formar circuitos integrados. Actualmente, el uso de estos materiales se ha extendido en los transformadores y sensores fisicoquímicos<sup>[1, 5]</sup>.

**Automotriz:** A sido importante, el potencial de aplicación de estos materiales en unidades de poder dentro de la industria automotriz. No obstante, esta industria ha usado cerámicos por muchos años en varias aplicaciones, actualmente sigue desarrollándose y se está considerando su empleo en motores de combustión interna ya que estos materiales presentan ventajas en cuanto a su coeficiente de dilatación y fricción, además de la reducción de las fuerzas de inercia. Por lo que, ya son realidad algunos componentes como válvulas en motores diesel donde insertos de SiC y Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> resistentes al desgaste son unidos a una aleación Nimonic 80A (aleación Ni-Cr-Fe-Ti-Co)<sup>[1, 4, 6]</sup>.

**Intercambiadores de calor:** El uso en intercambiadores de calor es debido a la gran estabilidad térmica y a la buena resistencia a la corrosión de estos materiales<sup>[4]</sup>.

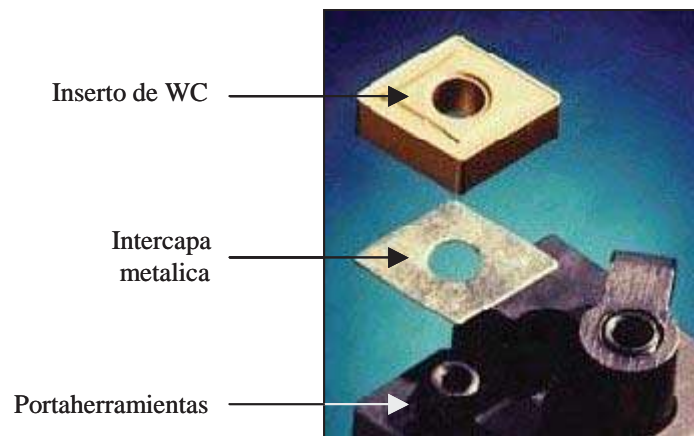
**Industria aeroespacial:** En esta área los cerámicos avanzados se empezaron a utilizar en estructuras espaciales, componentes de propulsión de aviones, helicópteros y cohetes, Además, es interesante la utilización de componentes cerámicos en turbocargadores, como el Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> el cual es unido a una flecha metálica con la finalidad de disminuir los complejos maquinados, y por otro lado, la utilización del SiC en turbinas de gas<sup>[1, 4, 6]</sup>.

**Aplicaciones médicas:** La ventaja que aporta este tipo de materiales es la mejor biocompatibilidad de estos frente a los tradicionales, encontrando sus usos como prótesis óseas, dentales y válvulas.

**Blindaje:** Se utilizan en protecciones de balística, debido a que un factor fundamental en el diseño de este tipo de protecciones es el peso, además que estos materiales aportan otras ventajas como su gran dureza, su elevada resistencia, su alto modulo elástico y su baja densidad, su empleo como elemento de protección suele ser en forma de placas, unidas a una base dúctil que puede ser el aluminio o un material compuesto.

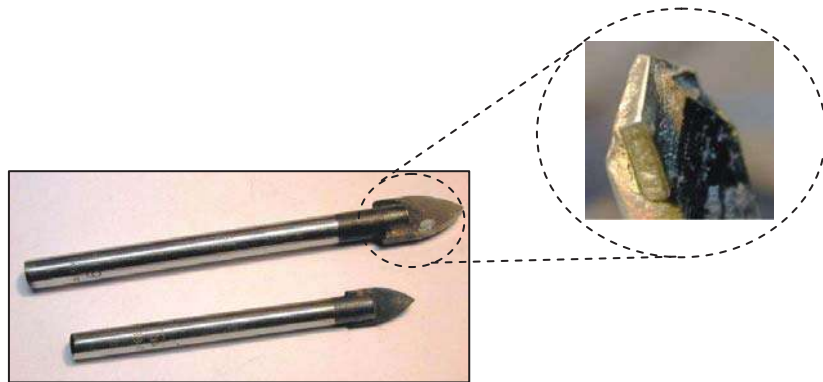
**Nuclear:** Por muchos años han sido atractivas las propiedades inertes que presentan los materiales cerámicos para su uso potencial en reactores nucleares y otras aplicaciones que involucran altas temperaturas y medios ambientes corrosivos. Actualmente, la unión de tubos de BeO son una realidad, y el seguir experimentando ensambles, es una necesidad para obtener la mayor parte de estas propiedades atractivas en la fabricación de un diseño funcional<sup>[4]</sup>.

**Herramientas de corte:** Es muy común, que este tipo de herramientas estén expuestas a ambientes abrasivos y corrosivos por la utilización de un refrigerante y las virutas que quedan atrapadas durante el corte, por lo cual, se requiere de un material duro que conserve su filo a elevadas temperaturas, que tenga una resistencia a la compresión extremadamente alta, y resistencia al desgaste. Estos resultados se consiguen con el carburo de tungsteno, que hoy en día hacen impensable el prescindir de él. Sin embargo, un factor que es importante para la utilización de estos materiales es el ensamble que se da con el portaherramientas, ya que este debe asegurar que el material este sujeto rígidamente para poder soportar un rango de avances y velocidades apropiadas para el material<sup>[4, 7]</sup>. En la Figura 1.2, se muestra la utilización de una intercapa metálica, en el ensamble de un inserto de carburo de tungsteno al portaherramientas, lo cual tiene la finalidad de que la intercapa metálica suave sirva en cierta forma de amortiguamiento para los esfuerzos a los que estará sometido el inserto durante el corte, y con esto reducir la pronta ruptura del mismo<sup>[8]</sup>.



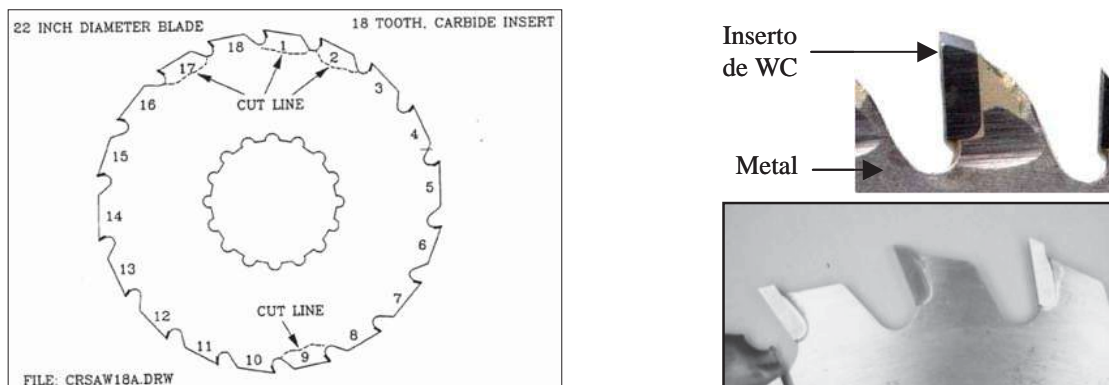
**Figura 1.2 Ensamble de un inserto de WC con el portaherramientas<sup>[8]</sup>.**

Otra aplicación de los ensambles de carburo de tungsteno, se observa en la Figura 1.3, donde se muestra una broca que tiene una pastilla de carburo de tungsteno en la punta, la cual, va soldada. Estas brocas, se utilizan para el barrenado de materiales muy duros como cementos, piedras, etc<sup>[9]</sup>.



**Figura 1.3 La punta de la broca es de carburo de tungsteno, la cual va soldada<sup>[9]</sup>.**

Finalmente, en la Figura 1.4, se muestra la unión de carburo de tungsteno a una cuchilla circular metálica<sup>[8]</sup>.



**Figura 1.4 Cuchilla circular con insertos de carburo de tungsteno<sup>[8]</sup>.**

# Capítulo 2:

---

---

## REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

### *2.1 Propiedades de los materiales*

Las propiedades de los materiales determinan el funcionamiento y desempeño de los productos que prestan un servicio. Al elegir un material es esencial saber los requerimientos de carga y medio ambiente de trabajo bajo los cuales va a estar sometido cada componente, por lo cual las propiedades han de tomarse en cuenta a la hora de seleccionar el material.

En la actualidad, los metales tienen una gran importancia tecnológica y comercial, debido a que presentan propiedades que satisfacen una amplia variedad de requerimientos de diseño, además de que existe una gran variedad y disponibilidad de metales a un costo relativamente bajo, así como una gran diversidad de procesos de manufactura que transforman a los metales en productos útiles. Sin embargo, en años recientes los materiales cerámicos han cobrado una importancia considerable como materiales industriales de uso general debido a su amplia gama de propiedades mecánicas y físicas que los caracterizan, así como a la abundancia que existe en la naturaleza de las materias primas que los componen. Así también, en las últimas décadas se han mejorado las técnicas de procesamiento en el desarrollo de los materiales cerámicos avanzados, lo cual ha suministrado un gran control sobre su estructura y propiedades<sup>[10, 11]</sup>.

### *2.2 Carburos cementados*

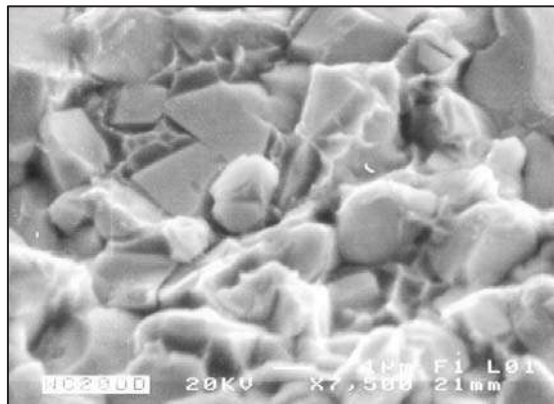
Los *carburos cementados* o *cermets*, contienen partículas cerámicas de WC, TiC, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, TaC, etc., duras dispersas en una matriz metálica generalmente de cobalto ó níquel. En

general el cerámico domina frecuentemente la mezcla, fluctuando típicamente en contenido del 80 al 97% del peso total.

Este tipo de materiales se caracterizan por su tipo de enlace iónico-covalente, es decir, los elementos metálicos liberan los electrones localizados en los orbitales más alejados del núcleo de sus átomos y los ceden a los átomos de los materiales no metálicos, los cuales retienen esos electrones, el resultado es que dichos electrones quedan inmovilizados. De igual importancia resulta el que los iones metálicos positivos (átomos que han perdido electrones) y los iones no metálicos negativos (átomos que han ganado electrones) desarrollen una fuerte atracción entre sí. Por lo cual, usualmente se requiere una cantidad considerable de energía para separarlos <sup>[11, 12]</sup>.

### ***2.2.1 Carburo de tungsteno***

El carburo de tungsteno (WC) es un cerámico duro y quebradizo que combinado con un 3 a 20% de cobalto forma un *Cermet* (cerámico-metal), es decir, las partículas duras de carburo de tungsteno son incorporadas en un aglutinante metálico que puede ser el cobalto como se muestra en la Figura 2.1.



**Figura 2.1 Microestructura de una muestra fracturada de WC94/Co6, atacada con ácido fluorhídrico por 20 minutos, la matriz blanca es el metal (cobalto); las partículas grises son el cerámico (carburo de tungsteno).**

El tamaño medio de las partículas de carburo puede variar desde menos de  $1\mu\text{m}$  hasta  $8\mu\text{m}$ , típicamente se habla de grano de carburo extra-fino ( $0.8\mu\text{m}$ ), fino ( $1.2\mu\text{m}$ ), medio ( $2.5\mu\text{m}$ ), medio grueso ( $4.0\mu\text{m}$ ), grueso ( $6.0\mu\text{m}$ ) y extragrueso ( $8.0\mu\text{m}$ ).

### ***2.2.2 Propiedades del carburo de tungsteno***

Aún cuando el aglutinante constituye solamente alrededor del 3 al 20%, su efecto en las propiedades mecánicas es significativo en estos materiales compuestos. A continuación se describe el efecto del contenido de cobalto en algunas de las propiedades del material.

***Resistencia a la ruptura transversal.*** Debido a su extrema dureza, este tipo de material no responde bien a los esfuerzos de tensión, de modo que para determinar la resistencia se utiliza el ensayo de ruptura transversal. A medida que el contenido de cobalto se incrementa, el *cermet* tiende a ser más dúctil, por lo tanto, la resistencia a la ruptura transversal aumenta, esta resistencia está correlacionada con la tenacidad del compuesto WC-Co.

***Dureza.*** A medida que se incrementa el tamaño de partícula de carburo, la dureza decrece, debido a que los lagos de cobalto esparcidos entre las partículas de carburo también son mas grandes, es decir el contenido de cobalto aumenta, sin embargo, se mejora la resistencia al impacto mecánico<sup>[13]</sup>. Este es un resultado esperado puesto que la dureza del cobalto es menor que la del carburo por lo tanto, al aumentar su contenido, la dureza del compuesto disminuirá. La dureza de las partículas de carburo de tungsteno no se ve afectada con el aumento de la temperatura que se llega a alcanzar durante operaciones de maquinado. Sin embargo, existirá una disminución crítica en la dureza del *cermet* cuando el cobalto absorbe la suficiente energía como para pasar a un estado plástico en que se puede deformar.

***Resistencia al desgaste abrasivo.*** Está directamente relacionada con la dureza del *cermet*, de modo que cuanto menor sea el contenido de cobalto y los granos de carburo sean más finos, el compuesto presentara mayor resistencia al desgaste abrasivo.



**Resistencia al impacto.** Se incrementa cuando mayor es el contenido de cobalto y cuando mayor es el tamaño de grano. El mismo efecto se observa con la resistencia al choque térmico.

**Resistencia a la corrosión.** El componente cerámico (carburo de tungsteno) no se ve afectado por el medio corrosivo, pero la fase ligante (cobalto) si se ve afectada, dejando expuesto a la corrosión los granos angulares de carburo. Para aumentar esta resistencia a la corrosión se debería disminuir el contenido de cobalto, así como el tamaño de grano del carburo, de modo que menos fase ligante estaría expuesta al medio corrosivo.

Finalmente, el material resultante puede aguantar grandes compresiones, además de tener buena resistencia al desgaste y a la oxidación a temperaturas elevadas, aunado a la capacidad de soportar cambios repentinos de temperatura, así como ser químicamente resistente<sup>[11, 14, 15, 16]</sup>.

### **2.2.3 Procesamiento del carburo de tungsteno**

Los polvos de carburo de tungsteno y el aglutinante metálico (cobalto) se mezclan perfectamente en húmedo en un molino de bolas (u otra máquina mezcladora) por algunas horas o días utilizando un líquido orgánico, como puede ser el hexano, para formar una mezcla homogénea. La molienda sirve también para refinar el tamaño de partícula. La mezcla se seca después en un horno de inducción en una atmósfera controlada o al vacío para prevenir oxidación durante la preparación para la compactación.

Posteriormente, con los polvos mezclados se fabrica un compactado en verde con la forma deseada, a la cual se le puede dar un presinterizado, es decir, un tratamiento térmico a baja temperatura en una atmósfera de hidrógeno o vacío para dar la suficiente resistencia al compacto, y así permitir un preformado.

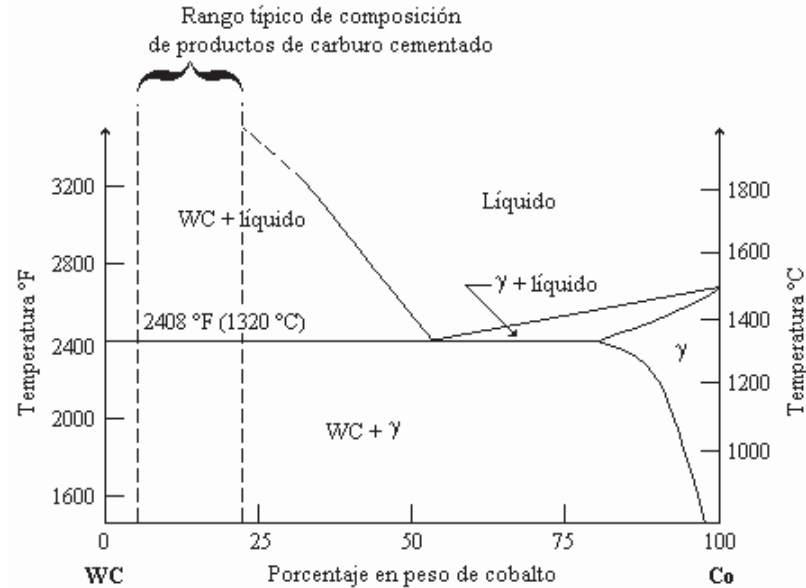
Un método alternativo para la compactación del polvo, es el prensado en caliente en matrices de grafito, método utilizado cuando el componente que se debe fabricar es demasiado grande para utilizar el prensado en frío<sup>[17]</sup>.

Otro método es el prensado isostático, en el cual la mezcla de polvos se carga en una membrana cerrada y flexible que esta suspendida en un líquido dentro de un recipiente a presión<sup>[18]</sup>.

El sinterizado de WC-Co implica el sinterizado en fase líquida. El proceso puede explicarse con el diagrama de fase binario para estos constituyentes que se muestra en la Figura 2.2. En el diagrama se identifica el rango de composición típica para los productos comerciales de carburo cementado.

Las temperaturas típicas de sinterizado para WC-Co se encuentran en el rango de 1370 °C a 1425 °C (2500 °F a 2600 °F), las cuales están por debajo del punto de fusión del cobalto, que es, 1495 °C (2716 °F). Por consiguiente, el metal aglutinante puro no funde a la temperatura de sinterizado. Sin embargo, como muestra el diagrama de fase (Figura 2.2), el WC se disuelve en el Co en estado sólido. Durante el tratamiento por el calor, el WC se disuelve gradualmente dentro de la fase gamma y su punto de fusión se reduce, de tal forma que finalmente el metal se funde. A medida que se forma la fase líquida, esta fluye y empapa las partícula de WC, y además disuelve el sólido. La presencia de metal fundido también sirve para remover gases de las regiones internas de la compactación. Estos mecanismos se combinan para efectuar un arreglo entre las partículas remanentes de WC, lo cual produce un empaquetamiento más cercano, y a su vez la densificación y la contracción significativa de la masa del WC-Co, eliminando así prácticamente toda la porosidad. Posteriormente, durante el enfriado, el carburo disuelto se precipita y deposita dentro de los cristales ya existentes, para formar una estructura consistente, la cual es empapada completamente por el aglutinante de Cobalto.

Hay que tener en cuenta el efecto de disminución del volumen que ocurre durante el último estado de la sinterización, que puede llegar a ser del 40% en volumen<sup>[11, 16]</sup>.



**Figura 2.2 Diagrama de fase WC-Co<sup>[11]</sup>.**

Se requieren procesamientos subsecuentes después del sinterizado para lograr un control dimensional adecuado de las partes de carburo cementado. El *esmerilado* con ruedas abrasivas de diamante o de otro material muy duro es la operación secundaria más común desempeñada para este propósito. Otros procesos usados para formar los carburos cementados duros incluyen el *maquinado con descarga eléctrica* y el *maquinado ultrasónico*<sup>[11]</sup>.

### 2.3 Latones

El cobre es aleado con el zinc en proporciones variables para producir un rango amplio de latones, algunos de los cuales tienen pequeñas cantidades de otros elementos, como plomo, estaño y aluminio. Las variaciones en composición darán como resultado las características de color, resistencia, ductilidad, maquinabilidad, resistencia a la corrosión deseadas o una combinación de tales propiedades.

Los latones comerciales de acuerdo al diagrama de fase Cu-Zn (ver Figura 2.3), y al tipo de trabajado se pueden dividir en dos grupos:

*i) Latones para trabajo en frio (latones  $\alpha$ ).* Usualmente contienen 70% de cobre y 30% de zinc. Con este tipo de aleaciones trabajadas en frio se pueden conseguir piezas bastante complicadas y, aún así resistentes a la corrosión.

*ii) Latones para trabajo en caliente (latones  $\alpha+\beta$ ).* Generalmente contienen 60% de cobre y 40% zinc, son producidas por rolado en caliente; estampado en caliente y vaciado. Este tipo de latones son faciles de maquinarse, poseen un buen acabado superficial y tienen buena resistencia a la corrosión<sup>[13, 19]</sup>.

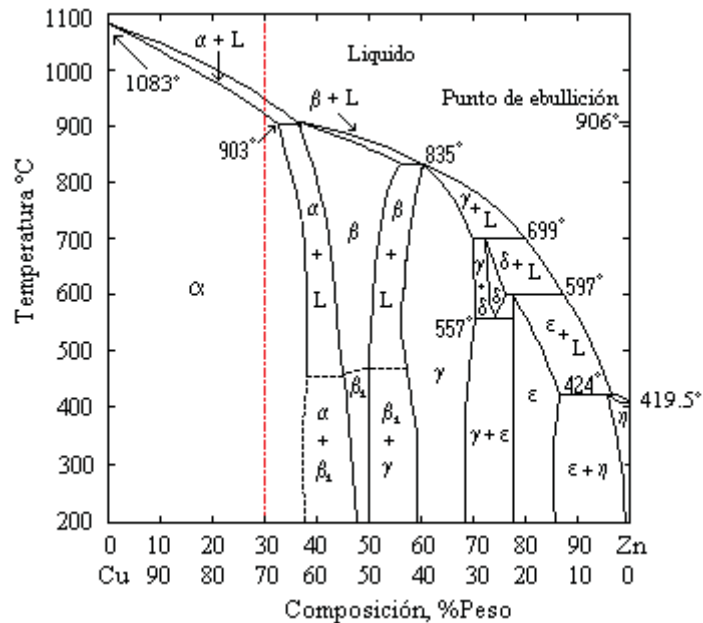


Figura 2.3 Diagrama de fase Cu-Zn<sup>[12]</sup>.

Cabe mencionar que en la mayoría de los casos, la adición de elementos de solución sólida tienden a disminuir la ductilidad conforme aumenta la resistencia, en el caso de los

latones, la adición de zinc en cobre incrementa la ductilidad junto con la resistencia. Como se muestra en la Tabla 2.1. La mejor combinación de resistencia y ductilidad se obtiene en un latón Cu70-Zn30<sup>[13]</sup>.

**Tabla 2.1 Efecto del zinc sobre las propiedades de las aleaciones de cobre<sup>[13]</sup>.**

<i>% Zn</i>	<i>Resistencia a la Tensión (MPa)</i>	<i>Elongación (% EN 50.8 mm.)</i>	<i>Dureza (BHN) 10mm. 500 Kg.</i>
0	220	46	38
5	248	49	49
10	283	52	54
15	290	56	58
20	296	59	56
25	310	62	54
<b>30</b>	<b>317</b>	<b>65</b>	<b>55</b>
35	317	60	55
40 (+ $\beta_1$ )	372	45	75

*Datos tomados del Chase Brass & Copper Co. Para aleaciones comerciales con moderado tamaño de grano.*

### **2.3.1 Aleación Cu70–Zn30**

La aleación Cu70-Zn30 es un latón muy blando y dúctil, usado en forma de tubos, tiras y láminas. Variando las condiciones de temperatura durante la manufactura, se pueden producir en clase suave, medio duro y duro. Este tipo de latones pueden ser ablandados siendo calentados a 600 °C y luego enfriados, pero no pueden ser endurecidos por tratamiento térmico.

El calentamiento a temperaturas mayores de 750 °C tenderá a hacerlo quebradizo, lo cual ocasionará una falla por fractura, esto generalmente ocurre cuando el latón es trabajado en frío hasta el exceso. Los esfuerzos internos en el metal se manifiestan en condiciones tales como medios corrosivos, agua de mar o atmósferas ácidas por la aparición de grietas. Para prevenir lo anterior el metal es sujeto a liberación de esfuerzos en procesos térmicos a baja

temperatura: las partes son calentadas a 240 °C y enfriadas en aire, esto no afecta la dureza original del latón. Por otro lado, pequeñas adiciones de níquel mejoran la resistencia a la corrosión de la aleación<sup>[19]</sup>.

## ***2.4 Níquel***

El níquel es un material maleable, que se caracteriza por tener buena resistencia a la corrosión y a la oxidación cuando esta expuesto en ciertos medios como son: la atmósfera, el agua dulce y de mar, álcalis, ácidos orgánicos disueltos etc., es de color blanco, tiene gran capacidad de maquinabilidad y buenas propiedades mecánicas; en el aire resiste a la corrosión en temperaturas superiores a 300 °C y no llega a ser frágil o deteriorado en ninguna forma; además es capaz de conservar su resistencia y demás propiedades a niveles útiles hasta temperaturas levemente superiores a los 1100 °C.

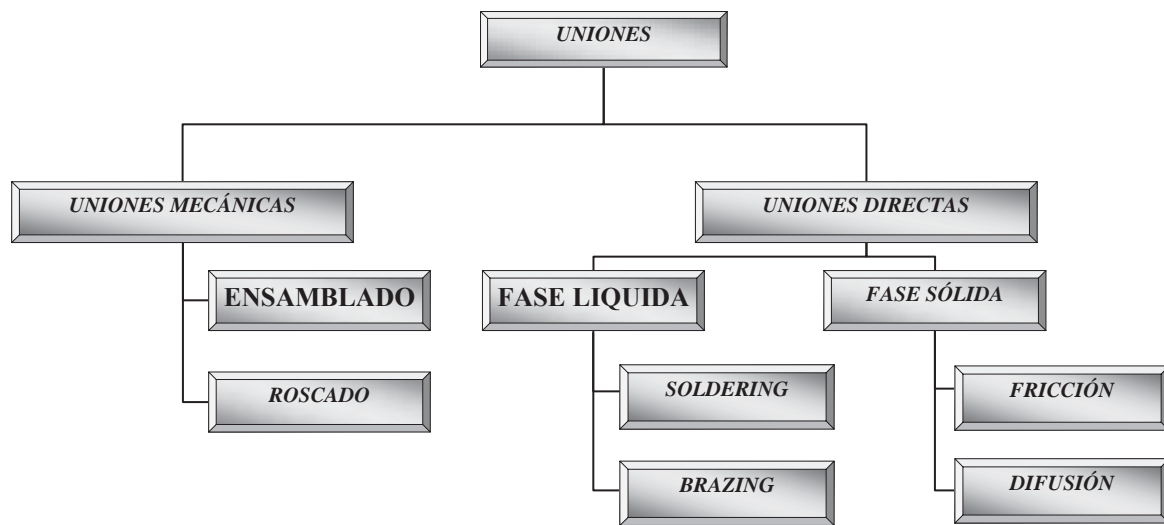
Este material se fabrica en forma de hojas, cintas, varillas, alambres y tubos; la conductividad eléctrica del níquel, aunque no tan alta como la del cobre o el aluminio, es satisfactoria para conductores y terminales de corriente en muchas aplicaciones electrónicas. Sin embargo, también se emplea en la industria eléctrica, para la construcción de los aparatos químicos, cámaras de combustión de las turbinas de gas, en la industria alimenticia y de medicina, así como el proceso de vacío eléctrico debido a que sus vapores tienen una pequeña elasticidad y no se evapora en alto vacío; además el níquel se utiliza como recubrimiento ideal para piezas sometidas a corrosión y desgaste<sup>[13, 19, 20]</sup>.

## ***2.5 Técnicas de unión en materiales cerámicos***

Entre las propiedades atractivas de los cerámicos avanzados están su estabilidad dimensional y que son materiales inertes químicamente a elevadas temperaturas, sin embargo, estas características hacen que los cerámicos sean muy difíciles de unir<sup>[21]</sup>.

Por consiguiente, para incrementar el potencial práctico de los materiales cerámicos es necesario desarrollar técnicas de unión viables que nos permitan a partir de la fabricación de uniones de formas simples, poder producir componentes de formas complejas en situaciones donde la maquinaria tiene un elevado costo o en aplicaciones donde se requiera la unión de materiales cerámicos de diferente composición<sup>[1, 6]</sup>.

Por lo cual, actualmente se están desarrollando técnicas para la unión de los materiales cerámicos, una clasificación se muestra en la Figura 2.4<sup>[21]</sup>.



**Figura 2.4 Técnicas de unión en materiales cerámicos<sup>[21]</sup>.**

### ***2.6 Técnicas de unión cerámico-metal***

Actualmente, existen componentes donde por sus restricciones de diseño y aplicaciones drásticas a las que va a estar sometido, requieren propiedades de un cerámico combinadas con las propiedades de un metal, ya que ambas son esenciales para el funcionamiento del componente o mecanismo.

De ahí, que en la actualidad se este tratando de aplicar las técnicas de unión de materiales cerámicos a componentes cerámicos sinterizados que tienen que ser unidos a partes metálicas.

La selección apropiada de una técnica de unión depende de los materiales a unir, del diseño de la unión y de las condiciones de servicio a las que va ser sometido el componente una vez unido. Existen muchas técnicas usadas en la unión de cerámicos a metales, sin embargo estas pueden ser divididas en tres grupos básicos:

*i) Uniones Mecánicas.* En esta técnica se hace necesario la utilización de un tercer elemento (*remache, tornillo ó perno*), para realizar el ensamble cerámico-metal. Desafortunadamente, es una técnica en la cual existen algunas desventajas asociadas con las restricciones de diseño del ensamble, además que la utilización de estos elementos para llevar a cabo la unión hacen necesario la elaboración de barrenos o roscados en el cerámico, los cuales usualmente son procesos de manufactura que resultan costosos y que debido a la nula ductilidad del cerámico ocasiona la presencia de puntos de alta concentración de esfuerzos, lo cual incrementa la probabilidad de falla del componente cerámico<sup>[6, 22]</sup>.

*ii) Uniones Directas.* Las uniones directas incluyen procesos donde el cerámico es unido al metal sin la utilización de intercapas. La *soldadura por fricción* y la *difusión en estado sólido* son los ejemplos más comunes.

En la *soldadura por fricción*, uno de los componentes a unir se mantiene inmóvil (*usualmente el cerámico*), mientras el otro se encuentra sometido a la aplicación de una carga axial y rotando rápidamente, lo cual promueve una fricción entre las superficies de los componentes a unir, generado después de un periodo preestablecido (el cual suele ser inferior a los 25 seg.), el calor necesario para iniciar la soldadura, entonces cesa la rotación del componente y la presión se mantiene o se incrementa hasta completar la unión, el tiempo efectivo de caldeo y soldeo se encuentra alrededor de los 2 seg. En este proceso no existe fusión del metal, dada la gran brevedad del calentamiento y, por ello, las zonas afectadas por



el calor son muy estrechas, sin embargo, su utilización es costosa y se limita a unir materiales redondos y tubos a superficies planas<sup>[6, 10]</sup>.

La unión por *difusión en estado sólido* es un proceso que resulta de la aplicación de presión y calor, por lo general en una atmósfera controlada, durante un tiempo suficiente para que ocurra la difusión y la coalescencia entre los materiales, es decir, implica la migración de átomos a través de la interfase entre las superficies que hacen contacto. Regularmente, este proceso utiliza tiempos que van desde unos minutos hasta varias horas, a la vez temperaturas que están por debajo de los puntos de fusión de los materiales a unir las cuales oscilan entre 0.6 y 0.9  $T_m$ , donde  $T_m$  es el punto de fusión absoluto del material base. Sin embargo, para llevar a cabo la unión es necesario establecer un contacto íntimo entre las dos superficies a unir para lo cual se requiere una limpieza completa de las superficies con la finalidad de eliminar o remover la presencia de películas químicas, gases, aceites y similares que prohíban tal proximidad entre las superficies. Este proceso no implica una fusión de los materiales y presenta varias ventajas ya que no existe una zona afectada por el calor, por lo que los materiales que rodean la unión conservan sus propiedades originales. Además, por lo general toda la interfase de contacto entre las dos partes se encuentra unida y no solo en algunos puntos localizados como llega a ocurrir en los procesos donde existe fusión<sup>[6, 11, 22]</sup>.

**iii) Uniones Indirectas.** Esta técnica es usada para producir uniones cerámico-metal e implica la utilización de un material (*adhesivo, cemento, aleación metálica, etc.*) entre las superficies a unir, el cual está sujeto a ciertos parámetros de temperatura, presión, atmósfera y tiempo.

La utilización de *adhesivos* presenta un conjunto de ventajas evidentes ya que es un método que no requiere personal muy especializado para su aplicación y además es barato. En su mayoría los adhesivos tienen temperaturas de endurecimiento muy bajas, y algunos que endurecen a temperatura ambiente. Es un proceso que no requiere una ardua preparación de la superficies a unir, ya que la adherencia se puede dar con una película de óxido interpuesta y las superficies rugosas son beneficiosas porque aumentan el área de contacto, sin embargo, tiene inconvenientes como que las temperaturas de servicio de estas uniones

están limitadas, ya que los adhesivos no son estables por temperaturas superiores a los 180 °C., además el tiempo de curado de los adhesivos suele demorarse en comparación con otros procesos alternativos<sup>[10]</sup>.

En las uniones llevadas a cabo con los *cementos*, se presentan las mismas ventajas como con los adhesivos pero también son afectadas por la temperatura, ya que a medida que se incrementa la temperatura se ve afectada la expansión térmica del cemento dando lugar a una mala unión.

Una alternativa viable en los procesos de unión cerámico-metal es la utilización de una *cinta metálica* llamada “*braze*”, esta técnica es conocida como *Brazing*<sup>[22]</sup>.

## **2.7 Brazing**

Es un proceso que se ha utilizado por muchos años, en el que dos materiales se unen, por medio de un material de aporte (Figura 2.5), que se funde a una temperatura por encima de los 450 °C, en una atmósfera controlada o al vacío (para evitar la formación de óxidos metálicos), pero por debajo del punto de fusión de los metales bases a ser soldados. Es decir, el metal de aporte, bajo la acción de la temperatura y tiempo, se funde, para posteriormente distribuirse mediante la acción capilar entre las superficies de los materiales que se van a unir, llenando las irregularidades y poros que contienen dichas superficies y así promover la unión mediante una reacción química o por difusión<sup>[23]</sup>.



**Figura 2.5 Materiales de aporte.**

### ***2.7.1 Parámetros de unión en Brazing***

Las siguientes variables deben ser consideradas, ya que son factores importantes que intervienen para que la unión se pueda realizar:

***Temperatura.*** Es un parámetro importante ya que cualquier variación puede afectar la cinética del proceso<sup>[3]</sup>, sin embargo, se debe garantizar que a la temperatura utilizada, funda el material metálico o aleación que se utilice como elemento de unión.

***Atmósfera.*** La selección y control de los gases ha utilizar en el proceso de unión, es un aspecto importante, de esto depende en gran medida evitar la oxidación de las superficies a unir, así como del atrapamiento de gases o formación de fases no deseadas que afecten la unión. Por lo general, se utilizan atmósferas de bajo potencial de oxígeno como gases inertes (N<sub>2</sub>, Ar, He, etc.) o de vacío<sup>[23]</sup>. Lo interesante de utilizar estos gases químicamente inertes es que existen diferencias físicas entre los mismos, lo que podría afectar su eficiencia durante el proceso de unión.

***Tiempo.*** La unión de las superficies, puede darse en unos segundos, minutos o varias horas, dependiendo de la combinación cerámico-metal y de la temperatura de unión<sup>[3]</sup>.

***Rugosidad de la superficie.*** Este proceso no exige una superficie con un pulido óptimo, debido a que el material de aporte funde y rellena las irregularidades o poros existentes en dichas superficies, sin embargo, es necesario tener superficies planas y libres de contaminantes, grasas, polvos, o materiales adheridos a la superficie<sup>[23]</sup>.

### ***2.7.2 Ventajas y desventajas del Brazing***

Las uniones por *Brazing* tienen varias ventajas en comparación con otras soldaduras por fusión, como:

1. Se pueden unir materiales disímiles, es decir, como los materiales base no se funden, en realidad no importa si tienen distintos puntos de fusión.
2. Tomando en cuenta que los materiales base nunca se funden, retienen básicamente intactas todas sus propiedades mecánicas y físicas. Por lo cual, generalmente, existe poco o ningún efecto en la composición y microestructura del material base.
3. Las soldaduras con *Brazing*, son dúctiles, lo cual nos permite la unión de grandes áreas, distribuyendo los esfuerzos en la interfase.
4. Debido a la acción capilar entre el metal fundido y los materiales base a unir permite la unión de materiales porosos o con cierto grado de rugosidad en la superficie.
5. Existe muy baja distorsión y esfuerzos residuales, especialmente si el coeficiente de expansión térmica es similar entre los materiales a unir.
6. Se considera un proceso fácil y rápido de realizar, cuando se aplica apropiadamente, prácticamente no hay necesidad de usar esmeril, rellenar o usar cualquier acabado mecánico, al completar el proceso<sup>[23]</sup>.

Este proceso puede adaptarse en operaciones de producción donde varias partes de componentes pequeños desean ser unidos a un costo económico bajo, o donde ensambles complejos deben ser unidos por una operación simple<sup>[6]</sup>. Sin embargo las desventajas y limitaciones de este proceso son:

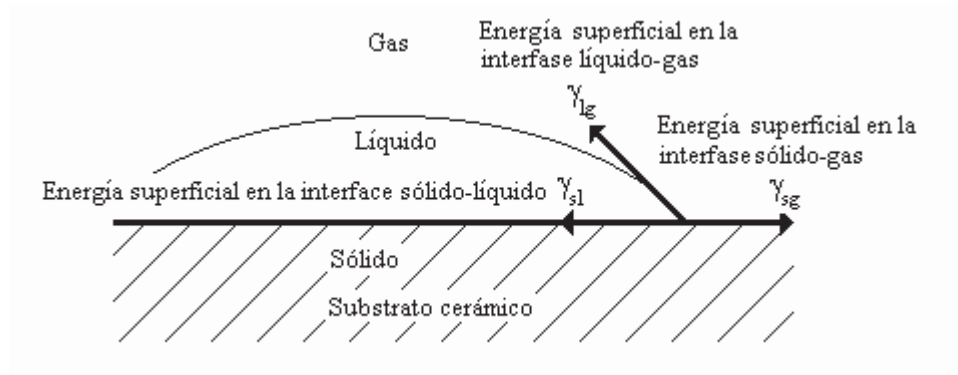
1. La estabilidad de la unión en servicio se ve limitada a la temperatura de fusión del material que se utilizó como elemento de unión.
2. La resistencia de la unión por *Brazing* es aceptable, sin embargo, es muy posible que sea menor que la de los metales base.

3. Por lo general, el proceso de unión requiere de un buen control de la atmósfera de trabajo<sup>[23]</sup>.

### 2.7.3 Unión de materiales cerámicos por Brazing

El proceso de unión por *Brazing*, actualmente, se ha establecido para la unión de materiales cerámicos, ya sea en la unión de cerámico a cerámico ó de cerámico a metal. El principio para llevar a cabo este tipo de uniones consiste en que el elemento de unión metálico llamado “braze”, tiene que ser compatible con los materiales base, esto con la finalidad de tener una buena mojabilidad sobre las superficies que se desean unir.

La mojabilidad se lleva a cabo cuando un líquido (metal) puede ser disperso sobre una superficie sólida (substrato cerámico), y está indicada por un ángulo de contacto  $\theta$ , que se forma entre la gota líquida y el substrato sólido, como se muestra en la Figura 2.6.



**Figura 2.6 Fuerzas superficiales actuando entre un líquido en equilibrio descansando sobre un sólido<sup>[1]</sup>.**

El ángulo  $\theta$ , es determinado por las fuerzas de energía superficial del sistema: energía superficial en la interfase sólido-líquido ( $\gamma_{sl}$ ), energía superficial en la interfase sólido-gas ( $\gamma_{sg}$ )

y energía superficial en la interfase líquido-gas ( $\gamma_{lg}$ ). Este balance de tensiones interfaciales caracteriza al equilibrio por medio la ecuación de Young:<sup>[24]</sup>

$$\gamma_{sl} - \gamma_{sg} + \gamma_{lg} \cos \theta = 0 \quad (2.1)$$

Por lo que:

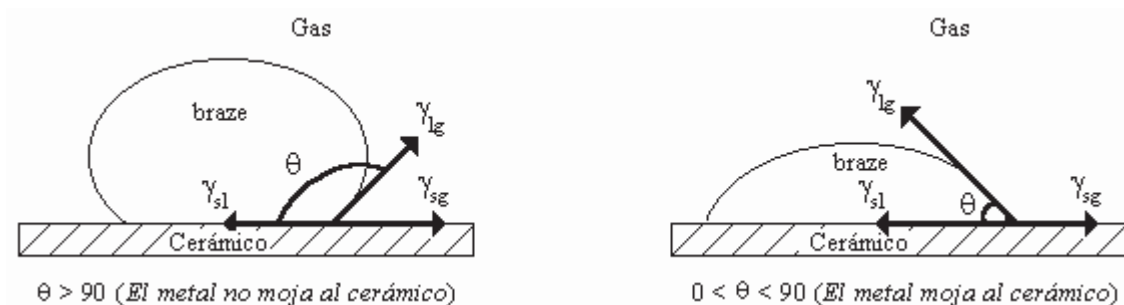
$$\cos \theta = \frac{(\gamma_{sg} - \gamma_{sl})}{\gamma_{lg}} \quad (2.2)$$

Como se puede observar en la ecuación anterior, el ángulo de contacto  $\theta$ , que se forma entre una gota líquida y la superficie sólida (substrato cerámico), está relacionado con las tres energías superficiales, de ahí que:

Quando  $\theta > 90^\circ$  *el metal no moja al cerámico*

$\theta < 90^\circ$  *el metal moja el cerámico*

Esto es más claramente observado en la Figura 2.7, en la cual se muestra el comportamiento de mojabilidad de los metales fundidos sobre substratos cerámicos, lo cual es un aspecto fundamental para producir satisfactoriamente uniones cerámico-metal<sup>[1, 6, 25]</sup>.



**Figura 2.7 Condiciones de Mojado<sup>[6]</sup>.**

Las mediciones del ángulo de contacto se realizan en forma experimental, directamente de fotografías tomadas durante el proceso.

## ***2.8 Interacciones cerámico-metal***

Las interacciones cerámico-metal son la base de una gran variedad de tecnologías, que se utilizan en la producción de materiales, como son los materiales compuestos de matriz metálica y los procesos de unión disímiles (cerámico-metal), debido a esto los aspectos físicos y químicos de las interacciones en las interfases, están sujetas a un estudio teórico y experimental.

La primera condición para que exista interacción entre dos superficies, es decir, un cerámico y un metal, es establecer un contacto íntimo entre ellas, con la finalidad de promover la disminución en energía del sistema y así formar la interfase. La reducción de energía en el sistema, es asociada con la formación de la interfase, la cual, depende de las energías superficiales del cerámico y el metal, que son causadas por la unión física y la reacción química que activa la unión, la cual se da a nivel atómico, causando una baja en la energía del sistema, y por lo tanto, una disminución en la energía interfacial.

El manejo de fuerzas para producir la interacción física entre un cerámico y un metal, está dado por una reducción en la energía superficial, la cual ocurre cuando se establece un contacto íntimo entre las superficies, y el cual esta expresado por la ecuación de Young-Dupré:<sup>[26]</sup>

$$W_{ad} = \gamma_c + \gamma_m - \gamma_{cm} \quad (2.3)$$

Donde:

$W_{ad}$  = Trabajo de adhesión.

$\gamma_c$  = Energía superficial del cerámico.

$\gamma_m$  = Energía superficial del metal.

$\gamma_{cm}$  = Energía interfacial cerámico/metal.

La interacción que existe entre el metal líquido con el cerámico puede determinarse por medio del ángulo de contacto  $\theta$  y la ecuación de Young-Dupré:

$$W_{ad} = \gamma_m (1 + \text{Cos } \theta) \quad (2.4)$$

Sin embargo, en sistemas de unión metal-cerámico reales, las superficies a unir no son perfectas, y los materiales tienen impurezas que pueden segregarse sobre las superficies, por lo tanto, cualquier interfase formada no será perfecta y requerirá energía para su estabilización.

Cabe mencionar, que en las uniones cerámico-metal existen un gran número de variables a controlar y sumado a la complejidad de las estructuras cerámicas, nos dificultan el desarrollo de una teoría aceptable que nos pueda predecir la unión cerámico-metal<sup>[25, 27]</sup>.

### ***2.9 Problemas de la unión cerámico-metal***

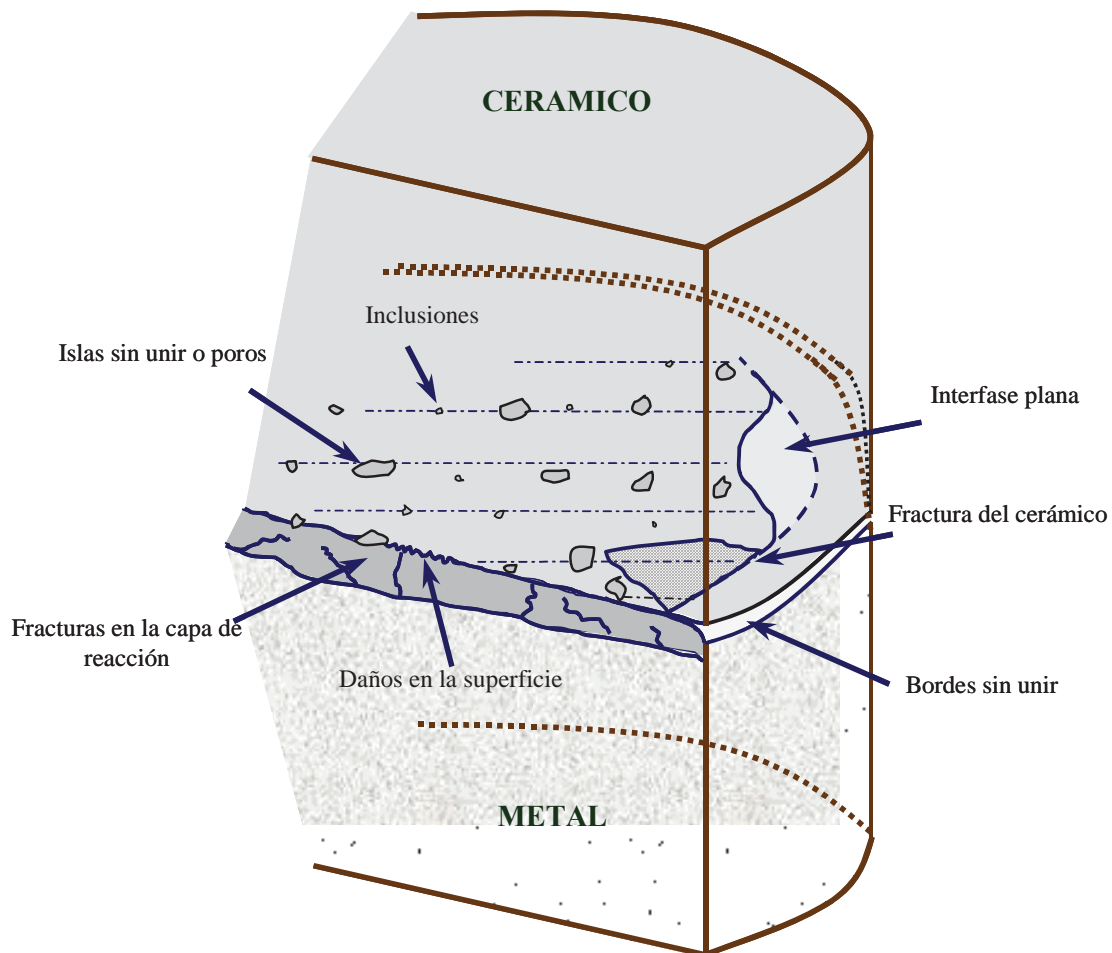
Los factores que tienen influencia para la viabilidad de una unión cerámico-metal, pueden estar clasificados dentro de varias categorías. La Figura 2.8, muestra una ilustración esquemática de varios defectos importantes, los cuales pueden causar una propagación directa de esfuerzos. Desde el punto de vista macroscópico, la reacción estructural en la interfase se debe a la mojabilidad o por aspectos químicos y físicos entre dos fases, tales factores limitantes se verán reflejados en: una desunión o unión débil, aparición de islas sin unir o poros, resultando finalmente en defectos sobre las interfases lo cual ocasionará una reducción substancial en la resistencia de unión<sup>[3]</sup>.

Por otro lado, desde el punto de vista microscópico, cuando el espesor de la capa de reacción crece, existe un agrietamiento en la misma, lo cual, frecuentemente influye en la resistencia de la unión<sup>[3, 28]</sup>.



Otro factor importante, especialmente cuando se utiliza al proceso *Brazing*, es la acumulación de esfuerzos residuales que resulta de la diferencia de coeficiente de expansión térmica entre los materiales y ocurre durante el proceso de enfriamiento, una vez lograda la unión<sup>[6]</sup>.

La meta para los investigadores es establecer una técnica capaz de producir una interfase fuerte, lo cual se consigue eliminando estos defectos y logrando un acomodo de los esfuerzos térmicos<sup>[3]</sup>.

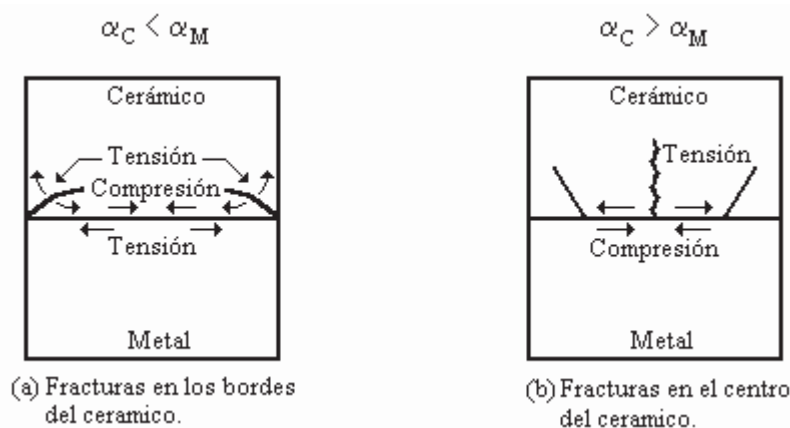


**Figura 2.8** Esquema ilustrativo de varios defectos en uniones cerámico-metal<sup>[3]</sup>.

### 2.9.1 Esfuerzos residuales de origen térmico

Como se mencionó anteriormente, en uniones metal-cerámico la formación de esfuerzos residuales debido a la temperatura constituyen uno de los factores mas importantes dentro del proceso *Brazing* y estos pueden reducirse significativamente mediante la utilización de una intercapa que contenga aproximadamente el mismo coeficiente de expansión térmica que el metal y el cerámico. Otro método implica la utilización de un metal dúctil que fácilmente desarrolle una deformación plástica por arriba del esfuerzo térmico, esta reducción es muy importante sobre todo si nuestra unión disímil estará sometida en forma cíclica a choques térmicos a elevadas temperaturas, lo cual generaría una concentración de esfuerzos residuales que pueden introducirse en partes del cerámico<sup>[21, 28, 29, 30]</sup>.

En la Figura 2.9 se muestra de forma esquemática los esfuerzos térmicos en la interfase de unión y el modo de fractura debido a la diferencia del coeficiente de expansión térmica entre los materiales. Cuando el coeficiente de expansión térmica del cerámico es más pequeño que el del metal ( $\alpha_C < \alpha_M$ ), el cerámico esta sujeto a esfuerzos de tensión y agrietamiento en el borde de unión. (Figura 2.9a), si el coeficiente de expansión térmica del metal es más pequeño, que el del cerámico ( $\alpha_C > \alpha_M$ ), esfuerzos de tensión actúan sobre el centro del cerámico agrietándolo transversalmente en el centro. Figura 2.9b<sup>[30]</sup>.



**Figura 2.9. Ilustración esquemática de esfuerzos térmicos en la interfase de unión y modo de fractura debido a la diferencia del coeficiente de expansión térmica<sup>[30]</sup>.**

Por consiguiente, los esfuerzos residuales en altas concentraciones generalmente se encuentran cercanos a la interfase, además, la magnitud de estos esfuerzos residuales dependen de la forma y dimensión de la interfase. En muestras cilíndricas, la amplitud de esfuerzos se incrementa con el diámetro de la unión. Para muestras rectangulares, las esquinas de las fases de unión actúan como puntos de alta concentración de esfuerzos<sup>[3, 31, 32]</sup>.

Finalmente, podemos concluir que un factor importante en la cantidad y distribución de esfuerzos residuales en una unión cerámico-metal depende de parámetros tales como: coeficiente de expansión térmica (CET), modulo elástico del metal y el cerámico. Pero también un factor que debe ser tomado en cuenta es la geometría de la unión, la temperatura de unión, y el espesor de la capa de reacción que tiene una influencia importante<sup>[3]</sup>.

### ***2.10 Evaluación mecánica de la unión***

Como el uso de materiales cerámicos avanzados para componentes estructurales se ha incrementado, la viabilidad de uniones cerámico-metal se vuelve una cuestión crítica. Por lo cual, para asegurar el desempeño de uniones cerámico-metal, es necesario elegir un medio capaz de predecir con un alto grado de certeza, sí se acepta o no, un componente para operar bajo ciertas condiciones típicas. Esto requiere una acertada descripción de los esfuerzos probables que puedan ser encontrados cuando la unión este en servicio, así como un conocimiento de las propiedades mecánicas de la misma.

Existen una variedad de propiedades que deben ser consideradas en la uniones cerámico-metal, por ejemplo; propiedades mecánicas, eléctricas, térmicas, etc. Dependiendo de la aplicación de la unión, algunas propiedades son más importantes que otras. Sin embargo, las propiedades mecánicas son de las más importantes que se deben tener en cuenta en cualquier tipo de unión. Las uniones que no soportan ninguna fuerza mecánica son consideradas como uniones no exitosas.

Para realizar la evaluación de las propiedades de la unión, es esencial establecer métodos apropiados de ensayo que nos permitan, oportunamente, detectar los efectos del proceso y, a su vez, que estos sean considerados en la producción de uniones cerámico-metal, por lo cual, las fuerzas soportadas por la unión son un factor importante en el criterio para la selección de una técnica de unión apropiada.

Aunque, existe un estándar por la ASTM, para realizar pruebas de tensión en uniones metal/metal, la mayoría de investigadores podrían usar este método como propio para la evaluación de esfuerzos en una unión cerámico-metal. Pero no se usa debido a que el método normal de la ASTM requiere de probetas con formas complejas para poder realizar los ensayos de tensión.

La caracterización mecánica de una unión cerámico-metal es un problema complejo. De ahí la necesidad de establecer un método alternativo de evaluación en este tipo de uniones. Por lo tanto, es necesario adaptar un componente basado en aproximaciones de análisis de esfuerzos de unión, donde factores de diseño y no solo las propiedades mecánicas de la unión sean consideradas. Varios métodos han sido usados para medir la resistencia de unión. La Figura 2.10 presenta, los métodos más comunes que han sido utilizados, incluyendo el de tensión, doblez ó flexión, prueba de rigidez ó cizallamiento, donde el esfuerzo para fracturar la superficie unida es usado para caracterizar la unión.

Generalmente, las pruebas de tensión se realizan en muestras de unión doble (cerámico/metal/cerámico), mientras que las pruebas de flexión en tres puntos y cuatro puntos se realizan para ambos sistemas de unión simple (cerámico/metal), y doble (cerámico/metal/cerámico). Las pruebas de rigidez ó cizallamiento pueden ser realizadas únicamente sobre uniones simples (cerámico/metal) debido a la geometría específica que se requiere.

La caracterización de los esfuerzos interfaciales tiene varias limitaciones. La primera esta relacionada con la variedad de técnicas usadas por diferentes grupos de investigadores, lo cual dificulta establecer una comparación mutua de resultados.

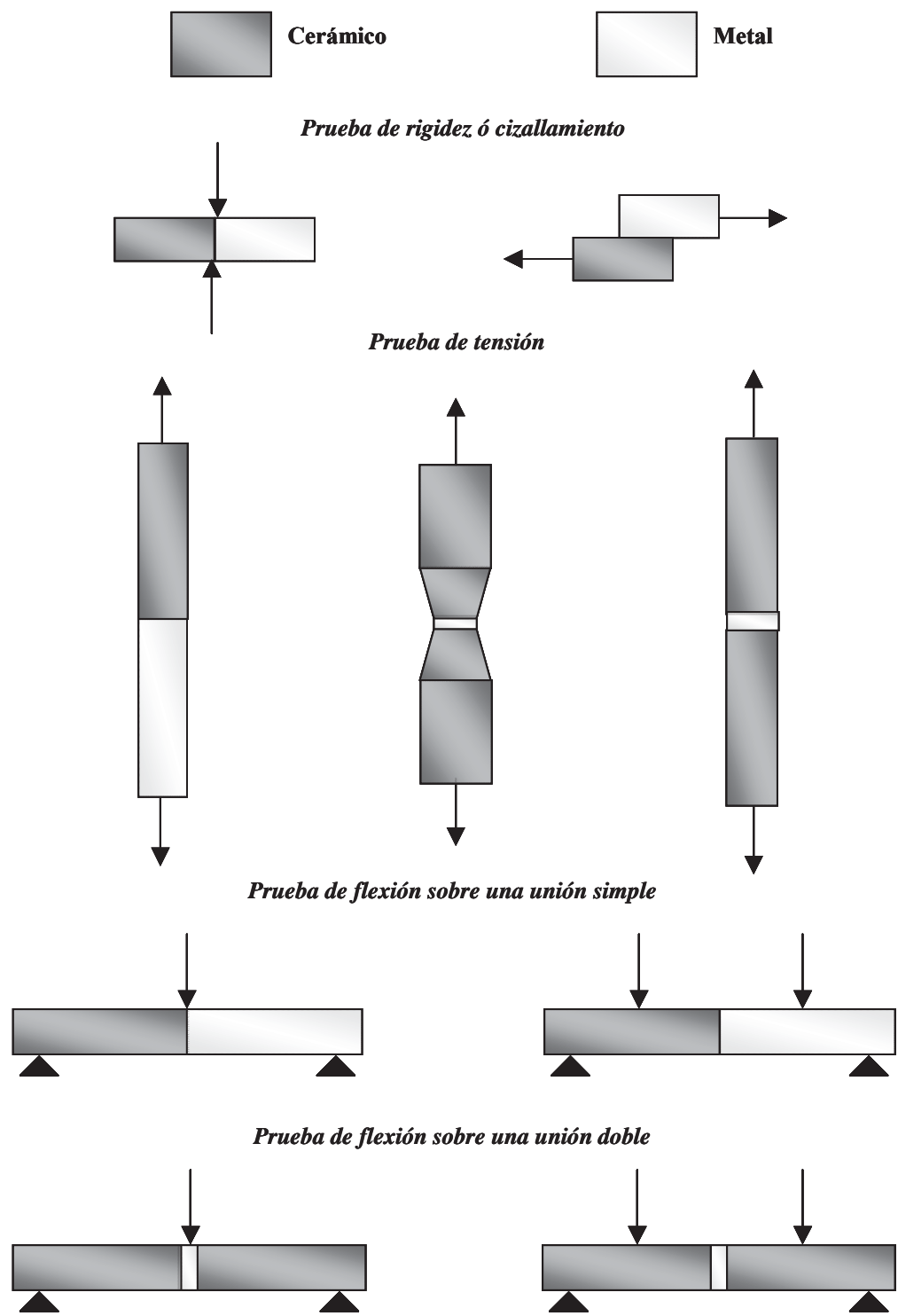


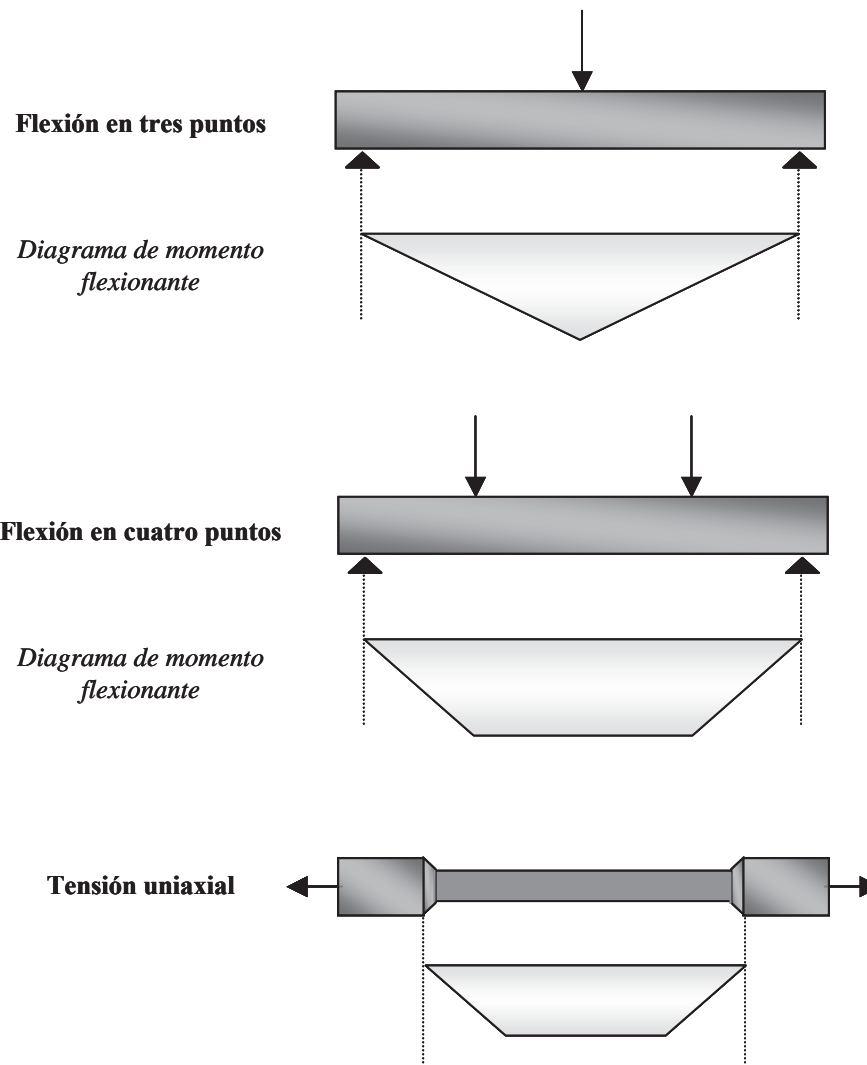
Figura 2.10 Esquema de varios métodos de evaluación mecánica realizados sobre uniones cerámico/metal<sup>[3]</sup>.

Las pruebas de rigidez ó cizallamiento proveen una vía alterna para valorar los esfuerzos mecánicos de la interfase, ya que las muestras son fácilmente producidas, pero los resultados por lo general son bajos, comparados con los que se obtiene por pruebas de flexión y tensión, por lo cual, este método de evaluación no es recomendable. En general, para uniones y materiales cerámicos frágiles, los valores obtenidos por pruebas de flexión, son normalmente tan elevados como los obtenidos por tensión. En el caso, de las pruebas de tensión se requiere de una cuidadosa preparación de la muestra y una estricta alineación de las cargas aplicadas. Estas dificultades en las pruebas, tendrán influencia en la reproducibilidad de los esfuerzos medidos. Por el contrario, en las pruebas de flexión se tiene gran flexibilidad comparada con las pruebas de tensión. Sin embargo, en el caso donde ocurre una deformación plástica en el metal, la ecuación analítica para esfuerzos por flexión se vuelve complicada<sup>[3]</sup>.

La Figura 2.11 muestra un esquema comparativo de la distribución de esfuerzos por flexión en tres puntos, flexión en cuatro puntos y muestras sometidas a una tensión uniaxial.

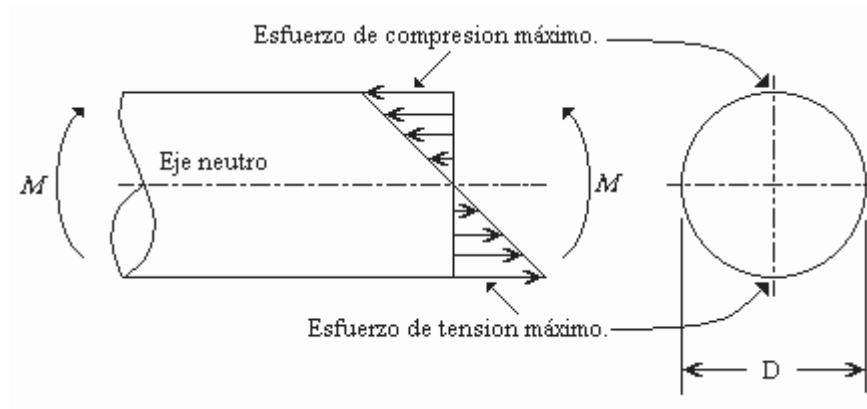
En el caso de la flexión por tres puntos, el máximo esfuerzo ocurre únicamente a lo largo de una sola línea que se encuentra sobre la superficie de prueba de la barra, opuesta al punto donde se aplica la carga. El esfuerzo de tensión disminuye linealmente a lo largo de la longitud de la barra, alcanzando el cero en cada soporte de los extremos y en el eje neutral (véase, Figuras 2.11 y 2.12) respectivamente. Las pruebas de flexión por cuatro puntos resultan en valores de esfuerzos mas bajos para un material cerámico, lo cual no ocurre en las muestras sometidas a flexión por tres puntos, debido a que el área y volumen del diagrama de momento flexionante, es mayor para las pruebas de flexión por cuatro puntos, que para la flexión por tres puntos, por lo tanto, la probabilidad de que la fractura inicie se incrementa. La distribución del máximo esfuerzo en muestras sometidas a flexión por cuatro puntos esta presente por encima del área superficial de la cara sometida a tensión entre los puntos de carga. y los esfuerzos de tensión disminuyen linealmente desde la superficie, alcanzando el cero en el eje neutro y para los puntos de carga el cero se alcanza en los soportes que se encuentra en los extremos<sup>[3, 33]</sup>. Los resultados de esfuerzo para muestras sometidas a tensión uniaxial son valores bajos para un cerámico dado, lo cual no ocurre en las pruebas de flexión.

La Figura 2.11, ilustra el volumen completo de una sección de la muestra sometida a tensión uniaxial, por lo tanto, los defectos presentes en este volumen pueden ocasionar la fractura<sup>[3]</sup>.



**Figura 2.11 Comparación de la distribución de esfuerzos de tensión para muestras ensayadas por flexión en tres puntos, flexión en cuatro puntos y tensión uniaxial<sup>[3]</sup>.**

La resistencia de uniones cerámico-metal son caracterizadas generalmente por pruebas de flexión, este tipo de pruebas pueden realizarse a muestras de sección circular, cuadrada o rectangular y es uniforme a lo largo de la misma.



**Figura 2.12 Distribución del esfuerzo flexionante en una flecha circular<sup>[33]</sup>.**

En la Figura 2.13 se muestra una unión soportada en dos apoyos fijos, sometida a la aplicación de una carga en el centro para la prueba de flexión en tres puntos, y aplicando dos cargas para la prueba de flexión cuatro puntos. La resistencia por flexión esta definida por el momento de flexión máximo respecto al punto donde ocurre la fractura. Los esfuerzos por flexión para una muestra de sección circular puede ser calculada usando la formula general.

$$\sigma_{\max} = \frac{M \cdot C}{I} \quad (2.5)$$

Donde:

$\sigma_{\max}$  = Esfuerzo máximo por flexión.

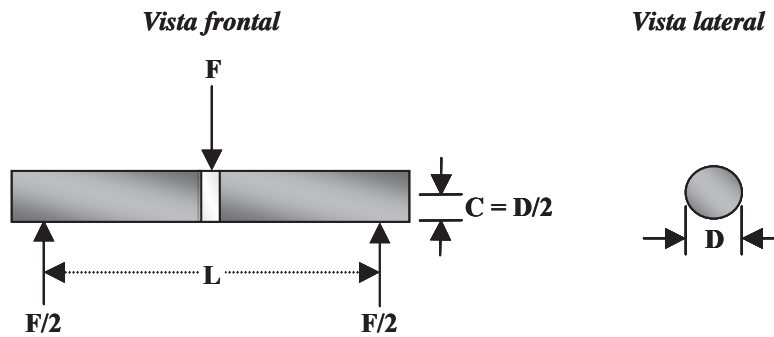
$M$  = Momento flexionante.

$C$  = Distancia del eje neutral a la superficie de tensión.

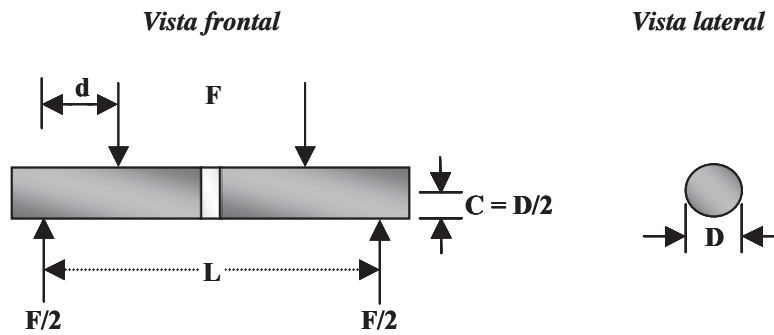
$I$  = Momento de inercia de la sección transversal con respecto a su eje centroidal.



**Prueba de flexión en tres puntos**



**Prueba de flexión en cuatro puntos**



**Figura 2.13 Derivación del modelo, para determinar la ecuación de esfuerzo por flexión en tres puntos y flexión en cuatro puntos<sup>[3]</sup>.**

Para muestras de sección circular:

$$I = \frac{\pi \cdot D^4}{64} \quad (2.6)$$

y

$$C = \frac{D}{2} \quad (2.7)$$

Donde:

$D$  es el diámetro de la muestra.

Para la Figura 2.13, nosotros podemos observar que el momento flexionante para el caso de flexión en tres puntos esta dado por:

$$M = (L / 2) \cdot (F / 2) \quad (2.8)$$

y, para el caso de flexión en cuatro puntos:

$$M = (F / 2) \cdot d \quad (2.9)$$

Por lo tanto podemos concluir que la formula para encontrar el esfuerzo por flexión en tres puntos esta dada por:

$$\sigma_{3-pt.} = \frac{8F \cdot L}{\pi \cdot D^3} \quad (2.10)$$

y para el caso de flexión por cuatro puntos esta dado por:

$$\sigma_{4-pt} = \frac{16F \cdot d}{\pi \cdot D^3} \quad (2.11)$$

Para la mayoría de materiales cerámicos, el esfuerzo aparente disminuirá cuando realicemos la prueba de flexión de tres puntos y el tamaño de la muestra se incremente, a diferencia de la prueba de flexión de cuatro puntos<sup>[3]</sup>.

### ***2.11 Uniones cerámico-metal y cerámico-cerámico***

Diversas técnicas de unión, así como el estudio interfacial y la evaluación mecánica de uniones cerámico-metal y cerámico-cerámico han sido publicadas durante las últimas décadas

por diversos investigadores activos en este campo. Actualmente, se sigue desarrollando diferentes estudios sobre dichos ensambles.

Es el caso de Z. Cheng y colaboradores quienes realizaron la unión cerámico-cerámico utilizando como intercapa de unión níquel puro (99.98 %wt ) y titanio (99.99 %wt) con espesores de 0.8 mm y 20  $\mu\text{m}$  respectivamente. El níquel fué utilizado como intercapa de unión debido a que es un material relativamente dúctil y puede reducir el nivel de esfuerzos residuales en la interfase de unión. Por otro lado, se empleó el titanio porque es un elemento activo que a tenido cierta afinidad con la mayoría de las estructuras de los cerámicos. El arreglo del ensamble fué del tipo sándwich  $\text{Si}_3\text{Ni}_4/\text{Ti}/\text{Ni}/\text{Ti}/\text{Si}_3\text{Ni}_4$  y se realizó en una atmósfera de vacío, utilizando una presión de 6.67 MPa, variando la temperatura de unión en un rango de 1000 a 1150  $^\circ\text{C}$  y los tiempos de unión fueron de 15 a 120 minutos. Además se realizaron muestras con dimensiones de 3 mm x 4 mm x 38 mm, a las cuales se les realizaron pruebas de flexión por cuatro puntos, obteniéndose resistencias por arriba de los 100 MPa<sup>[34]</sup>.

P. He, J. C. Feng y H. Zhou realizaron uniones de una aleación  $\text{Ti}_3\text{Al}$ , la cual es utilizada en la industria aeronáutica y espacial. Para dicho ensamble se empleó una lamina de 50  $\mu\text{m}$  de espesor de la aleación Ag-Cu34-Zn16 cuya temperatura de fusión oscila en un rango entre 690 y 775  $^\circ\text{C}$ . El arreglo de la unión fue del tipo sándwich  $\text{Ti}_3\text{Al}/\text{AgCuZn}/\text{Ti}_3\text{Al}$ , en el cual se utilizo una temperatura de unión de 800  $^\circ\text{C}$  por un tiempo de 5 minutos y la máxima resistencia al corte fué de 165.4 MPa<sup>[35]</sup>.

Z. Cheng, y colaboradores unieron  $\text{Si}_3\text{Ni}_4$  a  $\text{Si}_3\text{Ni}_4$  empleando laminas Ti, Cu y Ni con espesores de 2, 30 y 800  $\mu\text{m}$  respectivamente, los cuales cuentan con purezas por arriba de 99.99 %wt. El arreglo de unión del tipo sándwich  $\text{Si}_3\text{Ni}_4/\text{Ti}/\text{Cu}/\text{Ni}/\text{Cu}/\text{Ti}/\text{Si}_3\text{Ni}_4$ , se realizó en una atmósfera de vacío aplicando una presión de 0.1 MPa, variando la temperatura de unión en un rango de 1050  $^\circ\text{C}$  por tiempos de 60 minutos y de 1120  $^\circ\text{C}$  por tiempos de 30 minutos. Además se realizaron muestras con dimensiones de 3 mm x 4 mm x 38 mm, a las cuales se les realizaron pruebas de flexión por cuatro puntos, obteniéndose resistencias por arriba de los 250 MPa<sup>[36]</sup>.

Por otro lado, la unión de  $\text{Si}_3\text{Ni}_4$  a  $\text{Si}_3\text{Ni}_4$  también fue realizada por M. I. Osendi y P. Miranzo, quienes utilizaron laminas de níquel con 99.98 %wt de pureza y 50  $\mu\text{m}$  de espesor, las muestras producidas de  $\text{Si}_3\text{Ni}_4/\text{Ni}/\text{Si}_3\text{Ni}_4$  se realizaron en tamaños estándar (6 mm x 15 mm x 4mm) para poder ser evaluadas mecánicamente por pruebas de corte, dichos ensambles se realizaron en una atmósfera de vacío, aplicando una presión de 20 MPa, y una temperatura 1050 °C por 30 minutos y 1150 °C por 120 minutos. La mayor resistencia fué de 80 MPa y se obtuvo para los ensambles unidos a 1050 °C, en cambio para las muestras unidas a 1150 °C se observa una notable disminución en la resistencia de 41 MPa, debido probablemente a una evidente porosidad que se observa en la interfase formada<sup>[37]</sup>.

# Capítulo 3:

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

En el presente capítulo se muestra la descripción de los materiales utilizados y operación de los equipos usados en la preparación de las muestras, así, como varias técnicas empleadas en la caracterización y evaluación de los materiales unidos como se indica en el diagrama de flujo que se muestra en la Figura 3.1.

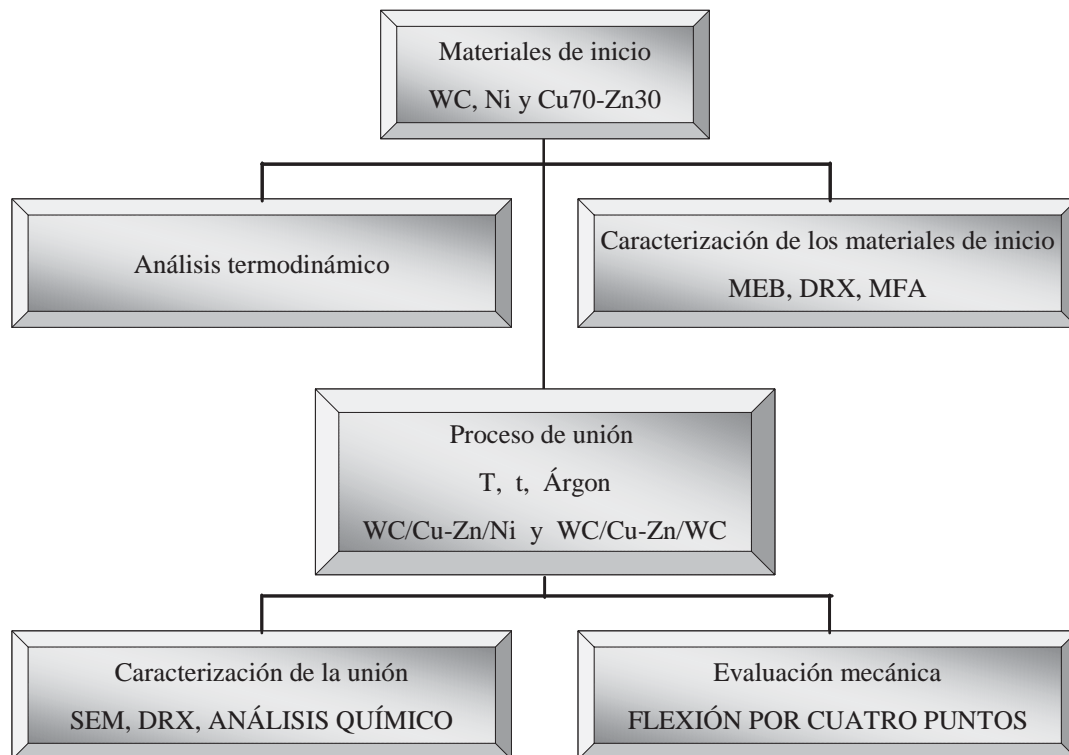


Figura 3.1 Procedimiento experimental.

### 3.1 Materiales de inicio

Los materiales utilizados en el presente trabajo son fabricados comercialmente y sus especificaciones dimensionales se muestran en la Tabla 3.1.

**Tabla 3.1 Materiales de inicio.**

<i>Material</i>	<i>Forma</i>	<i>Dimensiones (mm).</i>			<i>Proveedor</i>
		<i>Longitud</i>	<i>Diámetro</i>	<i>Espesor</i>	
Carburo de tungsteno (WC94/Co6)	Cilíndrica sólida	25	6.35	-----	<i>Goodfellow, England</i>
Aleación Cobre-Zinc (Cu70/Zn30)	Lámina	150 x 450	-----	0.025mm	<i>Alfa Aesar a Jonhson Matthey Company, Ward Hill, Ma. USA</i>
Níquel puro (99.5% Ni)	Cilíndrica sólida	25	6.35	-----	

Algunas propiedades físicas y mecánicas de estos materiales se pueden observar en la Tabla 3.2.

**Tabla 3.2 Propiedades físicas y mecánicas de los materiales de inicio.**

<i>Propiedades</i>	<i>Carburo de tungsteno (WC94/Co6)</i>	<i>Brass foil (Cu70Zn30)</i>	<i>Níquel (99.5%)</i>
Temperatura de fusión (°C).	2800	≅ 950	1453
Estructura Cristalina	Hexagonal compacta	Cúbico centrado en las caras*	Cúbico centrado en las caras
Densidad teórica (g/cm <sup>3</sup> )	14.95	8.53	8.908
Expansión térmica (10 <sup>-6</sup> /°K)	5.2	19.9*	13.3
Resistencia a la tensión (MPa)	600	320*	400
Modulo de Young (GPa)	700	110*	210
Dureza – Vickers (Kgf/mm <sup>2</sup> )	1550	-----	70*
Conductividad térmica (W/m°K)	60 – 80	120*	90.9

\*Datos tomados del *Metals Handbook, Ninth Edition, Vol 2. for Nonferrous alloy and Pure Metals.*

### ***3.2 Análisis termodinámico***

El análisis termodinámico fue desarrollado usando el programa F\*A\*C\*T (Facility for the Analysis of Chemical Thermodynamics), el cual, cuenta con una base de datos completa integrada a la termoquímica, este programa es capaz de realizar cálculos termodinámicos, además, de proporcionar datos y propiedades como la entalpía ( $H$ ), entropía ( $S$ ), energía interna ( $U$ ) y energía libre de Gibbs ( $G$ ) de varios componentes estequiométricos y soluciones binarias<sup>[38]</sup>. Los resultados proporcionados por esta base de datos son usados con la finalidad de predecir si es posible que se desarrolle la descomposición del carburo de tungsteno o en todo caso comprobar la estabilidad del cerámico (WC) a las temperaturas empleadas durante la unión en el presente trabajo de investigación.

### ***3.3 Caracterización de los materiales de inicio***

Inicialmente, se realizó una caracterización de los materiales adquiridos del proveedor con la finalidad de corroborar la composición química, además de obtener el difractograma de rayos-X característico de cada material.

#### ***3.3.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB)***

La microestructura del carburo de tungsteno, se observó en el microscopio electrónico de barrido (JEOL SCANNING MICROSCOPE MODELO JSM-6400), para lo cual, se fracturaron muestras de carburo de tungsteno, las cuales se atacaron con ácido fluorhídrico al 40% a distintos tiempos (20, 25 y 30 minutos), posteriormente las muestras se lavaron con agua y se les realizó una limpieza en la tina de ultrasonido BRANSON.

De la misma manera, se utilizó el equipo para realizar análisis puntuales (Electrón Probe Micro-Analysis) a muestras de carburo de tungsteno, níquel y la aleación Cu-Zn. Para esto se realizaron cortes de aproximadamente 3 mm de longitud a las muestras de carburo de

tungsteno y níquel, utilizando una cortadora de disco de diamante ISOMET BUEHLER, las muestras se sometieron a una limpieza superficial con un disco abrasivo de diamante de 45  $\mu\text{m}$ , seguido por lijas de carburo de silicio grado F400 (17.3  $\mu\text{m}$ ) y F600 (9.3  $\mu\text{m}$ ), para posteriormente ser pulidas con suspensiones de diamante de 3  $\mu\text{m}$ . En el caso de la aleación Cu-Zn se le realizó una limpieza superficial con una solución de alumina de 0.05  $\mu\text{m}$ ; finalmente, a todas las muestras se les dio una limpieza utilizando la tina de ultrasonido BRANSON.

### ***3.3.2 Difracción de rayos-X (DRX)***

Las muestras fueron analizadas por el difractómetro de rayos-X (MODELO SIMENS D5000), empleando en su operación una lámpara de cobre ( $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$ ) a una aceleración de voltaje de 40 keV y una emisión de corriente de 20 mA para un rango de barrido de 10 a 90° con un tamaño de paso de 0.02° y tiempo de medida entre pasos de 0.6 segundos.

### ***3.3.3 Microscopía de fuerza atómica (MFA)***

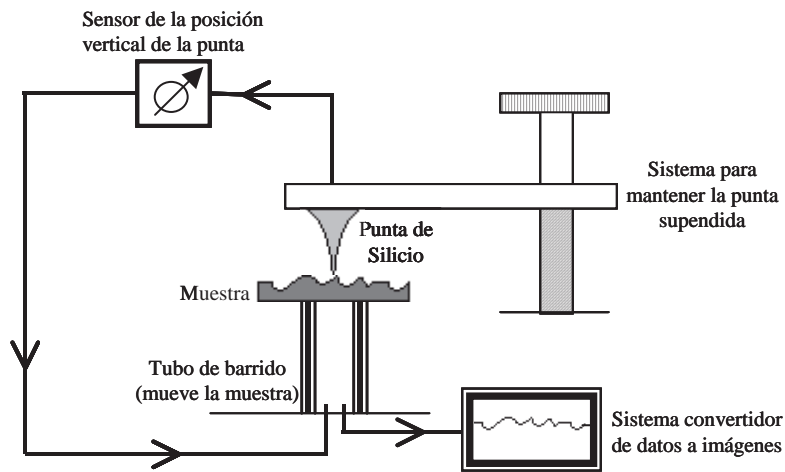
Este método es atractivo porque nos permite la examinación y la obtención de imágenes a nivel atómico de los detalles superficiales en un espacio real de nuestra muestra, es decir, nos proporciona una resolución atómica sobre las superficies, permitiendo una visualización de los detalles finos, aunque las imágenes no representan una recopilación de información derivada de una gran región, sí reflejan los defectos reales de imperfecciones que existen en la superficie<sup>[39]</sup>.

Por lo que, a una de las muestras de níquel y una de carburo de tungsteno, fueron analizadas por el Microscopio de Fuerza Atómica, (JEOL MODELO JSPM-4210) de la UNAM, el cual emplea puntas de silicio (NSC12), una frecuencia de resonancia de 150 Khz una constante de fuerza de 4.5 N/m y un radio de curvatura de 10 nm. La finalidad de realizar



esta prueba es tener un parámetro inicial aproximado de la rugosidad de que se parte para ambos materiales.

El Microscopio de Fuerza Atómica (MFA) puede operar en una gran variedad de ambientes, además, de poder utilizarse con materiales conductores y aislantes. Su principio de trabajo se basa en la sensibilidad de la fuerza aplicada entre una punta que está suspendida y la superficie de la muestra dentro de una proximidad cerrada, es decir, la fuerza que actúa entre el extremo de la punta suspendida y la superficie del material causa mínimas deflexiones sobre la punta suspendida, esta deflexión es detectada y registrada como una señal<sup>[3, 39]</sup>. Para cuidar que la fuerza aplicada sobre la punta suspendida sea pequeña y constante, una imagen topográfica, seguido del contorno de la superficie a analizar es obtenida. Un esquema generalizado de la forma de operar se muestra en la Figura 3.2.



**Figura 3.2 Esquema generalizado del funcionamiento del MFA<sup>[40]</sup>.**

La señal, después de amplificarse es comparada con un valor de referencia, La diferencia en la señal nuevamente es amplificada por ser manejada por un circuito detector y ser convertido en imagen.

La rugosidad promedio  $R$ , de la superficie es un término comúnmente utilizado, el cual, esta expresado por la siguiente ecuación<sup>[3]</sup>:

$$R = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |z_i - \bar{z}| \quad (3.1)$$

Donde:

$N$  = No. de pruebas realizadas.

$z$  = Altura.

$\bar{z}$  = Altura promedio.

### ***3.4 Proceso de unión***

En gran medida, el eliminar residuos contaminantes en la superficie de la muestra para evitar que estos queden atrapados, así como establecer un contacto íntimo entre las superficies a unir durante el proceso, son dos de los aspectos importantes que deben ser considerados durante la unión.

#### ***3.4.1 Preparación de la superficie***

Los experimentos de unión se inician con cortes de aproximadamente 3 mm de longitud a las muestras de carburo de tungsteno y níquel, utilizando una cortadora de disco de diamante ISOMET BUEHLER, posteriormente se prepararon las superficies de las muestras, con la finalidad de eliminar, imperfecciones y contaminantes que pudieran existir, para lo cual, se llevó acabo el siguiente procedimiento:

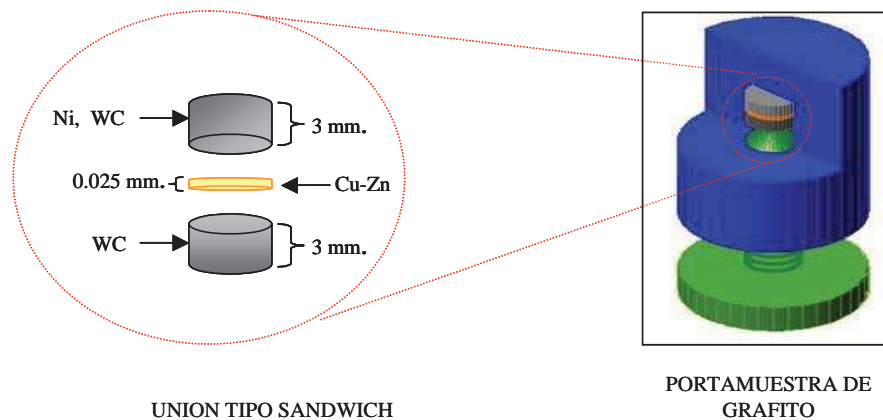
1. Se montaron las muestras en una resina en frio, con el propósito de facilitar el manejo de las mismas para su pulido.

2. Se utilizó una pulidora con un disco abrasivo de diamante de  $45\ \mu\text{m}$  a una velocidad de rotación de 200 r.p.m. por un tiempo de 5 minutos.
3. Enseguida, se realizó el desmontaje de la muestra en una mufla a una temperatura de  $150\ ^\circ\text{C}$ .
4. Finalmente, a las muestras se les dio una limpieza durante 5 minutos utilizando una tina de ultrasonido BRANSON.

Cabe mencionar que se trató de emplear el mismo procedimiento para todas las muestras, buscando la reproducibilidad de éstas.

### 3.4.2 Arreglo de la unión

Se realizaron dos tipos de ensambles WC/Cu-Zn/Ni y WC/Cu-Zn/WC, estos arreglos fueron del tipo sándwich, el cual, consiste en colocar el extremo de la superficie pulida de WC, al extremo de la superficie de la muestra de Ni ó WC, insertando entre ambas una lámina de la aleación Cu-Zn, como se muestra en la Figura 3.3.



**Figura 3.3 Representación esquemática del arreglo tipo sándwich.**

Una vez realizado al arreglo tipo sándwich, éste se colocó en un dado de grafito diseñado para mantener las superficies de los materiales a unir en contacto durante el proceso de unión, empleando polvo de nitruro de boro (BN) en las paredes del dado de grafito para evitar contaminación de carbón con la muestra.

### 3.4.3 Unión

El proceso brazing es una técnica de unión que utiliza un metal o aleación, la cual, se funde para interactuar en fase líquida con las superficies a unir. En base a esto el elemento de unión Cu70-Zn30, el cual funde aproximadamente a 950 °C según el diagrama de fase Cu-Zn (ver Figura 2.3) y con la finalidad de asegurar que dicha aleación se encuentre en fase líquida durante el proceso de unión, se decidió incrementar a 980 °C la temperatura de unión. Sin embargo, como se observara posteriormente se decidió ir disminuyendo la temperatura gradualmente, con la finalidad de establecer hasta que temperatura era factible el producir dicha unión. El equipo utilizado para los experimentos de unión se muestra en la Figura 3.4, consiste básicamente de un horno de resistencias de atmósfera controlada con cámara tubular de 8 cm de diámetro y 80 cm de longitud, sellado por un extremo. Se introdujo dentro de la cámara del horno, el dado con la muestra, al cual se le suministra un gas inerte de argón (Ar) en forma continua durante el experimento.

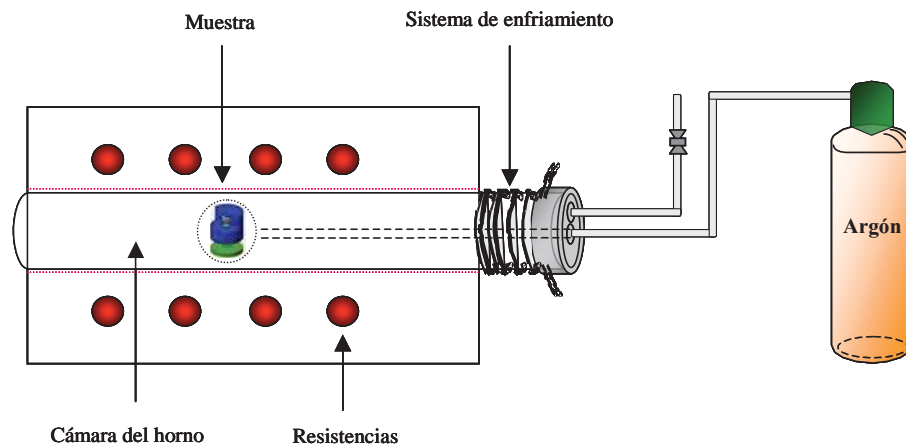
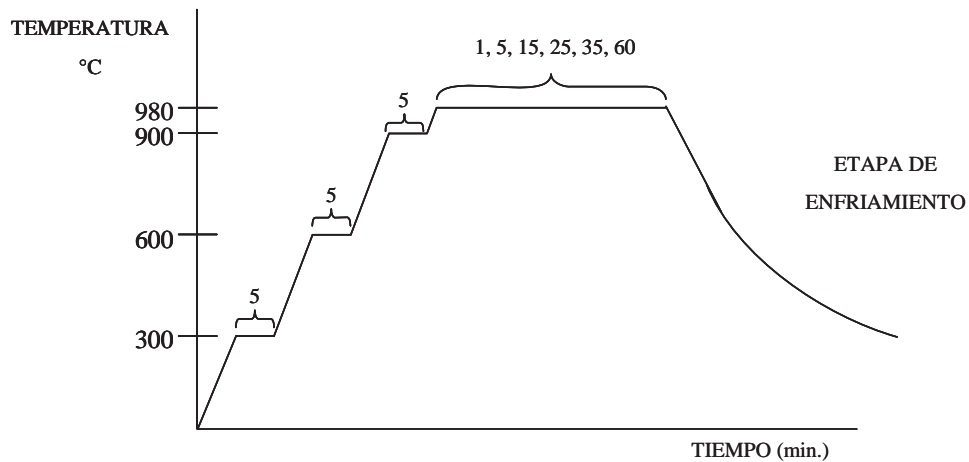


Figura 3.4 Esquema representativo del horno.

Los experimentos de la unión se realizaron previa calibración del horno y llevando a cabo el ciclo de calentamiento que se muestra en la Figura 3.5, variando la temperatura en el rango de 730 °C a 980 °C, empleando diferentes tiempos de unión.



**Figura 3.5** Ciclo de calentamiento.

### *3.5 Caracterización de la unión*

Las uniones producidas fueron montadas en resina y cortadas transversalmente utilizando la cortadora con disco de diamante ISOMET BUEHLER. Una vez cortadas las muestras unidas, se les dio un pulido y limpieza de acuerdo al siguiente procedimiento:

1. Se utilizó la pulidora con el paño y una suspensión de diamante de 0.3  $\mu\text{m.}$ , a una velocidad de 100 r.p.m. por un tiempo de 20 minutos.
2. Posteriormente, se utilizó una suspensión de diamante de 0.1  $\mu\text{m.}$ , a las mismas condiciones de pulido.

3. Finalmente, se efectuó una limpieza superficial con una solución de alumina de  $0.05 \mu\text{m.}$ , a una velocidad de 100 r.p.m. por un tiempo de 5 minutos, seguido de una limpieza en la tina de ultrasonido BRANSON.

Cabe, señalar que la preparación de las muestras unidas requiere de cierta habilidad, ya que se trata de pulir una unión cerámico-metal y durante esta etapa se debe de utilizar velocidades lentas y tiempos prolongados, porque de lo contrario se ocasiona la fractura del cerámico o un rayado excesivo en el metal.

Las muestras unidas fueron observadas en su sección transversal con el propósito de evaluar la interacción cerámico/metal producidas durante el proceso de unión. realizándoles micrográficas y análisis puntual, por microscopía electrónica de barrido. Además, a dos de las muestras de WC/Cu-Zn/Ni y dos WC/Cu-Zn/WC se les realizo análisis puntual, mediante la técnica mapeo, así mismo se les efectuó a una muestra de cada ensamble un barrido en línea en el microscopio electrónico de barrido del Instituto Tecnológico de Morelia (JEOL SCANNING MICROSCOPE MODELO 5910 LV). El cual es de bajo vacío y nos permite analizar muestras sin requerir de una metalización previa, lo cual nos proporciona imágenes de mejor calidad.

Se analizaron las superficies de las muestras que estuvieron en contacto que no se unieron y una de las muestras unida a  $980 \text{ }^\circ\text{C}$  por 15 minutos, la cual se fracturó con la finalidad en ambos casos de analizar e identificar la fases presentes a través de un difractor de rayos X (SIEMENS D5000), empleando una lámpara de cobre ( $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$ ) a una aceleración de voltaje de 40 keV y una emisión de corriente de 20 mA para un rango de barrido de  $10$  a  $90^\circ$  y de  $10$  a  $95^\circ$  respectivamente, con un tamaño de paso de  $0.02^\circ$  y tiempo de medida entre pasos de 0.6 segundos.

### ***3.6 Evaluación mecánica***

Generalmente, una condición a las que está sometida la funcionalidad de una unión es su resistencia, por tal motivo, la resistencia interfacial en nuestras uniones de WC/Cu-Zn/Ni y

WC/Cu-Zn/WC fueron determinados por pruebas de flexión en cuatro puntos usando una máquina INSTRON Dynamic Testing System TINIUS OLSEN H25k-5 de la universidad de McGill, en Canadá con una celda de carga máxima de 25 kN.

### ***3.6.1 Prueba de flexión por cuatro puntos***

Para realizar las pruebas por flexión de nuestras uniones, fue necesario producir muestras de tamaño estándar, las cuales, se realizaron siguiendo el mismo procedimiento de unión que se describió anteriormente, sin embargo, para la realización de estas uniones, se diseñó un nuevo portamuestras de grafito que cumpliera con las siguientes características:

- Que se adaptara a las nuevas dimensiones de los materiales a unir.
- Que nos asegurara que durante el proceso de unión, las superficies de los materiales a unir permanecieran en contacto.
- Y que estos materiales una vez unidos, quedaran alineados en forma recta.

En la Figura 3.6, se observa el portamuestras de grafito utilizado para las uniones.



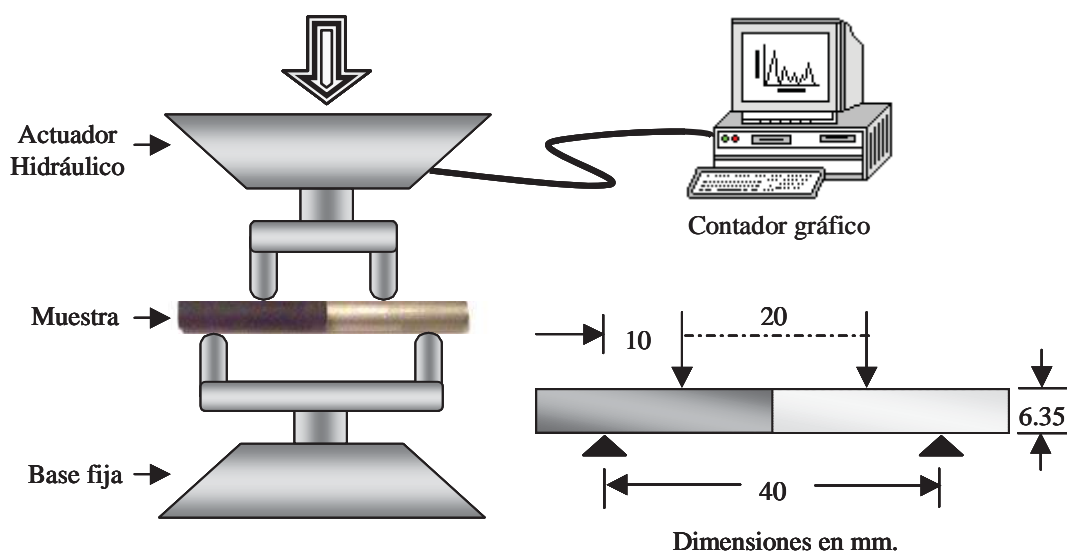
**Figura 3.6 Portamuestra de grafito.**

Con la finalidad de hacer un análisis de la resistencia interfacial de nuestras uniones a distintos tiempos (5, 15, 25, 35, 60 minutos) y a una temperatura constante (980 °C), así como ver la reproducibilidad de las mismas, se realizaron cuatro uniones para cada uno de los parámetros establecidos, esto en ambos sistemas, tanto en WC/Cu-Zn/Ni y WC/Cu-Zn/WC. En la Figura 3.7, se muestran las uniones producidas para ser evaluadas por flexión en cuatro puntos.



**Figura 3.7 Muestras unidas para ser evaluadas por flexión.**

Para realizar la prueba de flexión se aplicó un ensayo de control de deformación en forma vertical a una velocidad de 0.5 mm/min hasta lograr la fractura de la muestra. La Figura 3.8 representa en forma esquemática la prueba de flexión por cuatro puntos, así como las distancias a que se encuentran los apoyos y la carga aplicada.



**Figura 3.8 Esquema de la prueba de flexión por cuatro puntos<sup>[3]</sup>.**



# Capítulo 4:

---

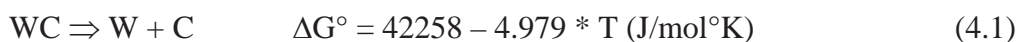
---

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se inicia con un análisis termodinámico del cerámico y la caracterización de los materiales de inicio. Así también, el objetivo es presentar los resultados obtenidos en la unión del WC/Ni y WC/WC mediante el proceso brazing utilizando como elemento de unión una aleación Cu-Zn, haciendo énfasis en los resultados de la caracterización de la interfase cerámico/metal y cerámico/cerámico. Así, como mostrar los resultados obtenidos de la evaluación mecánica de nuestras uniones.

### 4.1 Análisis termodinámico

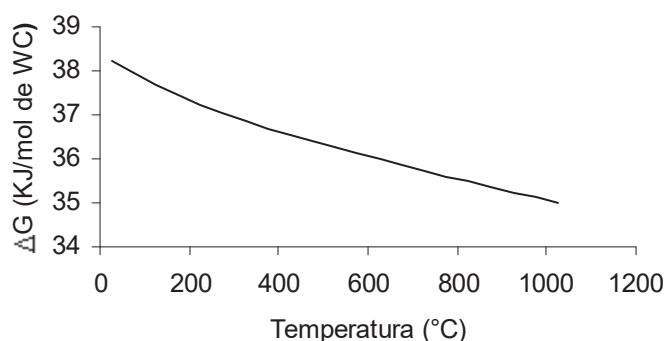
Se realizaron cálculos termodinámicos usando el programa F\*A\*C\*T (Facility for the Analysis of Chemical Thermodynamics)<sup>[38]</sup> con la finalidad de comprobar la estabilidad del cerámico (WC) a elevadas temperaturas. El proceso de reacción establece la descomposición del carburo de tungsteno a una presión de 1 atmósfera, en función de la temperatura de acuerdo a la siguiente reacción<sup>[41]</sup>:



Como podemos observar en la Figura 4.1, en un rango de temperatura de 25 a 1025 °C, se obtiene una energía libre de descomposición positiva, lo que establece que el WC es muy estable a temperaturas aun mayores de los 1025 °C. Resultados similares han sido observados experimentalmente por otros investigadores, por ejemplo: antecedentes de la estabilidad del

cerámico (WC) fueron encontrados por Shan-Ping Lu y Oh-Yang Kwon<sup>[42]</sup> en la elaboración de un material compuesto de matriz metálica (Ni-Cr-B-Si) reforzados con partículas de carburo de tungsteno sobre un acero a temperaturas de 980 °C en una atmósfera de vacío utilizando el proceso brazing.

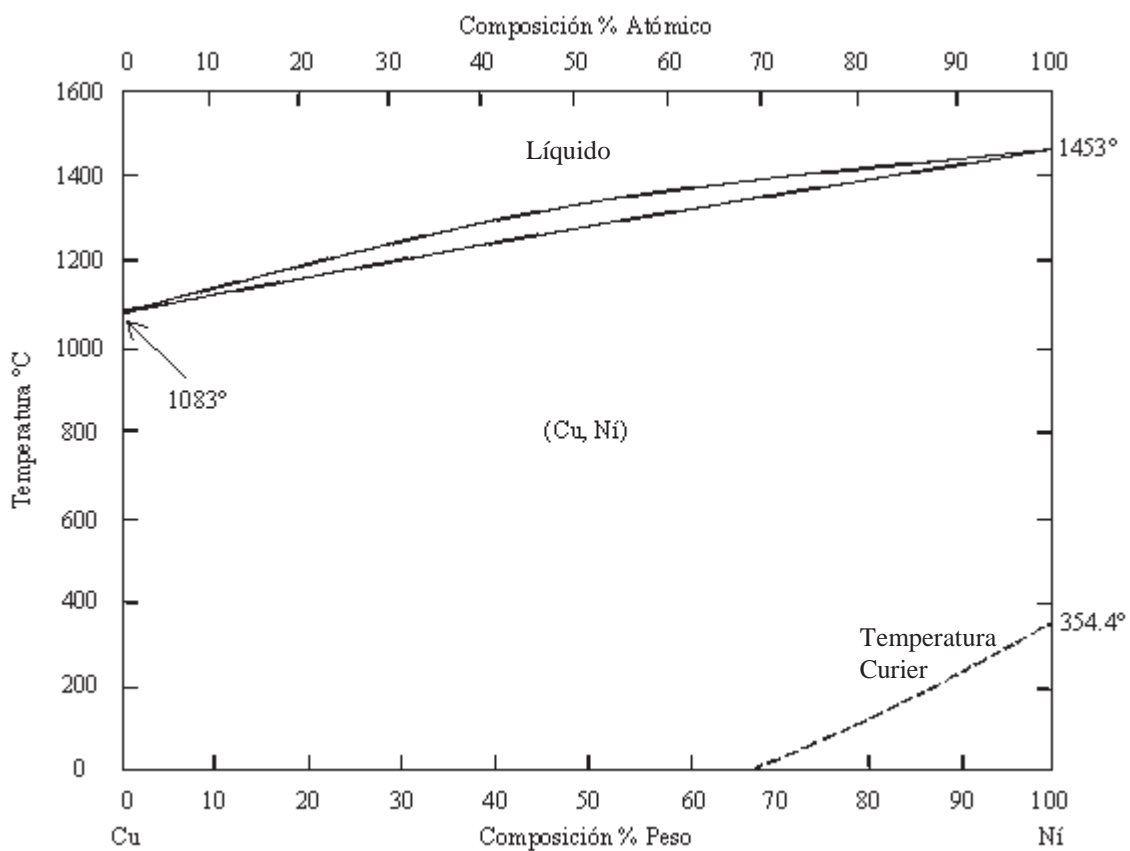
De acuerdo a lo anterior no se espera observar la presencia de tungsteno o carbón en la zona de interacción durante los experimentos de unión. Recordemos que nuestro material cerámico empleado, en realidad esta constituido por un cerment conteniendo WC94/Co6. Así, se espera que el proceso de unión de los materiales se pueda dar a través de la interacción del material metálico, Cu-Zn y Ni con el Co del material cerámico.



**Figura 4.1 Energía libre de descomposición del WC en función de la temperatura (datos obtenidos del F\*A\*C\*T).**

Por otra parte, como en el proceso de unión se pretende elevar la temperatura a 980 °C, y el punto de evaporación del zinc es de 906 °C, entonces, se espera que el zinc tienda a evaporarse. De ahí que se hallan seleccionado los diagramas de fase binarios Cu-Ni y Co-Cu, para ser analizados, ya que el cobre de nuestro elemento de unión va estar interactuando, tanto con el níquel, como con el aglutinante del cerámico que es el cobalto durante todo el proceso de unión. Es importante establecer que la identificación de posibles fases que se llegaran a formar, no es fácil, debido a que tenemos varios elementos interactuando durante el proceso de unión (Cu, Zn, Co y Ni), además, de que se encuentran en muy distintos porcentajes.

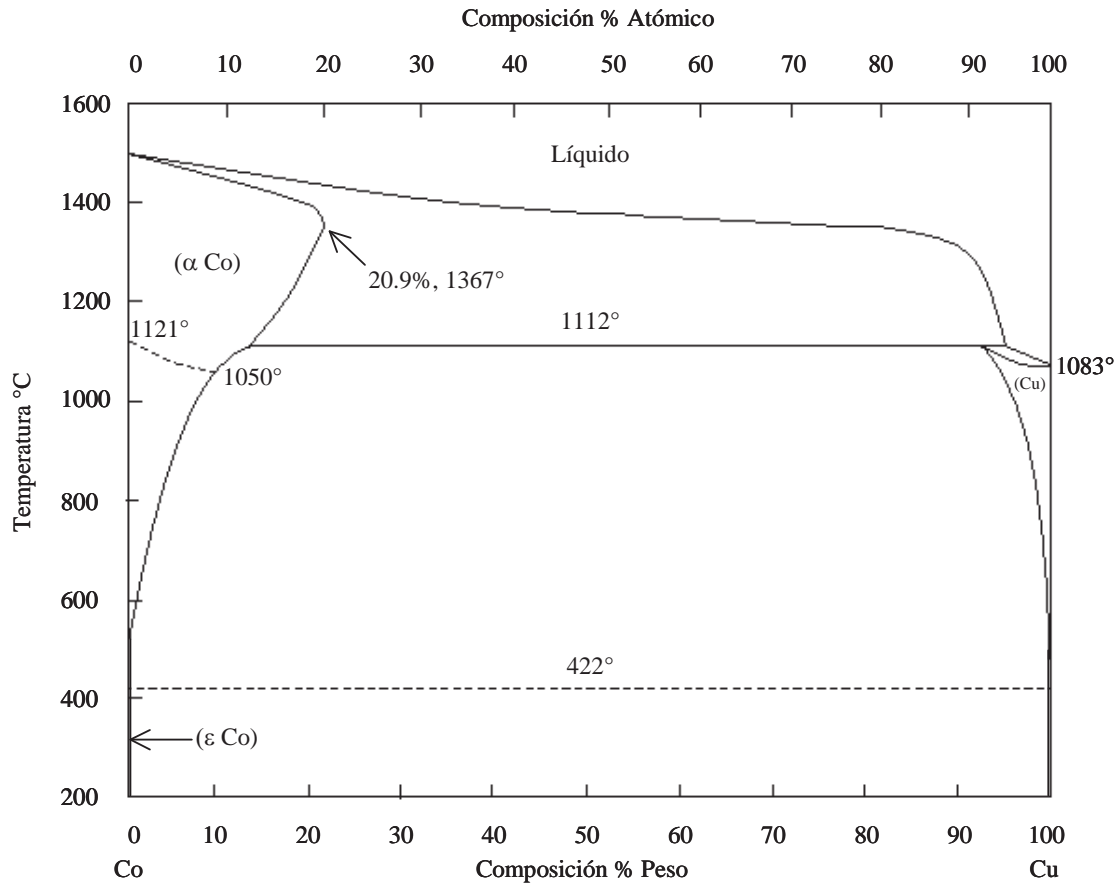
El equilibrio en fase sólida del sistema Cu-Ni se muestra en el diagrama de fase ilustrado en la Figura 4.2, donde podemos apreciar que a la temperatura establecida por el proceso de unión (980 °C) y a distintos porcentajes de Cu y Ni, no se tiene la formación de alguna fase en especial, sin embargo, es importante establecer que puede darse la formación de una fase ternaria producto del Cu-Zn y Ni, que están interactuando durante el proceso de unión. Por lo tanto, esperamos la difusión de Cu a Ni, así como del Ni al Cu durante la unión de los materiales.



**Figura 4.2 Diagrama de fase Cu-Ni<sup>[43]</sup>.**

En relación a la interacción que pudiera existir del elemento de unión con el cerámico, que previo análisis se daría a través del cobalto que contiene el carburo de tungsteno, se espera

que sea en cantidades mínimas, debido a que el cerámico sólo contiene un 6% de este elemento, lo cual, hace especular que a la temperatura de unión de 980 °C y de acuerdo al diagrama de fase binario Co-Cu que se muestra en la Figura 4.3, tendríamos la presencia de cobre puro, el cual durante el proceso de enfriamiento precipitaría en estado sólido.

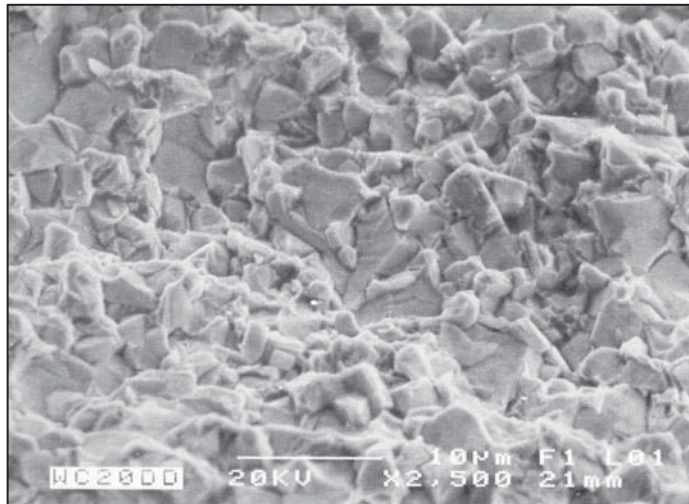


**Figura 4.3 Diagrama de fase Co-Cu<sup>[43]</sup>.**

#### **4.2 Caracterización del carburo de tungsteno**

El carburo de tungsteno utilizado en este trabajo se produjo a partir de polvos que fueron prensados en caliente en matrices de grafito a una temperatura entre 1370 a 1425 °C, usando el cobalto como aglutinante. El tamaño de las partículas de carburo (granos), su

distribución y porosidad, además del enlace entre los cristales de cobalto y carburo son factores importantes que influyen en las propiedades mecánicas del cerámico (ver sección 2.2.2). En la Figura 4.4, se observa una muestra fracturada de WC, la cual ilustra la microestructura típica de este material.



**Figura 4.4 Microestructura típica del WC94/Co6 atacada con ácido fluorhídrico por 20 minutos.**

Como se mencionó anteriormente, el carburo de tungsteno es muy estable a elevadas temperaturas, por lo que esperamos que en el proceso de unión, la interacción y unión de los materiales ocurra a través del aglutinante metálico (cobalto).

En la Figura 4.5, se observa el análisis puntual (EPMA) realizado a una muestra de carburo de tungsteno. En los resultados obtenidos se puede ver la presencia del carbono, y tungsteno, así como el cobalto en distintos porcentajes, corroborando la información otorgada por la empresa procesadora del material cerámico que señala 94WC/6Co.

Otra de las muestras de carburo de tungsteno fue analizada por difracción de rayos X (DRX). El difractograma resultante se muestra en la Figura 4.6, donde los picos característicos

en el patrón de difracción corresponde a la fase del carburo de tungsteno, no encontrándose picos adicionales que pudieran sugerir interacción del cobalto con el cerámico.

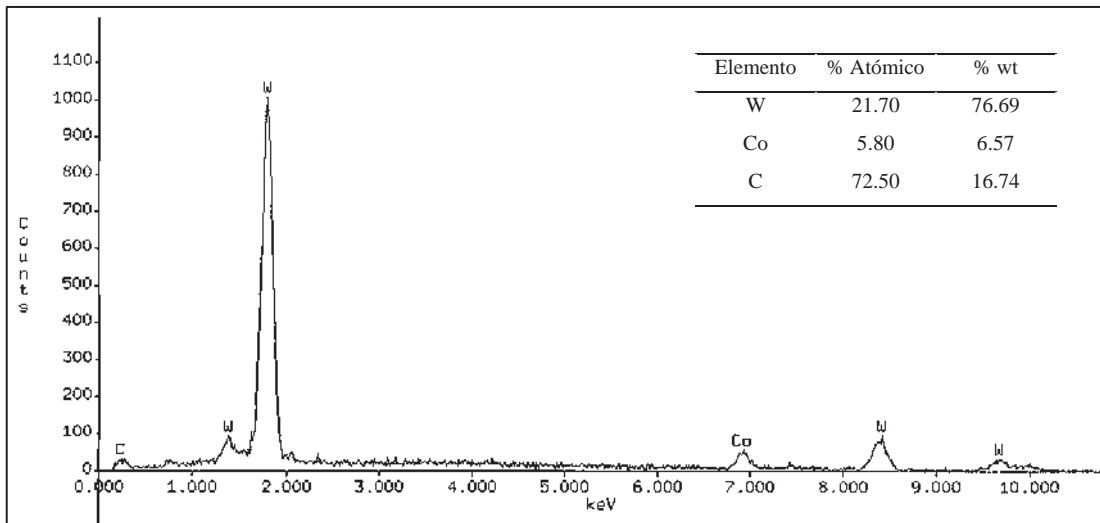


Figura 4.5 Análisis puntual (EPMA) del WC94/Co6.

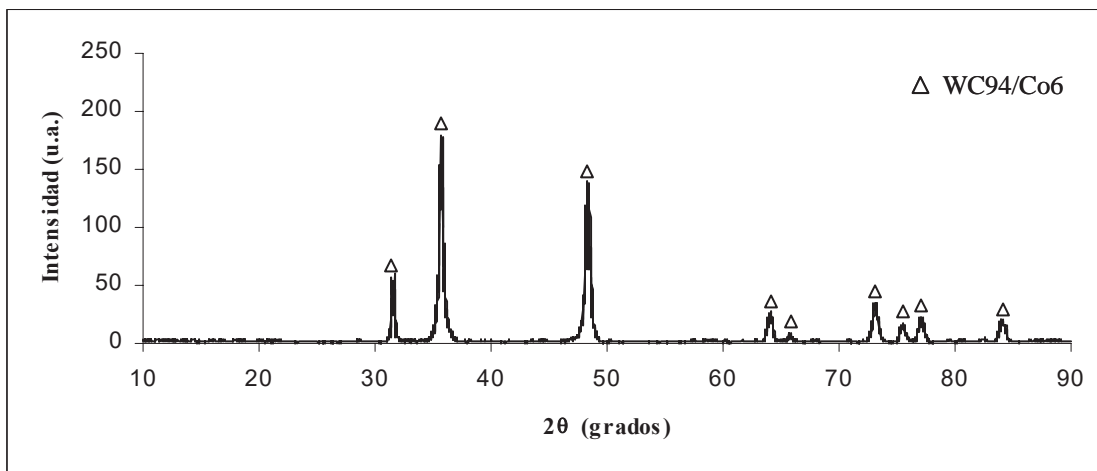


Figura 4.6 Patrón de DRX del carburo de tungsteno.

### 4.3 Caracterización de la aleación Cu-Zn

A la aleación Cu-Zn, se le realizaron análisis puntuales (EPMA), y de difracción de rayos X (DRX). En las Figuras 4.7 y 4.8, se muestran los resultados obtenidos, los cuales confirman la presencia de los elementos cobre y zinc en las cantidades especificadas e identificación de la fase presente.

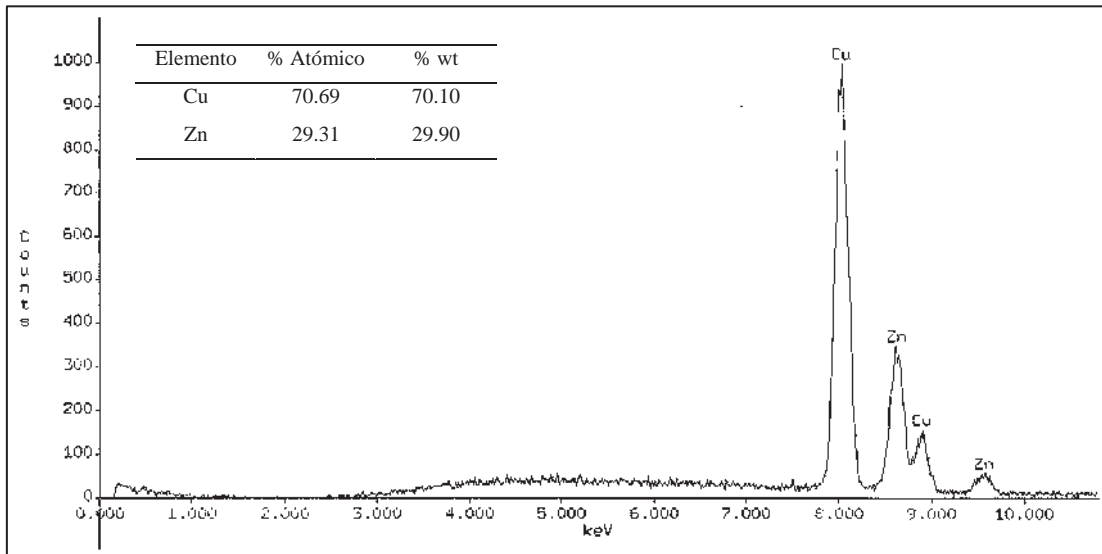


Figura 4.7 Análisis puntual (EPMA) del Cu70-Zn30.

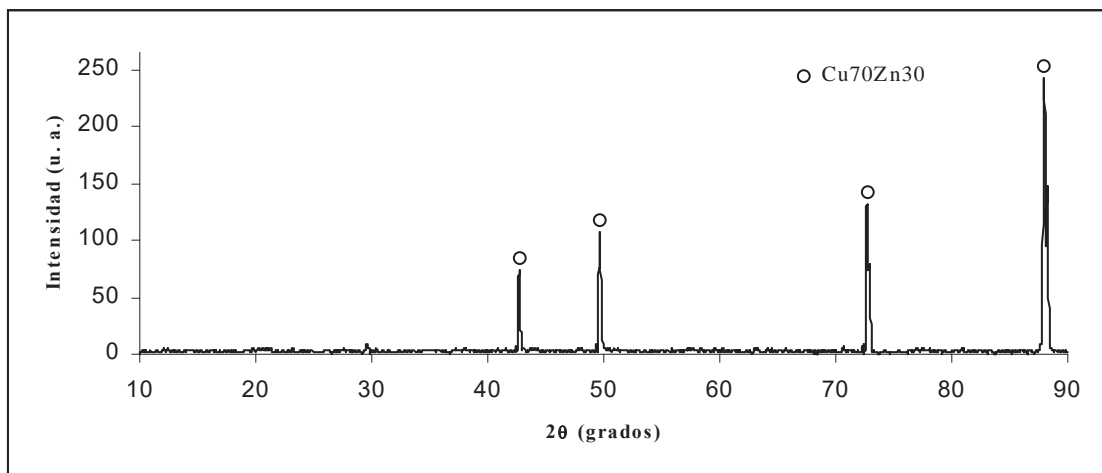


Figura 4.8 Patrón de DRX de la aleación Cu70-Zn30.

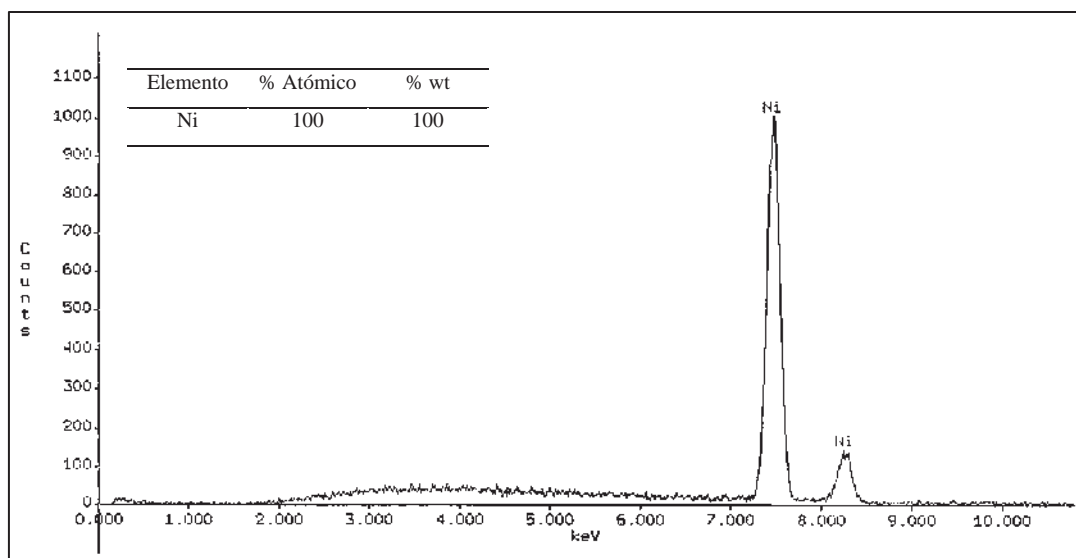
#### 4.4 Caracterización del Níquel

Por otra parte, el níquel (99.5%) utilizado, contiene ciertos elementos en pequeñas cantidades que son impurezas del material como se muestran en la Tabla 4.1, donde el Mn, Fe, Bi y C se encuentran en mayor cantidad.

**Tabla 4.1 Impurezas del níquel.**

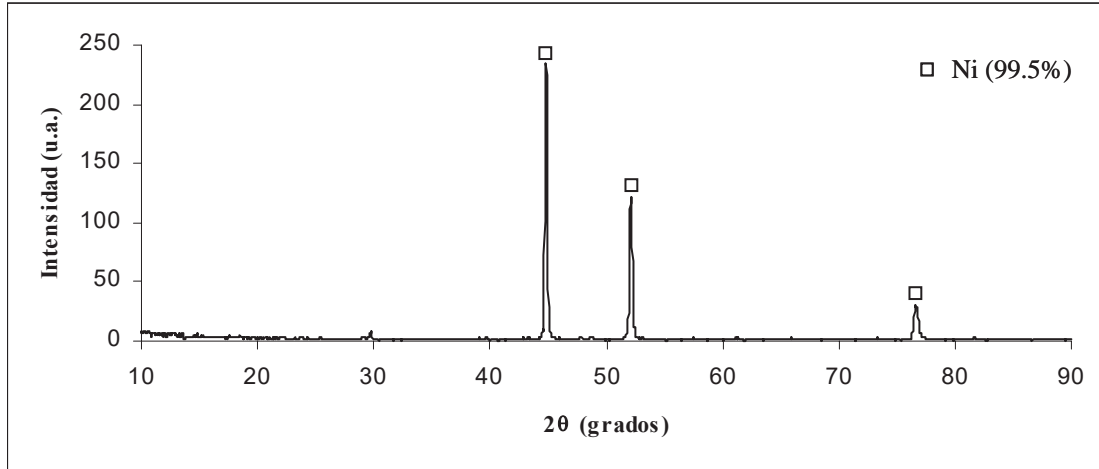
<i>Impureza</i>	<i>Cantidad (ppm)</i>	<i>Impureza</i>	<i>Cantidad (ppm)</i>	<i>Impureza</i>	<i>Cantidad (ppm)</i>
Mn	1200	C	150	Cu	100
Fe	300	Cr	100	Mg	100
Bi	200	Ti	100	S	30

Sin embargo, como se observa, las impurezas del material son cantidades mínimas y, al efectuarse los análisis puntuales (EPMA) y de difracción de rayos X (DRX) a la muestra de níquel (ver Figura 4.9 y 4.10) no se detecta la presencia de estas impurezas, por consiguiente se espera que no tengan algún efecto significativo durante el proceso de unión.



**Figura 4.9 Análisis puntual (EPMA) del níquel.**





**Figura 4.10 Patrón de DRX del níquel.**

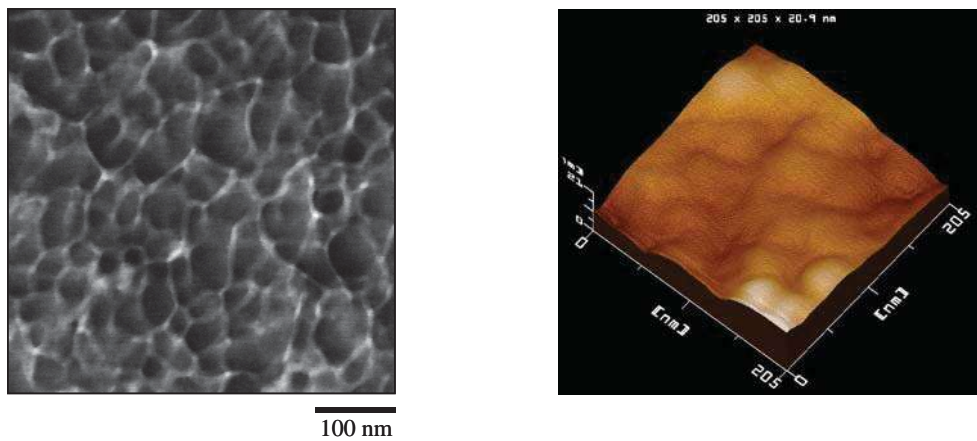
#### ***4.5 Unión del WC/Ni empleando la aleación Cu70-Zn30***

Los experimentos de unión del sistema WC/Cu-Zn/Ni se realizaron usando el proceso brazing, variando la temperatura en el rango de 730 °C a 980 °C, empleando diferentes tiempos de unión en una atmósfera inerte de argón (Ar). Las muestras unidas fueron observadas en su sección transversal con el propósito de evaluar la interacción cerámico/metal, producida durante el proceso de unión, para lo cual se utilizaron varias técnicas de caracterización interfacial. En el caso de las muestras no unidas se realizó un análisis por difracción de rayos X (DRX) en las superficies que estuvieron en contacto.

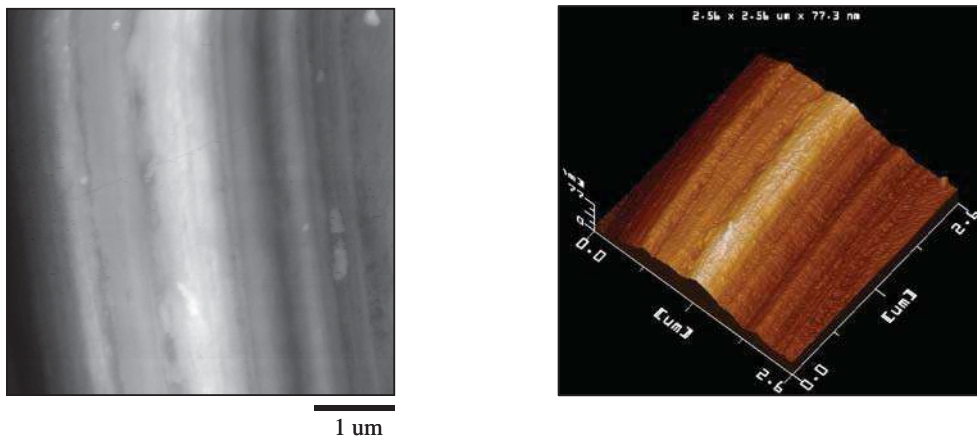
##### ***4.5.1 Microscopía de fuerza atómica***

El proceso Brazing no exige una preparación de la superficie tan exhaustiva como otros procesos, sin embargo, si requiere que la superficie este limpia y libre de contaminantes. Como se mencionó anteriormente, tanto el cerámico como el metal fueron sometidos al mismo procedimiento de pulido, de tal forma que antes de comenzar la unión de nuestras muestras, se les realizó un análisis superficial a una de las muestra pulidas de carburo de tungsteno y una

de níquel, empleando el Microscopio de Fuerza Atómica (MFA), con la finalidad de mostrar claramente en imágenes el efecto que tiene el pulido sobre la morfología de la superficie del material. En la Figura 4.11 se muestran los resultados obtenidos por esta técnica. Podemos observar, que en la superficie del cerámico hubo un desprendimiento del material formando pequeñas cavidades, lo cual, se atribuye a la dureza del WC, en cambio, en el metal se presenta una especie de rayado superficial, ya que este material es más suave y tiende a formarse una superficie más lisa durante el pulido.



a) Carburo de tungsteno



b) Níquel

**Figura 4.11** Imágenes de las superficies pulidas: a) WC y b) Ni.

#### 4.5.2 Resultados experimentales de unión WC/Cu-Zn/Ni

Inicialmente, se realizaron uniones WC/Ni a la temperatura de 980 °C, utilizando diferentes tiempos para el proceso de unión, sin embargo, al observar que la muestra fue unida satisfactoriamente a todos los tiempos utilizados, se decidió ir disminuyendo la temperatura gradualmente y solamente realizar las uniones a dos tiempos (1 y 15 minutos), con la finalidad de encontrar la temperatura a la cual no es posible llevar a cabo la unión de la muestra. Por lo que podemos establecer que aún a la temperatura de 830 °C y por tiempo de 1 minuto fue posible llevar a cabo la unión, sin embargo, en el caso de estas uniones esperamos que su resistencia sea menor que las muestras unidas a 980 °C, ya que la finalidad de nuestro proceso es fundir nuestro elemento de unión para que la interacción entre los materiales se de en fase líquida, y en el caso de las muestras unidas a menor temperatura se da un ensamble por un proceso de difusión en fase sólida, el cual ocurre en forma más lenta<sup>[44]</sup> y, por consiguiente, se espera que su resistencia de las muestras unidas a estas temperaturas sea menor.

Por lo tanto, la temperatura de unión y el tiempo son los parámetros estudiados en el presente trabajo. La Tabla 4.2, muestra un resumen de los resultados obtenidos para las condiciones utilizadas en el sistema WC/Cu-Zn/Ni durante el proceso de unión por brazing.

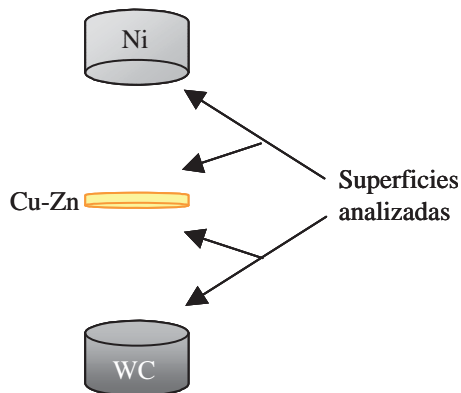
**Tabla 4.2 Resultados experimentales de la unión WC/Cu-Zn/Ni por brazing.**

<i>Temperatura</i> (°C)	<i>Tiempo</i> (minutos)	<i>Unidas (✓)</i> <i>No unidas (X)</i>
980	1, 5, 15, 25, 35, 60	✓
930	1, 15	✓
880	1, 15	✓
830	1, 15	✓
730	1, 15	X

*Atmósfera: Argón*

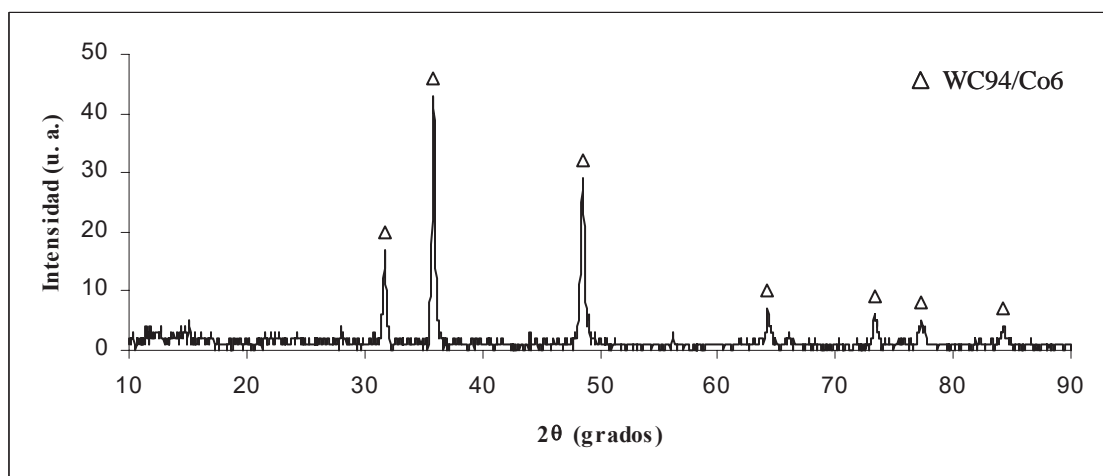
### 4.5.3 Difracción de rayos X (Muestra sin unir)

Con el propósito de establecer de una manera más clara, la falta de interacción en las muestras que no se unieron a 730 °C, se llevó consigo la realización de un análisis por difracción de rayos X en las superficies en contacto de las muestras sin unir. Una forma esquemática de las superficies analizadas se observa en la Figura 4.12.

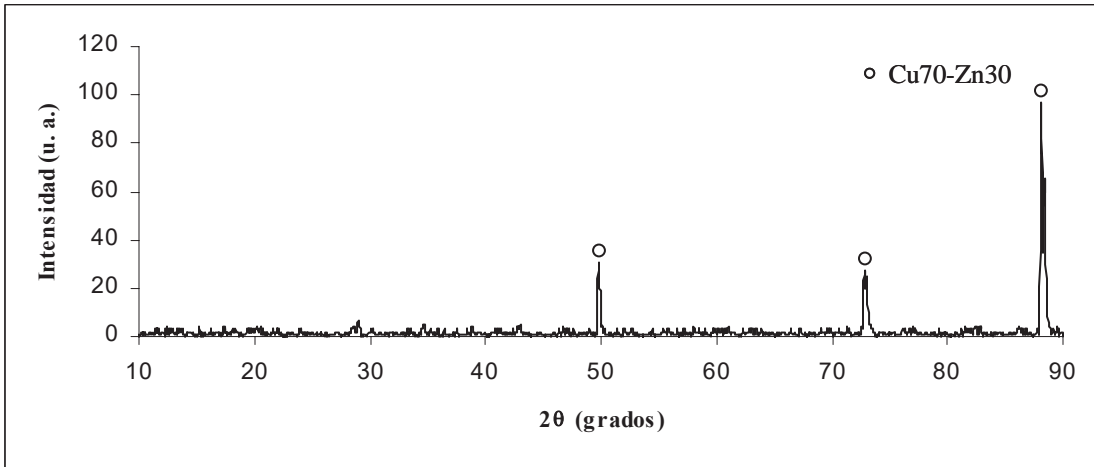


Los patrones de difracción obtenidos para dichas superficies, se muestran en las Figuras 4.13, 4.14, 4.15 y 4.16, en los cuales se identifican los picos característicos de cada superficie analizada, observándose, que estos corresponden a los picos obtenidos previamente en los patrones de difracción de los materiales de inicio (ver Figuras 4.6, 4.8 y 4.10).

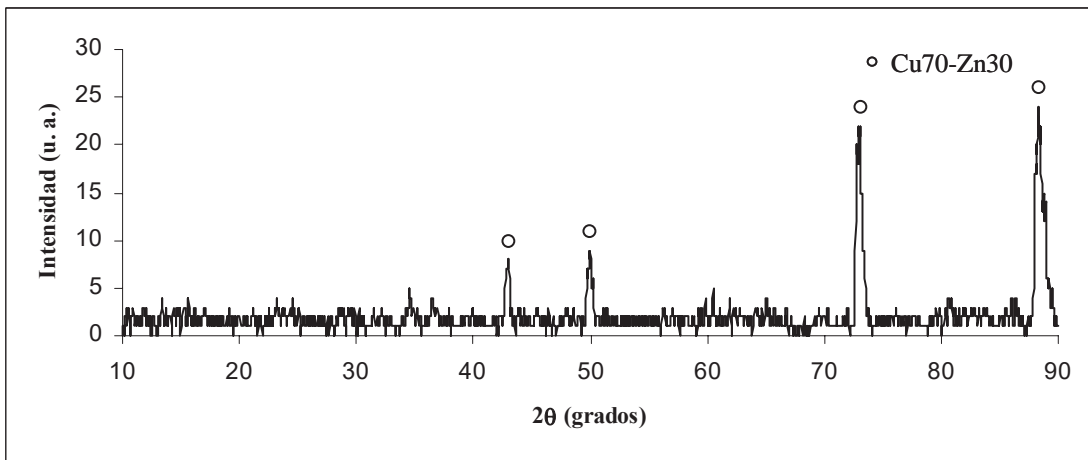
**Figura 4.12 Representación esquemática de WC/Cu-Zn/Ni.**



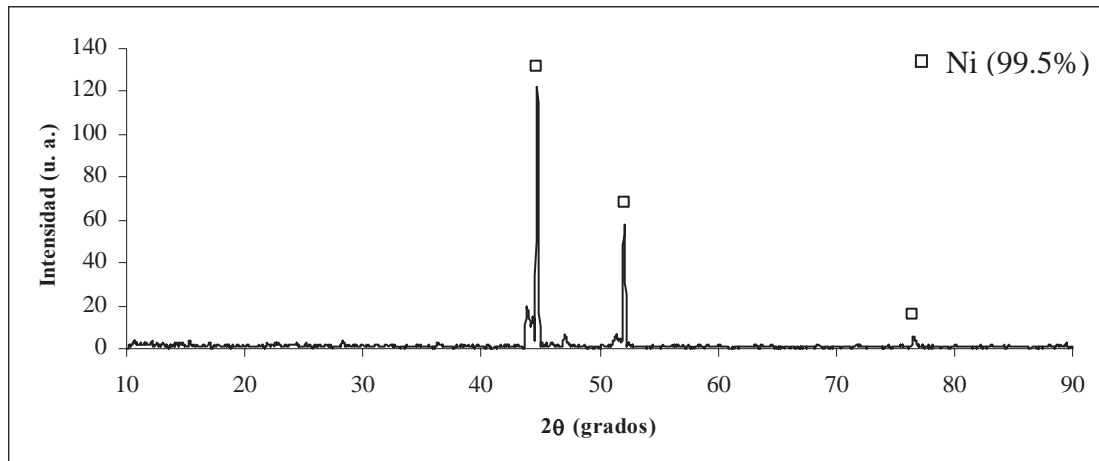
**Figura 4.13 Difractograma de la superficie del carburo de tungsteno a 730 °C por 1 minuto.**



**Figura 4.14** Difractograma de la superficie de la aleación Cu-Zn que está en contacto con el carburo de tungsteno a 730 °C por 1 minuto.



**Figura 4.15** Difractograma de la superficie de la aleación Cu-Zn que está en contacto con el níquel a 730 °C por 1 minuto.



**Figura 4.16** Difractograma de la superficie del níquel a 730 °C por 1 minuto.

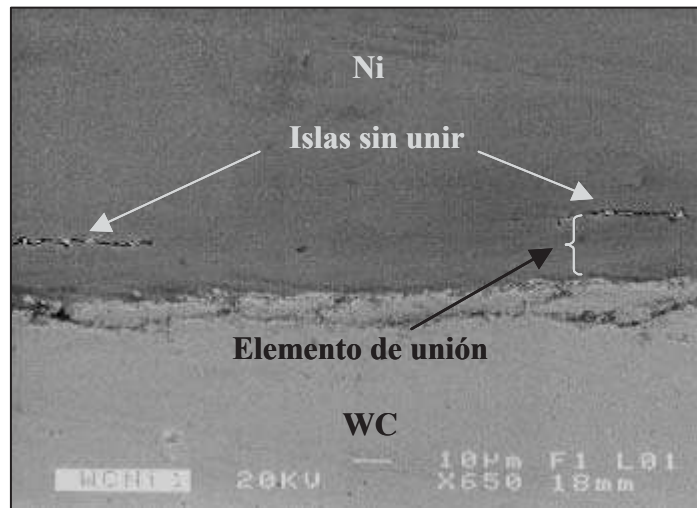
Podemos observar en la superficie del níquel (Figura 4.16), el inicio de la interacción con los componentes de la aleación Cu-Zn, representada con los picos de baja intensidad presentes en los ángulos 43.88, 47.06 y 51.38.

Por lo tanto, en las uniones producidas a temperatura por debajo de los 730 °C y tiempos de 1 y 15 minutos, no es posible lograr la unión, ya que no se encontraron indicios de interacción entre los materiales, esto es debido a la baja temperatura y tiempos empleados que impiden llegar al proceso en fase líquida, es decir, nuestros materiales a unir aún permanecen estables y, la poca interacción que pudiera existir es en fase sólida, la cual no es suficiente para mantener los materiales unidos.

#### ***4.5.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB)***

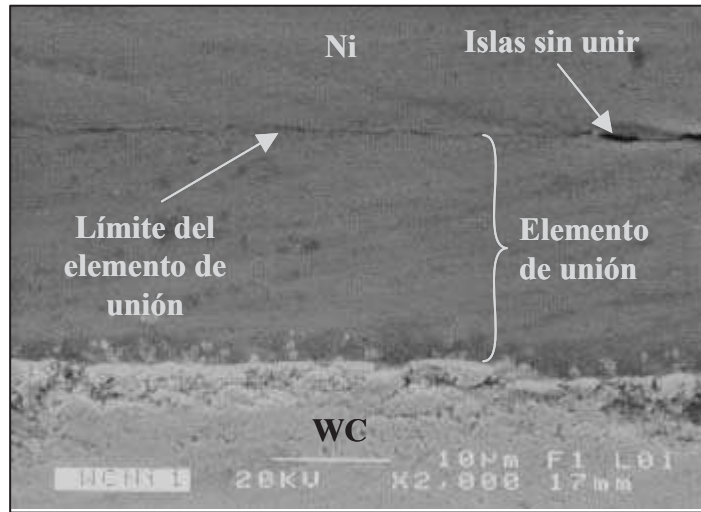
Las muestras unidas fueron observadas en su sección transversal con el propósito de evaluar la interacción cerámico/metal producida durante el proceso de unión y poder establecer un seguimiento de la zona de reacción en función de los parámetros experimentales, temperatura y tiempo de unión.

En la Figura 4.17 se observa que para la muestra unida a 980 °C por tiempo de 1 minuto, la interacción entre el elemento de unión y el Níquel no se ha dado por completo y existen aún islas sin unir ó poros remanentes.



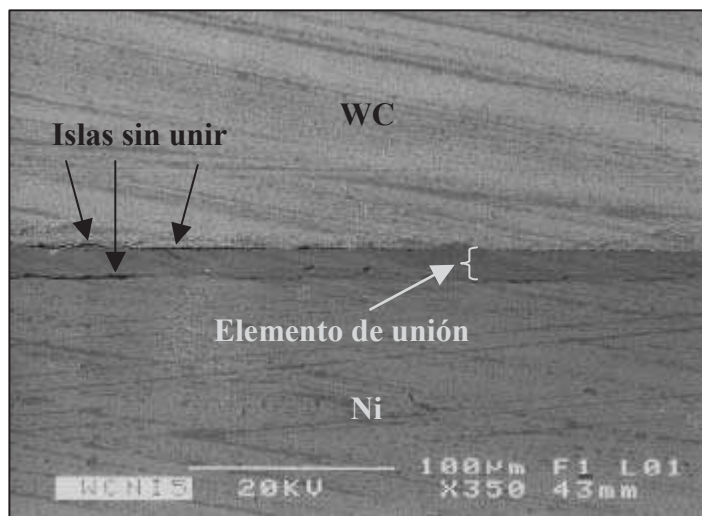
**Figura 4.17 Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 1 minuto.**

La Figura 4.18, presenta la muestra de la Figura 4.17, a mayores aumentos donde podemos observar una clara definición de los límites del elemento de unión, Podemos establecer que la interacción entre nuestros materiales no se ha dado por completo, sin embargo, esta es suficiente para mantener nuestros materiales unidos. Esto se atribuye a que el tiempo de permanencia durante el proceso de unión es muy corto, lo que ocasiona que nuestro elemento de unión no alcance a esparcirse por completo en la rugosidad de la superficie, y que el fenómeno de difusión y transferencia de masa no es suficiente para transformar totalmente los contactos sólido-gas en contactos sólido-sólido. Sin embargo, como se mostrará posteriormente, existe difusión e interacción entre los componentes del sistema de unión, que nos resulta en un ensamble satisfactorio.



**Figura 4.18 Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 1 minuto.**

Para la muestra unida a 980 °C por 5 minutos, mostrada en la Figura 4.19, podemos observar algo similar a lo ocurrido en la muestra unida a 980 °C por 1 minuto, donde el tiempo de permanencia aún no es suficiente, y se pueden observar islas sin unir o poros en la interfase de unión, pero en cantidad menor, permitiendo que la unión proceda sin problemas, donde podemos destacar la homogeneidad en la línea de unión entre los materiales.

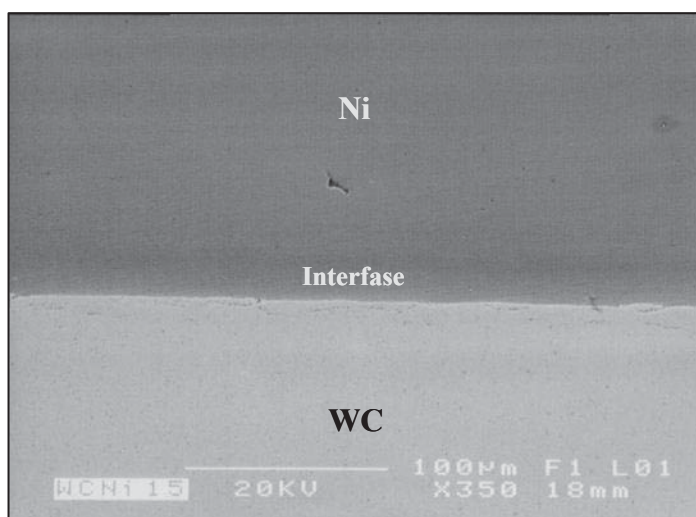


**Figura 4.19 Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 5 minutos.**



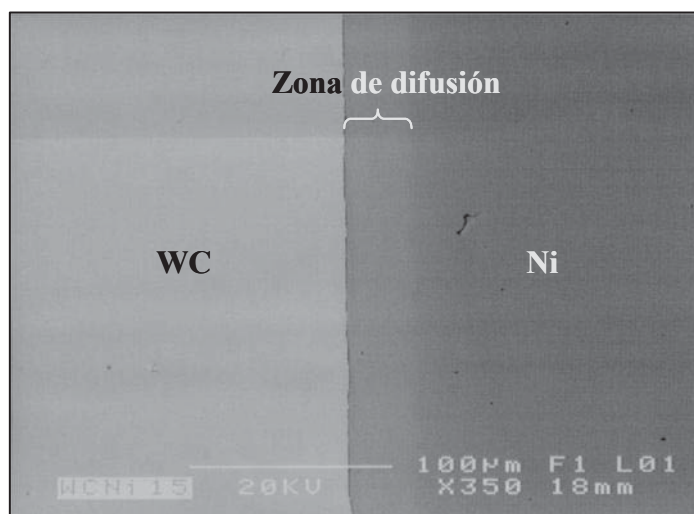
Por otra parte, en la Figura 4.20 se observa la unión producida en muestras tratadas a 980 °C por 15 minutos. En esta Figura se puede ver que el tiempo de unión ha sido el suficiente para eliminar las islas y poros que se encontraban anteriormente, lo que ha llevado a la completa interacción y transformación de los contactos sólido-gas a sólido-sólido entre los materiales a unir. Esta interfase se caracteriza por presentar una línea de unión uniforme, homogénea y con ausencia tanto de porosidades como agrietamientos. Podemos además establecer que el tiempo de permanencia del proceso, ha sido el suficiente para que nuestro elemento de unión se esparciera por completo en ambas superficies, sin embargo, esto no significa, que este tiempo establecido nos de una buena interacción entre los materiales, es decir una buena resistencia de unión, por lo cual, es necesario seguir la evaluación a mayores tiempos de unión para poder establecer que tiempo nos proporciona una mejor unión.

El empleo de electrones secundarios para la observación de las zonas de unión, resulta una técnica que nos proporciona poca información en relación a la extensión de nuestra zona de reacción, sobre todo cuando el tiempo es suficiente para eliminar por completo las islas o poros remanentes en la línea de unión con el Ni.



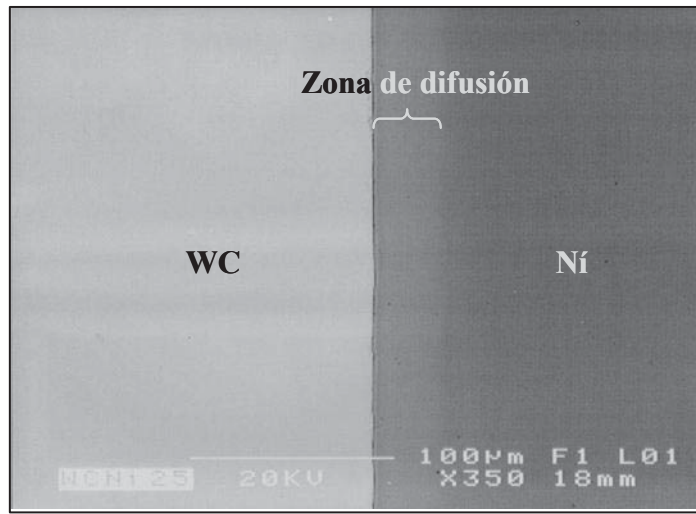
**Figura 4.20 Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 15 minutos.**

Con la finalidad de tratar de definir más claramente la interfase formada, se realizó Microscopia Electrónica de Barrido (MEB), pero utilizando electrones retrodispersados, los cuales nos dan un mayor contraste entre los materiales que están interactuando. Esto se puede observar en la Figura 4.21, en donde es posible ver una capa de difusión en la zona de reacción de la interfase formada, para la muestra unida a 980 °C por 15 minutos mostrada en la Figura 4.20.



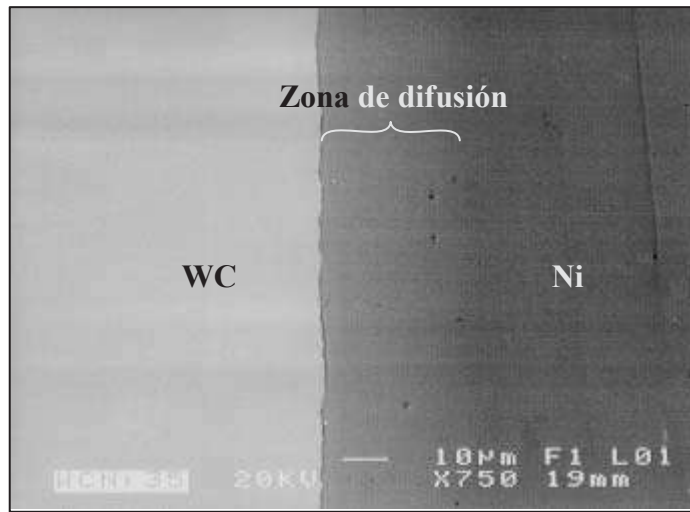
**Figura 4.21 Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones retrodispersados de una muestra unida a 980 °C por 15 minutos.**

Por otra parte, en la Figura 4.22 se muestra la unión producida a 980 °C por 25 minutos, donde ocurre algo similar a la muestra unida a 980 °C por 15 minutos. Sin embargo, en este caso, se puede establecer que el espesor de la zona de difusión en la interfase pudo haber incrementado debido a que el tiempo de permanencia durante el proceso de unión se aumentó.

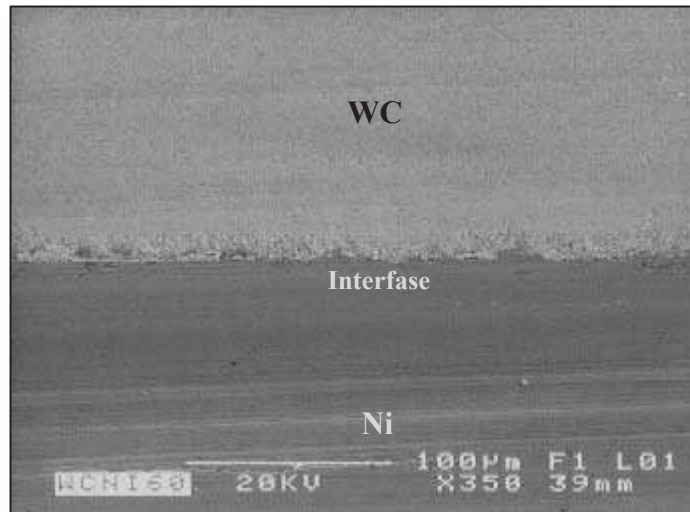


**Figura 4.22 Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones retrodispersados de una muestra unida a 980 °C por 25 minutos.**

Finalmente, las muestras unidas a 980 °C por tiempos de 35 y 60 minutos se muestran en las Figuras 4.23 y 4.24, donde se observan características de interfases uniformes, libres de porosidades e islas sin unir, además de una zona de difusión, se puede establecer en forma general, que la unión de los materiales de WC/Cu-Zn/Ni se inicia con la interacción del elemento de unión Cu-Zn con el Co del *cerment* de WC por un extremo y con el Ni por el extremo opuesto del ensamble de unión, reduciendo el contacto sólido-gas, promoviendo la unión de los materiales a medida que se incremento el tiempo de contacto. Así también, se establece que el proceso se desarrolla por difusión de átomos de los diferentes componentes Cu, Zn, Co y Ni incrementando el espesor de la zona de difusión con el tiempo de unión. Sin embargo, surge la necesidad de evaluar mecánicamente estas uniones en muestras estándar unidas a 980 °C y a los distintos tiempos con la finalidad de poder definir a que tiempos se puede obtener la mayor resistencia del ensamble. Además, de establecer los valores alcanzados con la utilización de nuestro elemento de unión.



**Figura 4.23** Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones retrodispersados de una muestra unida a 980 °C por 35 minutos.



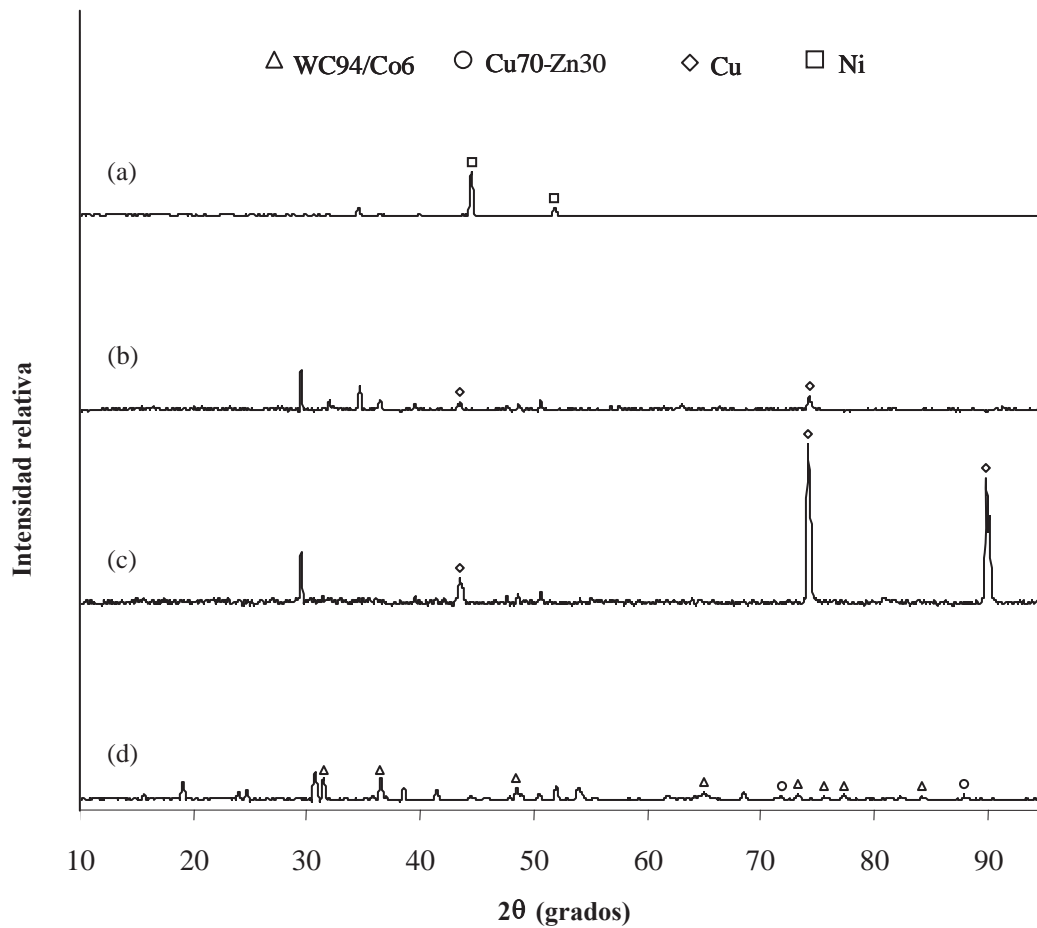
**Figura 4.24** Interfase WC/Cu-Zn/Ni observada en MEB por electrones secundarios de una muestra unida a 980 °C por 60 minutos.

#### ***4.5.5 Difracción de rayos X (Muestra unida)***

Por otra parte, con el propósito de establecer si se da la interacción en la interfase durante el proceso de unión, se realizaron análisis de difracción de rayos X (DRX) a las superficies que estuvieron en contacto de una muestra que unida a una temperatura de 980 °C por 15 minutos, la cual fue fracturada en su interfase para su estudio. El esquema de las superficies analizadas es similar al que se muestra en la Figura 4.12.

La Figura 4.25 muestra los patrones de difracción obtenidos en las diferentes superficies de la muestra para a) Ni, b) Ni/Cu-Zn, c) Cu-Zn/WC y d) WC. Al analizar el patrón de difracción de la superficie de níquel mostrado en la Figura 4.25a, podemos observar la presencia de picos característicos de nuestro metal base (Ni), sin embargo, también es posible ver la formación de nuevos picos de baja intensidad formados durante la interacción entre el níquel y el elemento de unión. Por otro lado, ambas superficies de nuestro elemento de unión Cu-Zn estuvieron en contacto, una con el Ni y otra con el cerámico (WC). Sin embargo, como se muestra en los patrones de difracción, Figuras 4.25b y 4.25c respectivamente, no es posible identificar rastros de la presencia del elemento base de unión Cu-Zn, por otro lado, se pueden observar picos característicos del Cu como elemento puro, lo que hace suponer que existe una descomposición del elemento de unión durante el ensamble, además, se puede establecer la presencia de picos de baja intensidad formados durante el proceso de unión. En el caso del patrón de difracción de la superficie del carburo de tungsteno (Figura 4.25d) se identifican los picos característicos del cerámico, así como rastros del elemento de unión Cu-Zn, además de revelar la presencia de picos de baja intensidad y que son difíciles de ser identificados, debido a la cantidad de los elementos que tenemos interactuando entre sí (Co, Cu, Zn y Ni).

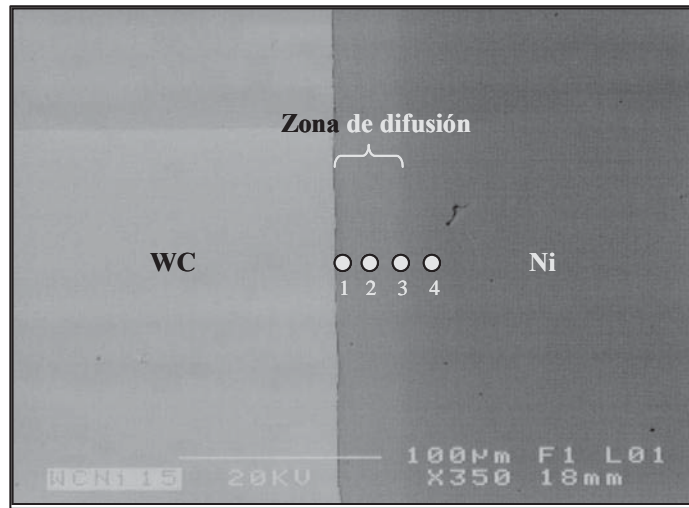
Finalmente, podemos establecer que la presencia de rastros de nuestro elemento de unión Cu-Zn en la superficie del cerámico, así como la descomposición de nuestro elemento de unión y la interacción de los materiales involucrados Co y Ni de nuestros ensambles de unión, da como resultado la unión de nuestra muestra a las condiciones previamente establecidas (980 °C por 15 minutos) durante el proceso.



**Figura 4.25** Patrones de difracción de la muestra fracturada a) Ni, b) Ni/Cu-Zn, c) Cu-Zn/WC y d) WC.

#### 4.5.6 Microanálisis puntual (EPMA)

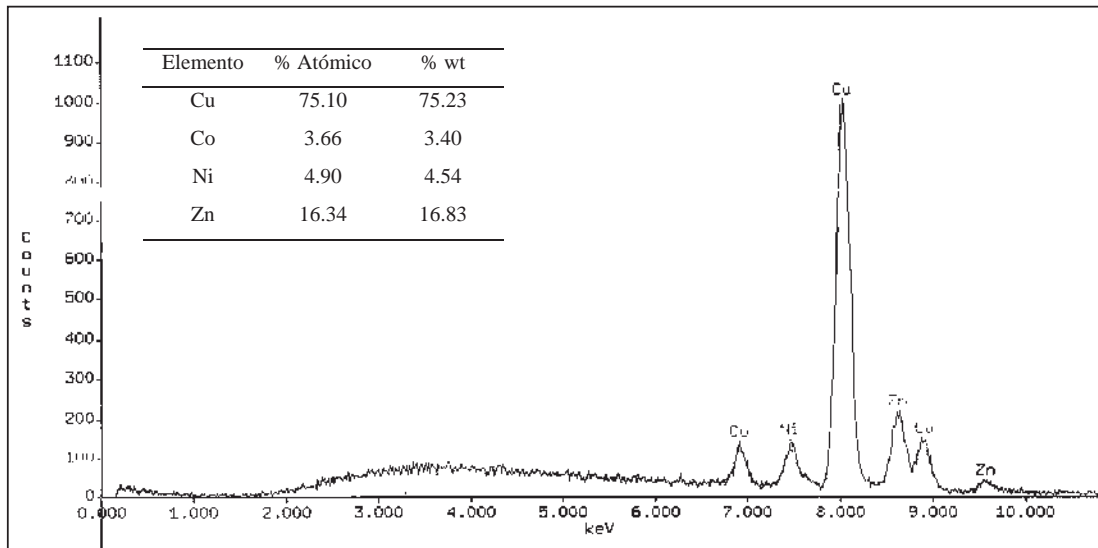
La distribución atómica de los elementos a través de la interfase de unión del sistema WC/Cu-Zn/Ni, fue estudiada usando microanálisis puntual (EPMA-EDS). En la Figura 4.26, se observan los diferentes puntos analizados sobre la interfase formada de la muestra unida a 980 °C por 15 minutos.



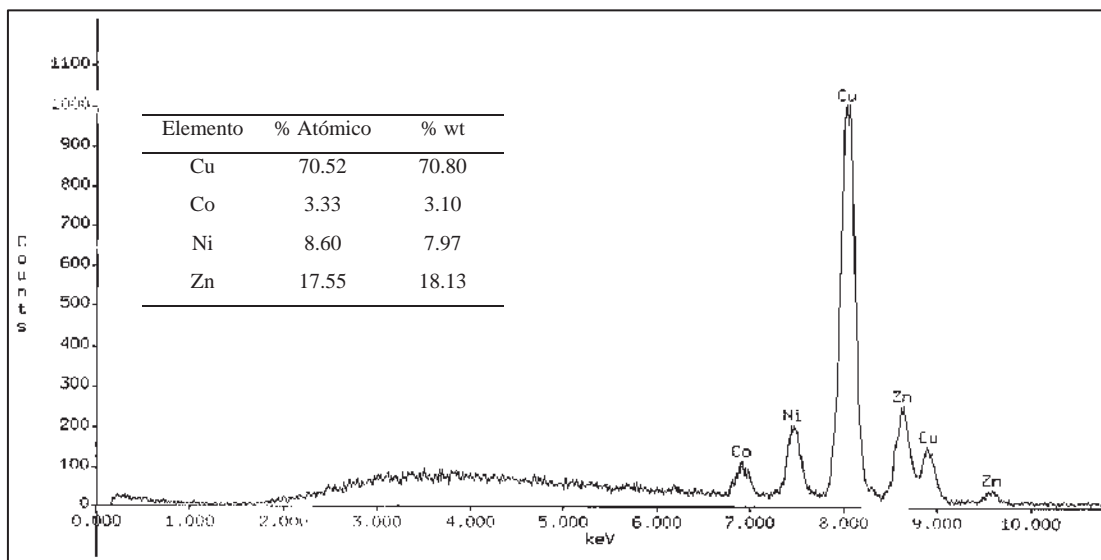
**Figura 4.26 Puntos analizados en la interfase WC/Cu-Zn/Ni en una muestra unida a 980 °C por 15 minutos.**

Inicialmente, se realizó el microanálisis puntual del primer punto que se muestran en la Figura 4.27a, donde a pesar de encontrarnos cerca de los límites del cerámico, se puede observar la presencia del níquel, que difundió a través del elemento de unión hasta una zona cercana al cerámico, por otra parte, también se muestran pequeñas cantidades de cobalto que eran parte del aglomerante que se utiliza en el procesamiento del carburo de tungsteno, así como, una mayor presencia del cobre y zinc que se utilizó como elemento de unión.

El microanálisis que se realizó en el segundo punto ubicado en la parte media de la zona de reacción formada, se muestra en la Figura 4.27b, donde observamos que al estar en una zona más cerca de nuestro metal base níquel, esta cantidad aumenta y a su vez, se puede ver como aún existe la presencia del cobalto en una menor cantidad debido que estamos más alejados del cerámico, así, como una pequeña disminución de la presencia de Cu, y una cantidad similar de Zn al analizado en el punto uno.



a)

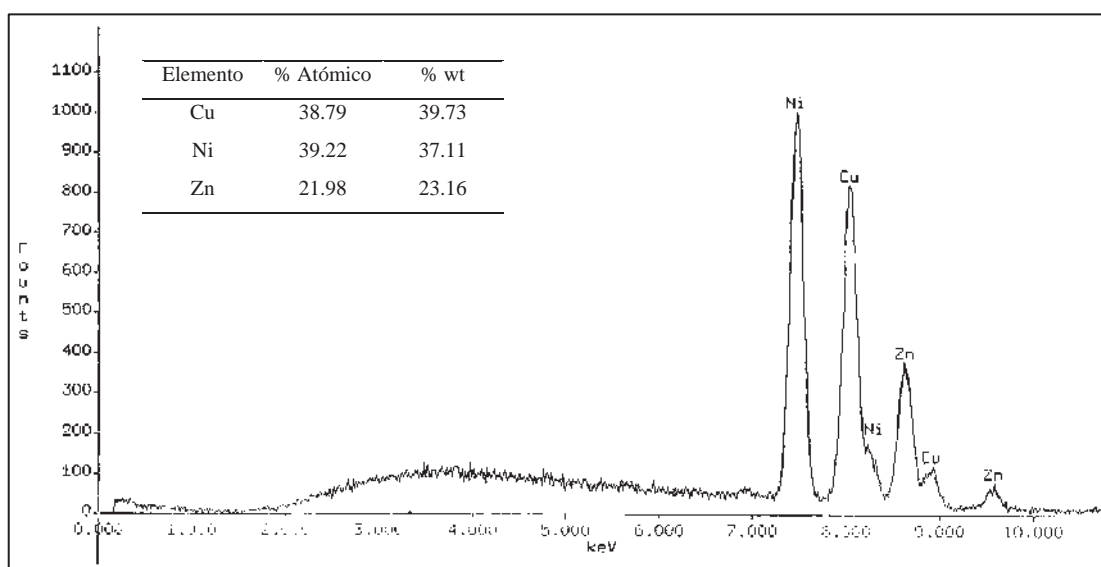


b)

**Figura 4.27 Microanálisis puntual (EPMA) de la muestra unida a 980 °C por 15 minutos: a) punto uno, b) punto dos.**



El tercer microanálisis puntual realizado, fue en la zona que divide nuestro elemento de unión Cu-Zn, del metal base Ni. Los resultados de dicho microanálisis se muestran en la Figura 4.28, donde es muy notorio el incremento del níquel debido a la cercanía que se tiene del punto analizado con el metal base, así mismo, es posible observar la ausencia del cobalto que al parecer no alcanza a difundir hasta esta zona, y por otra parte la disminución del cobre en una mayor cantidad, además de un mínimo aumento en la cantidad de Zn.

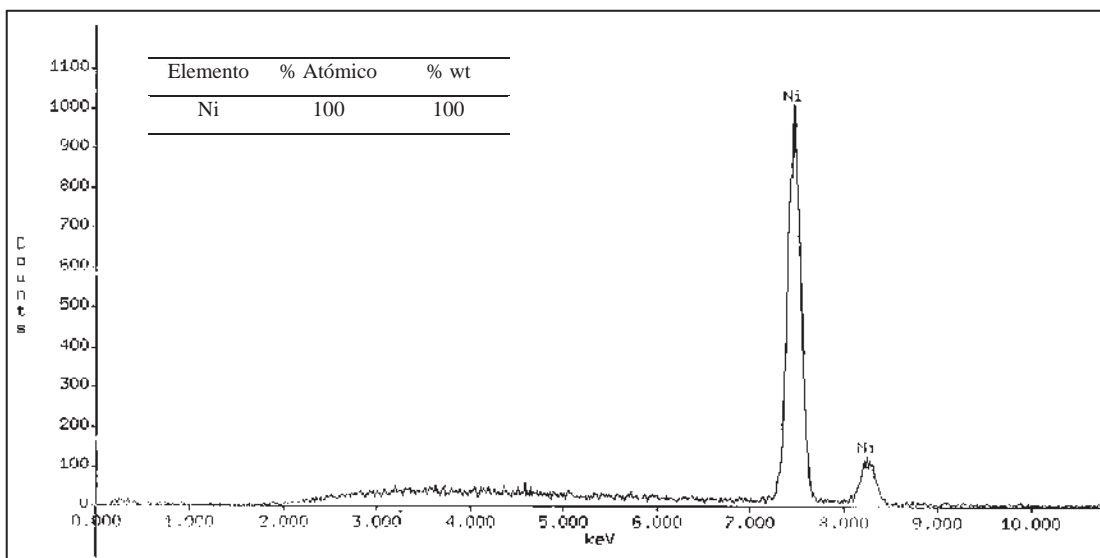


**Figura 4.28 Microanálisis puntual (EPMA) del punto tres de la muestra unida a 980 °C por 15 minutos.**

El último microanálisis puntual realizado fue en el metal base níquel en una zona cercana a la interfase, el cual, se puede observar en la Figura 4.29, donde únicamente existe la presencia de níquel.

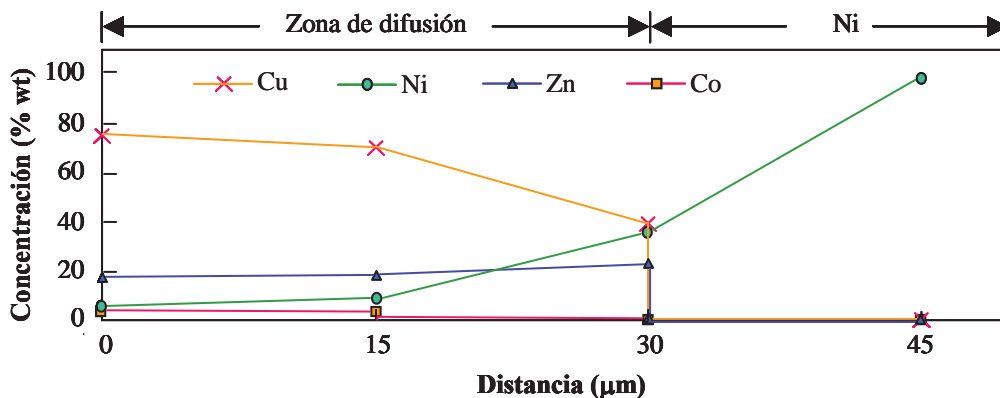
Finalmente, podemos comprobar la estabilidad que presenta el cerámico a estas condiciones de unión y a su vez mostrar que la interacción que se da entre del cerámico (WC) y el elemento de unión (Cu-Zn), es por medio del metal que contiene el cerámico, es decir, el cobalto. Por otra parte, es importante señalar que aún a estas condiciones tenemos la presencia de zinc, aunque en nuestro proceso de unión se alcanzaron temperaturas mayores al punto de

evaporación del zinc, es decir mayores a los 906 °C. Probablemente, el zinc que se quedo atrapado dentro de la interfase es debido a que el tiempo de permanencia del proceso de unión, no ha sido el suficiente para que el zinc deje la interfase por completo.



**Figura 4.29 Microanálisis puntual (EPMA) del punto cuatro de la muestra unida a 980 °C por 15 minutos.**

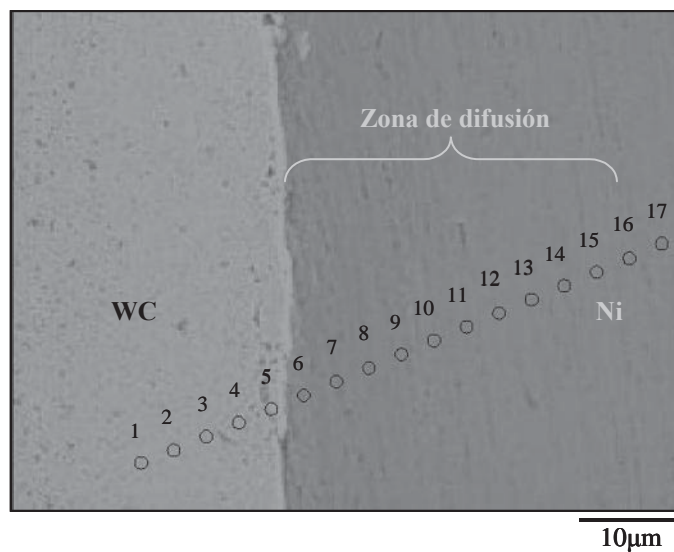
En la Figura 4.30 se ilustra gráficamente los 4 microanálisis puntuales realizados a la Figura 4.26, iniciando en el punto 1 de izquierda a derecha respectivamente.



**Figura 4.30. Representación gráfica de los microanálisis puntuales de la Figura 4.26.**

#### 4.5.7 Análisis químico interfacial del sistema WC/Cu-Zn/Ni

Con la finalidad de poder establecer si la distribución atómica de los elementos se da en forma uniforme a través de la interfase de unión o existen concentraciones de algunos elementos en ciertas áreas que pudieran formar alguna fase. Se realizó un microanálisis en una línea de puntos que cruza la interfase formada del sistema WC/Cu-Zn/Ni, unido a una temperatura de 980 °C por 15 minutos. Un esquema representativo de la zona analizada se muestra en la Figura 4.31.



**Figura 4.31 Muestra de WC/Cu-Zn/Ni unida a 980 °C por 15 minutos.**

Además, los resultados cuantitativos de los análisis del barrido en línea que se realizaron en 17 puntos a través de la zona de difusión de la muestra unida a 980 °C por 15 minutos se observan en la Tabla 4.3 y se ilustran gráficamente los en la Figura 4.32. Iniciando en el punto uno de izquierda a derecha respectivamente.

**Tabla 4.3 Resultados por EPMA de los puntos señalados en la interfase del sistema WC/Cu-Zn/Ni, mostrados en la Figura 4.31.**

<i>Análisis</i>	<i>C</i>	<i>W</i>	<i>Co</i>	<i>Cu</i>	<i>Zn</i>	<i>Ni</i>	<i>%wt</i>
1	11.53	85.14	3.33	-	-	-	100
2	11.53	86.15	2.32	-	-	-	100
3	11.42	86.17	2.41	-	-	-	100
4	11.17	81.21	2.90	3.57	-	1.15	100
5	9.83	75.68	3.89	8.92	-	1.68	100
6	-	-	3.02	72.00	18.79	6.19	100
7	-	-	2.62	69.28	19.84	8.26	100
8	-	-	2.11	66.74	20.88	10.27	100
9	-	-	1.52	62.90	21.36	14.22	100
10	-	-	1.10	55.15	22.90	20.85	100
11	-	-	0.95	50.17	22.43	26.45	100
12	-	-	0.62	42.87	23.75	32.76	100
13	-	-	0.24	29.36	23.45	46.95	100
14	-	-	-	20.46	24.51	55.03	100
15	-	-	-	13.26	21.87	64.87	100
16	-	-	-	-	-	100.00	100
17	-	-	-	-	-	100.00	100

El análisis de los microanálisis que se realizaron durante el barrido en línea donde los primeros cinco puntos que se encuentran dentro del cerámico, muestran la presencia de los elementos que componen el carburo de tungsteno (carbono, tungsteno y cobalto), sin embargo, es de importancia hacer notar la presencia en esta zona de elementos como cobre y níquel que se encuentran en pequeñas cantidades, lo cual nos demuestra que existe cierta difusión de estos elementos dentro del cerámico.

Por otro lado, los análisis puntuales que corresponden a la zona de difusión (del punto 6 al 15), corroboran como la cantidad de cobalto y cobre disminuyen gradualmente a medida que se alejan del cerámico, caso contrario al níquel, el cual disminuye a medida que se acerca

al cerámico, Estos resultados, nos muestran en forma más clara que la unión se llevó a cabo por una interacción de difusión en la que se observa la difusión de cobalto hacia el elemento de unión, el cual decrece en la dirección del metal. Así mismo se observa la difusión de Níquel disminuyendo en la dirección del cerámico.

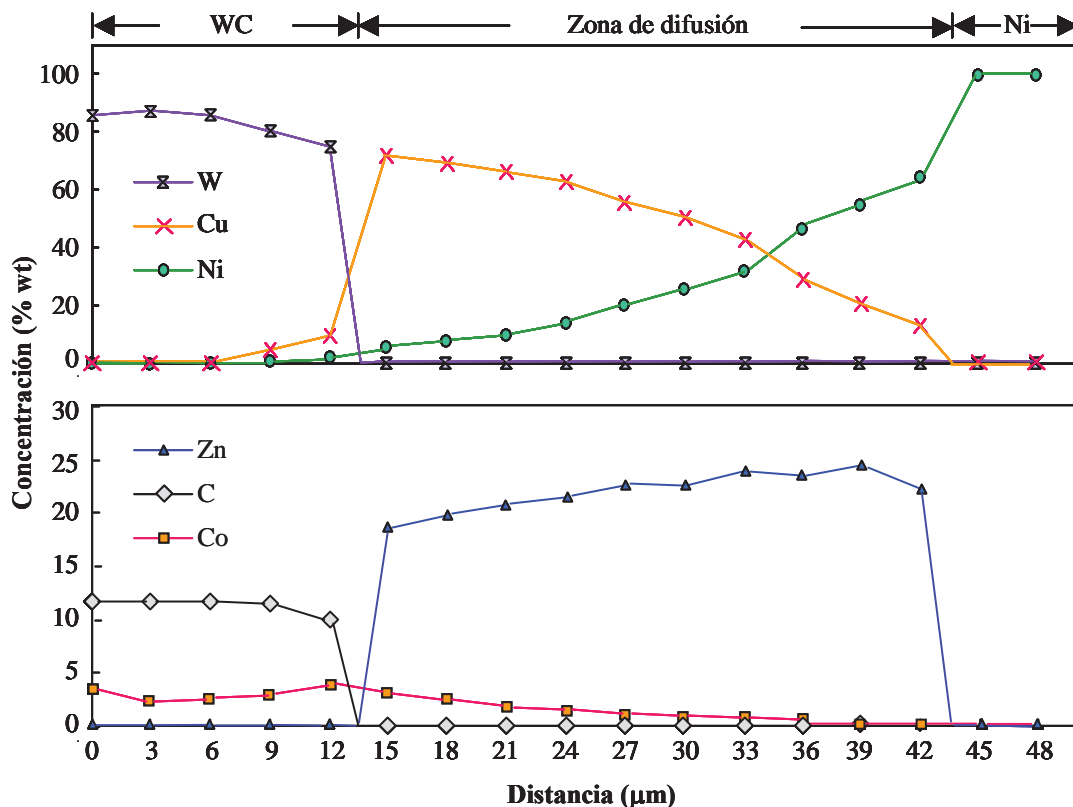


Figura 4.32 Representación grafica de los resultados cuantitativos mostrados en la Tabla 4.3.

En el caso del zinc, se observa que permanece concentrado dentro de la interfase y que interactúa con el níquel y cobalto, lo cual no ocurre con el cerámico, sin embargo disminuye en cantidad lo que corrobora la evaporación del zinc.

#### ***4.5.8 Distribución atómica en la unión WC/Cu-Zn/Ni***

En la Figura 4.33 se puede observar un mapeo realizado a la muestra unida a 980 °C por 15 minutos con el propósito de poder corroborar, sí la difusión de los elementos mencionados anteriormente, se había dado en forma uniforme a lo largo de la unión, además, de tratar de identificar si existe la presencia de fases que se hubieran formado en la interfase durante el proceso de unión. El mapeo muestra la distribución atómica de los elementos en la interfase de unión, donde se puede ver con claridad los elementos analizados como el carburo de tungsteno (WC) y su aglutinante cobalto (Co), así, como nuestros elementos de unión cobre (Cu) y zinc (Zn), además del metal base níquel (Ni).

Los resultados obtenidos muestran la estabilidad que presenta el carburo de tungsteno, el cual no interacciona con los demás elementos y como la interacción se logra a través del cobalto, el cual difunde en forma decreciente en la dirección del metal base (Ni) y por otra parte, una mayor difusión de níquel en la dirección del cerámico (WC), ambos elementos interactúan en la interfase. En el mapeo del cobre se puede ver claramente su delimitante con el cerámico y como la difusión con el níquel se da, al parecer en cantidades mínimas y muy superficialmente, algo similar ocurre en el caso del zinc que permanece en la interfase, y difunde en cantidades mínimas dentro del metal (Ni). Por lo tanto, podemos establecer que la unión de nuestros materiales durante el proceso se da principalmente por la difusión que existe de cobalto y níquel, en forma uniforme a lo largo de la interfase de unión.

#### ***4.5.9 Efecto de la temperatura en uniones WC/Ni***

Con el objeto de estudiar la formación de la interfase durante el proceso de unión en función de la temperatura, las condiciones experimentales se usan a un tiempo constante (15 minutos) variando la temperatura de unión (980, 930, 880, 830 °C), La Figura 4.34 presenta los resultados interfaciales encontrados por muestras unidas a un tiempo de 15 minutos y temperaturas de: a) 980 °C, b) 930 °C, c) 880 °C y d) 830 °C.

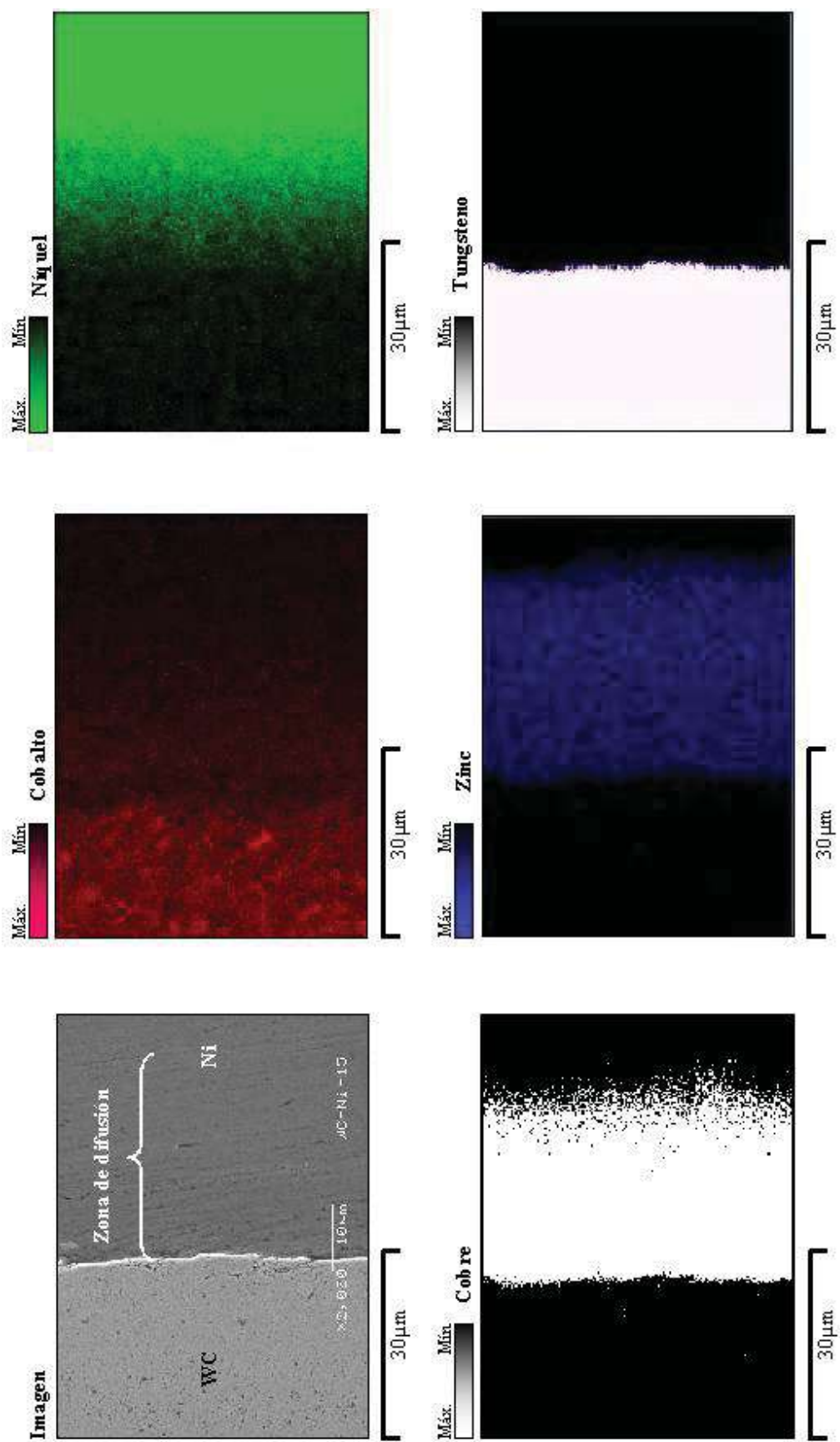


Figura 4.33 Distribución atómica en la interfase de unión de una muestra WC/Cu-Zn/Ni unida a 980 °C por 15 minutos.

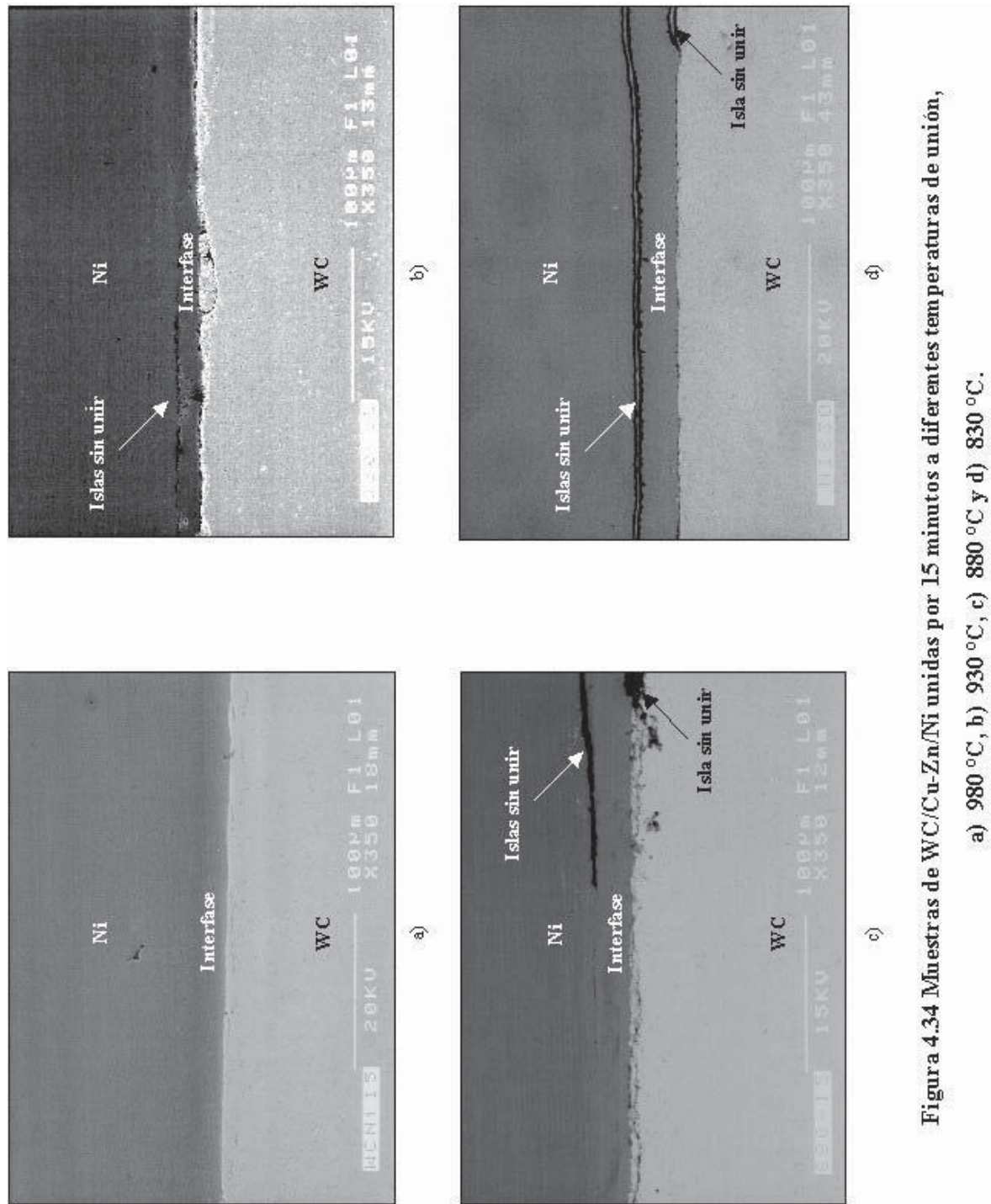


Figura 4.34 Muestras de WC/Cu-Zn/Ni unidas por 15 minutos a diferentes temperaturas de unión, a) 980 °C, b) 930 °C, c) 880 °C y d) 830 °C.



Primeramente, para la muestra que fue unida a 980 °C, se puede observar una interfase o zona de difusión homogénea, libre de porosidades y grietas, algo similar a lo que se observa en la muestra unida a 930 °C, sin embargo, para este caso se espera que la resistencia de unión sea menor, debido a que nuestro elemento de unión de acuerdo al diagrama Cu-Zn, y a la temperatura a la que se unió la muestra, no se encuentra por completo en fase líquida y por lo tanto, la interacción entre los materiales es más lenta<sup>[44]</sup>, además de que se puede observar la presencia de defectos.

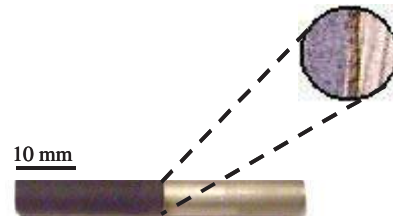
En el caso, de las muestras unidas a menores temperaturas (880 °C y 830 °C) se observa una interfase con islas sin unir, las cuales son cada vez mas grandes y causadas por la baja temperatura a la que se unieron estas muestras.

Finalmente, debido a que uno de los principales requerimientos de nuestro proceso es que el elemento de unión este en fase líquida para que se distribuya sobre las superficies en contacto y así lograr la interacción cerámico/metal, podemos concluir que a medida que disminuye la temperatura de unión la presencia de defectos es cada vez mayor y, por lo tanto, la resistencia de la unión se ve reducida.

#### ***4.5.10 Evaluación mecánica en uniones WC/Cu-Zn/Ni***

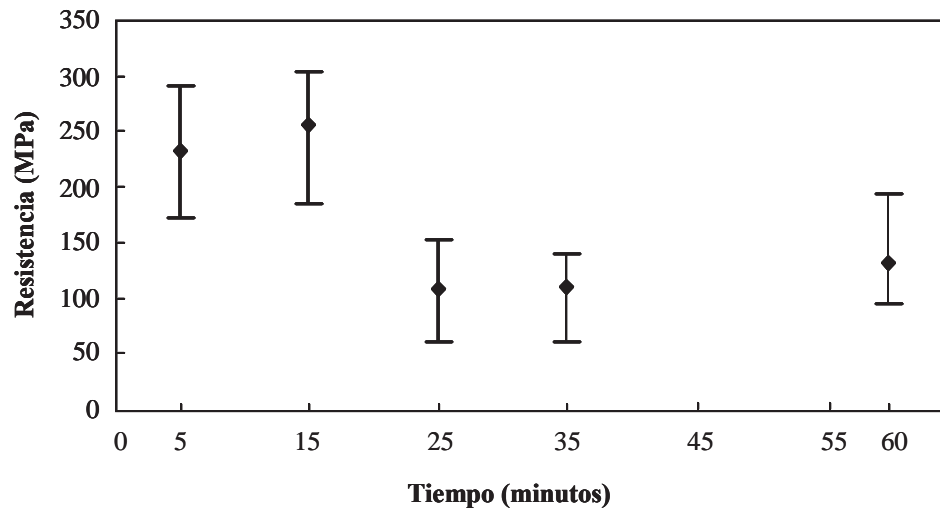
La resistencia de las uniones cerámico/metal dependen de la naturaleza y microestructura de la interfase formada durante la unión de los materiales. El efecto que causan las condiciones de unión en las propiedades mecánicas puede ser investigada incrementando el tamaño de las muestras de acuerdo a un estándar. De tal forma que para establecer la evaluación mecánica de nuestras uniones de WC/Cu-Zn/Ni, fue necesario unir una serie de muestras para ser fracturadas por la técnica de flexión por cuatro puntos. Las muestras usadas para las pruebas tienen una longitud de 50 mm, y un diámetro de 6.35 mm. Estas fueron producidas utilizando el proceso brazing uniendo una muestra cilíndrica sólida de WC de 25 mm a una de níquel con las mismas dimensiones utilizando como elemento de unión una

aleación Cu-Zn de 25  $\mu\text{m}$  de espesor. Un ejemplo de las muestras sometidas a las pruebas se observa en la Figura 4.35.



**Figura 4.35** Ejemplo de una unión estándar para pruebas por flexión.

La resistencia a la ruptura por flexión fue calculada para el sistema WC/Cu-Zn/Ni en muestras unidas a una temperatura de 980  $^{\circ}\text{C}$  por tiempos de 5, 15, 25, 35 y 60 minutos. Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 4.36. Cabe mencionar que se evaluaron un mínimo de cuatro muestras para cada grupo de parámetros experimentales.



**Figura 4.36** Resistencia de unión en función del tiempo para muestras de WC/Cu-Zn/Ni unidas a 980  $^{\circ}\text{C}$  en una atmósfera de argón.

De la Figura 4.36 se puede observar que la resistencia de unión incrementa de un valor de 233 MPa hasta alcanzar un valor máximo promedio de 255 MPa, cuando aumenta el tiempo de 5 a 15 minutos respectivamente, sin embargo, este valor de resistencia decrece al incrementar el tiempo hasta valores promedios de 107 MPa a 25 minutos, se entiende que esta disminución en la resistencia es debido probablemente a que después de este tiempo de 15 minutos comienza a efectuarse evaporación del zinc en mayor cantidad y al tratar de salir de la unión comienza a generar esfuerzos residuales los cuales afectan la interfase formada.

La unión cerámico-metal se ha realizado por prensado en caliente en otros *cerments*, es el caso del carburo de silicio unido a un acero utilizando como elemento de unión una aleación base titanio (Ti96-Ag4) y una intercapa de Mo de 2 mm de espesor a una temperatura de 1050 °C. Los resultados muestran, para el sistema SiC/Ti-Ag/Mo/Acero, que las resistencias obtenidas oscilan en un rango de 120 a 150 MPa sin embargo, observaron que para el arreglo SiC/Ti-Ag/Acero los valores obtenidos se encuentran entre 50 a 70 MPa<sup>[45]</sup>. Como podemos darnos cuenta estos resultados son comparativamente menores a los que encontramos en nuestro trabajo para el sistema WC/Cu-Zn/Ni.

#### ***4.6 Unión del WC/WC empleando la aleación Cu70-Zn30***

Los experimentos de unión del sistema WC/Cu-Zn/WC se realizaron a las mismas condiciones que el sistema WC/Cu-Zn/Ni, usando el proceso brazing. En este caso, se omitió la caracterización por difracción de rayos X de las superficies que interactúan del cerámico con elemento de unión, debido a que se prevé que ocurra algo similar a las analizadas anteriormente en las uniones cerámico/metal (ver sección 4.5.3 y 4.5.5).

##### ***4.6.1 Resultados experimentales de la unión WC/Cu-Zn/WC***

La Tabla 4.4, muestra un resumen de los resultados obtenidos para las condiciones utilizadas en el sistema WC/Cu-Zn/WC durante el proceso de unión. Aunque, dichos

resultados son similares a la uniones WC/Cu-Zn/Ni, existe un efecto distinto de nuestro elemento de unión durante el desarrollo del proceso.

**Tabla 4.4 Resultados experimentales de la unión WC/Cu-Zn/WC por brazing.**

<i>Temperatura (°C)</i>	<i>Tiempo (minutos)</i>	<i>Unidas (✓) No unidas (X)</i>
980	1, 5, 15, 25, 35, 60	✓
930	1, 15	✓
880	1, 15	✓
830	1, 15	✓
730	1, 15	X

*Atmósfera: Argón*

#### **4.6.2 Caracterización interfacial de la uniones WC/Cu-Zn/WC**

Se entiende que en este caso, las uniones producidas muestran una notable concentración de esfuerzos residuales en la interfase, los cuales, causan una fragilidad del cerámico al momento de realizar la preparación de la muestra para ser caracterizada. Esto puede ocurrir ya que el elemento de unión tiene un espesor de 25  $\mu\text{m}$  y no usamos una intercapa metálica lo suficientemente dúctil, que nos permita un mejor acomodo de los cambios internos del material durante el proceso de unión.

En la Figura 4.37, se observa como dicha fragilidad origina la fractura del cerámico y ésta ocurre no solo en muestras unidas a una temperatura constante y tiempos distintos, sino que también en las muestras donde se varió la temperatura y se mantuvo el tiempo constante.

Los esfuerzos residuales acumulados en la interfase de unión, así como la fragilidad que presenta el cerámico se atribuyen al proceso de manufactura a que fue sometido nuestro elemento de unión Cu70-Zn30 en su producción, el cual, es trabajado en frío hasta el exceso para poder alcanzar el espesor requerido de 25  $\mu\text{m}$ , y hace que tenga una cierta concentración

de esfuerzos residuales y al ser sometido a temperaturas mayores de 750 °C tiende a quebrarse<sup>[19]</sup>, lo cual, en nuestra unión ocasionará una falla por fractura, debido a la gran acumulación de esfuerzos residuales que existe en la interfase.

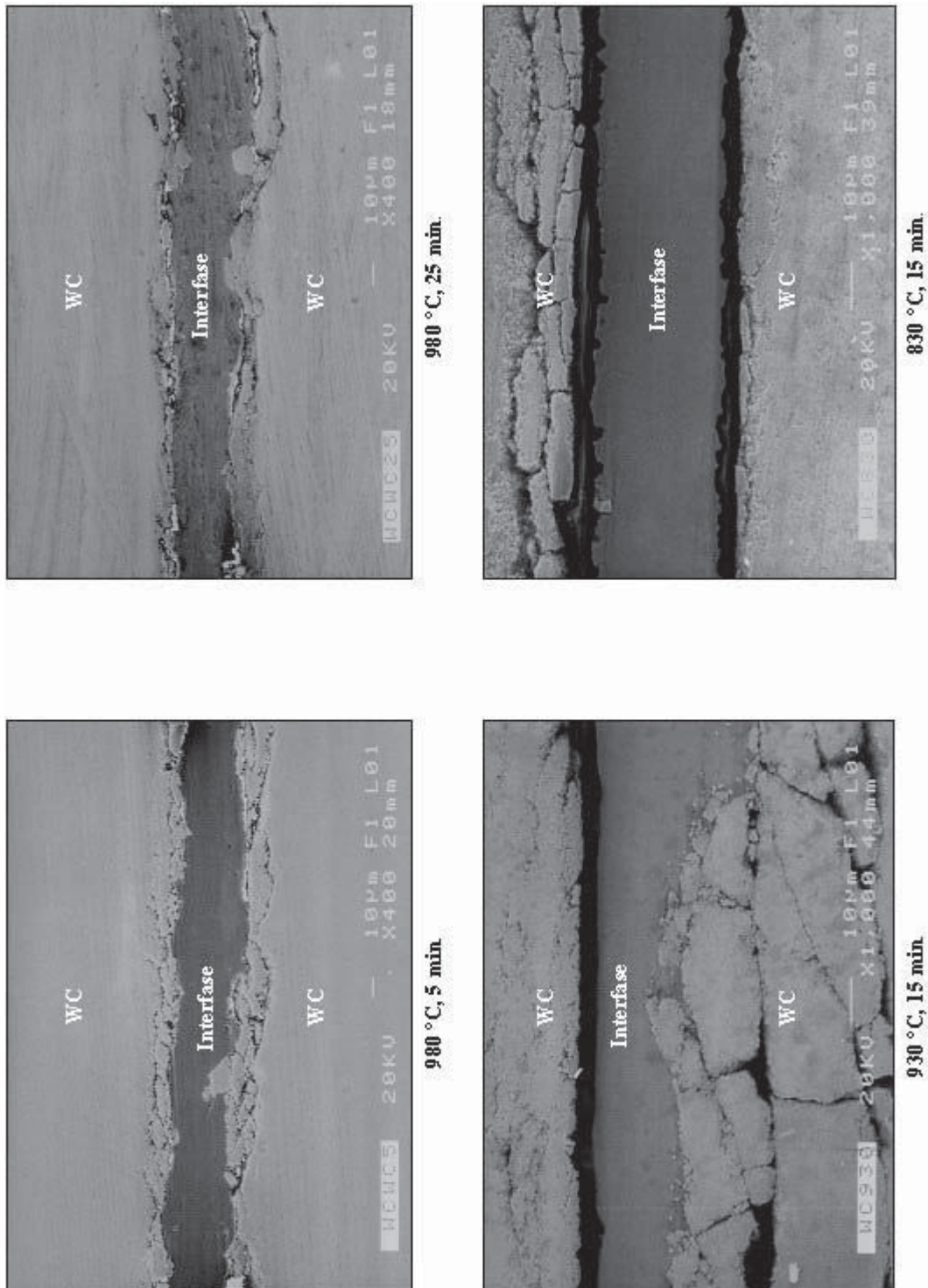
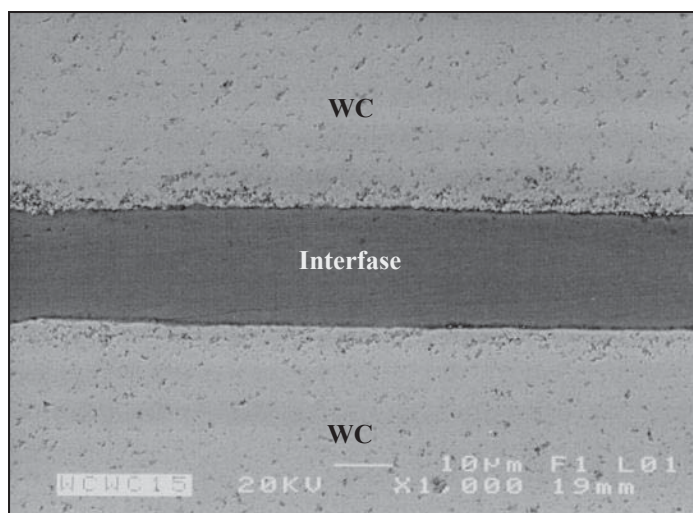


Figura 4.37 Uniones del sistema WC/Cu-Zn/WC por el proceso brazing en una atmósfera de argón.

Esta fragilización no sucede en el sistema WC/Cu-Zn/Ni, porque en este caso nuestro elemento de unión está interactuando por uno de sus extremos con el níquel y entre menor sea la diferencia entre coeficientes de expansión térmica de los materiales que se encuentran interactuando se eliminan los esfuerzos residuales que puedan producirse en la interfase durante el proceso de enfriamiento<sup>[46, 47]</sup>, además de que la adición de pequeñas cantidades de níquel a nuestra aleación Cu-Zn ayudan a eliminar la fragilidad de nuestro elemento de unión<sup>[19, 34]</sup> y por consiguiente a liberar la concentración de esfuerzos residuales, aunado a la ductilidad del metal níquel. Sin embargo, entre las uniones de WC/Cu-Zn/WC, que se realizaron, se lograron preparar un par de muestras sin que se fracturaran, una de las cuales, se puede observar en la Figura 4.38, la cual, se caracteriza por presentar una interfase de unión uniforme, homogénea y con ausencia tanto de porosidades como agrietamientos.



**Figura 4.38 Interfase WC/Cu-Zn/WC de una muestra unida a 980 °C por 15 minutos.**

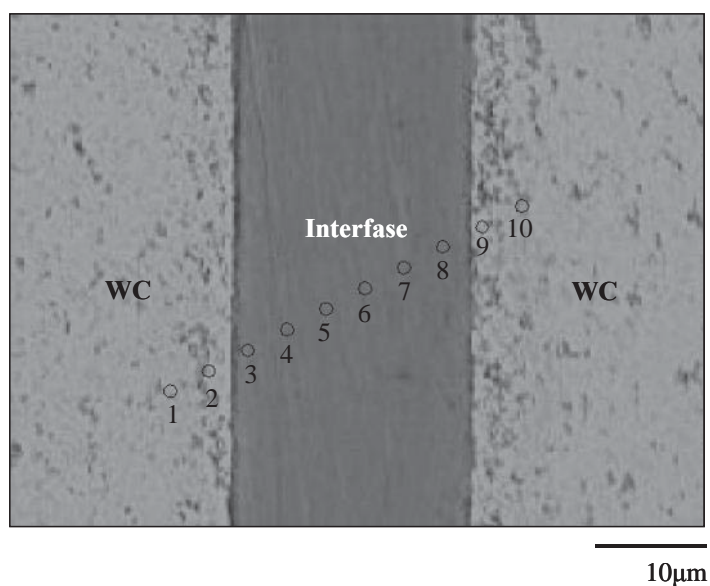
#### ***4.6.3 Análisis químico interfacial del sistema WC/Cu-Zn/WC***

A la muestra unida a 980 °C por 15 minutos en una atmósfera de argón, se le realizó un microanálisis en línea que nos permitiera observar la distribución atómica de los elementos en

la interfase del sistema WC/Cu-Zn/WC. Un esquema representativo de la zona analizada se muestra en la Figura 4.39.

Los microanálisis se realizaron iniciando en la zona del cerámico, a través de la interfase formada abarcando 10 puntos, donde los resultados obtenidos se observan en la Tabla 4.5 y se ilustran gráficamente en la Figura 4.40, iniciando en el punto uno de izquierda a derecha respectivamente.

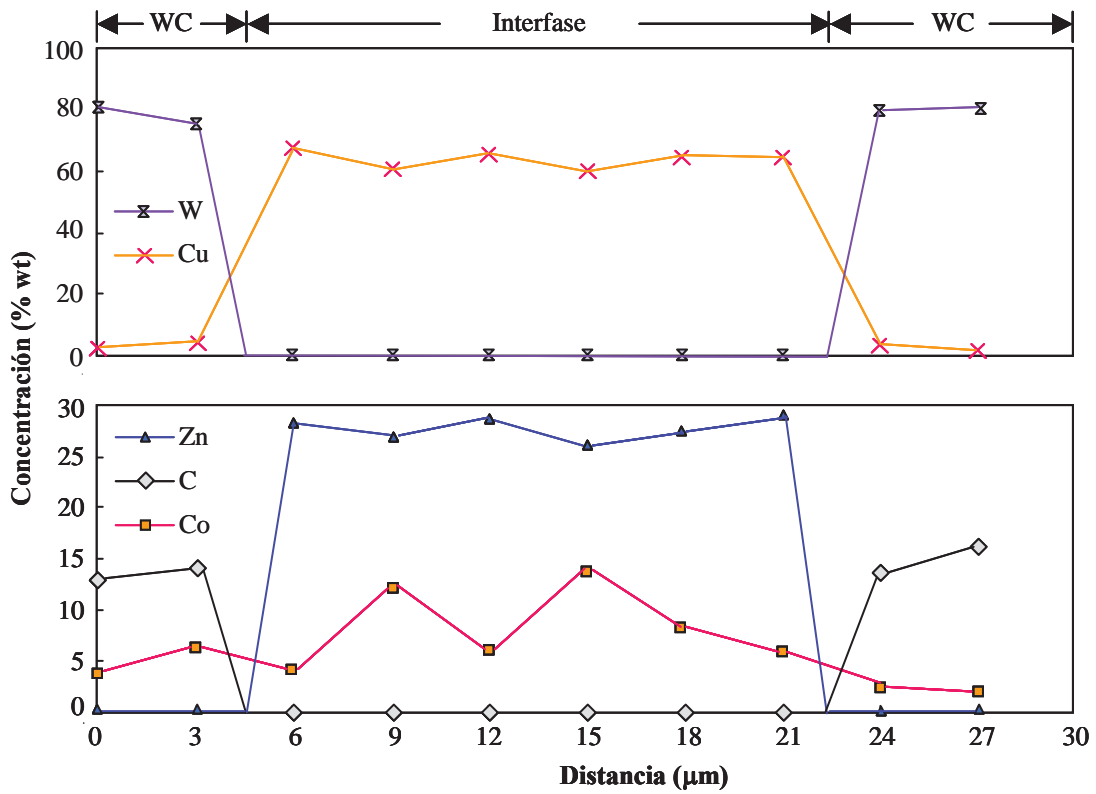
En este caso se observa que el aglutinante cobalto que es parte del carburo de tungsteno tiende a difundir hacia el centro de la interfase por ambos lados, y es importante hacer notar la presencia de cobre dentro del cerámico, así como el comportamiento del zinc que permanece en la interfase y no interactúa con el cerámico, por lo tanto, se puede establecer que la unión de la muestra es debido a la difusión del cobalto hacia el elemento de unión y la difusión de cobre en el cerámico.



**Figura 4.39 Muestra de WC/Cu-Zn/WC unida a 980 °C por 15 minutos.**

**Tabla 4.5 Resultados por EPMA de los puntos señalados en la interfase del sistema WC/Cu-Zn/WC, mostrados en la Figura 4.39.**

<i>Análisis</i>	<i>C</i>	<i>W</i>	<i>Co</i>	<i>Cu</i>	<i>Zn</i>	<i>%wt</i>
1	13.15	81.04	3.80	2.01	-	100
2	14.18	75.61	6.22	3.99	-	100
3	-	-	4.29	67.45	28.26	100
4	-	-	12.23	60.94	26.83	100
5	-	-	6.00	65.27	28.73	100
6	-	-	13.64	60.08	26.28	100
7	-	-	7.79	64.57	27.64	100
8	-	-	6.08	64.75	29.17	100
9	13.55	80.52	2.38	3.55	-	100
10	16.00	80.68	1.76	1.56	-	100



**Figura 4.40 Representación gráfica de los resultados cuantitativos mostrados en la Tabla 4.5.**



#### ***4.6.4 Distribución atómica en la unión WC/Cu-Zn/WC***

Posteriormente de haber realizado el microanálisis en línea, se efectuó un mapeo a la muestra unida a 980 °C por 15. En la Figura 4.41 se observan los resultados obtenidos de dicho análisis, donde se puede apreciar que el cobalto se concentra en el centro de la interfase, y cómo no existe difusión de zinc hacia el cerámico, además de la gran estabilidad que presenta el cerámico después de haber sido sometido al proceso de unión, representado en la distribución de tungsteno.

Finalmente, podemos concluir que efectivamente la unión entre nuestros materiales se da principalmente por la difusión que existe de cobalto y de cobre en menor cantidad. Además, es posible notar que a estas condiciones del proceso de unión aún existe la presencia de zinc, el cual no se ha evaporado por completo a pesar de que su punto de ebullición es de 906 °C.

Cabe señalar la homogenización en la distribución de los componentes Co, Cu y Zn en las diferentes zonas de reacción, sin llegar a observar zonas de concentración atómica de elementos.

#### ***4.6.5 Evaluación mecánica en uniones WC/Cu-Zn/WC***

Se evaluó la resistencia de unión en las muestras cerámico/cerámico utilizando la técnica de flexión por cuatro puntos en muestras de tamaño estándar de WC/Cu-Zn/WC, para lo cual, fue necesario unir una serie de muestras. Dichas muestras que fueron usadas para las pruebas, tienen dimensiones similares y fueron sometidas a las mismas condiciones que las que se realizaron en el sistema WC/Cu-Zn/Ni, sin embargo, en este caso las muestras que se realizaron a 980 °C, por tiempos de 5 y 15 minutos, se fracturaron durante su transportación para ser evaluadas mecánicamente, por lo que se establece que la resistencia de dichas uniones era muy débil y la interacción entre los materiales era mínima. Los resultados de la evaluación mecánica obtenidos para las muestras producidas se observan en la Figura 4.42.

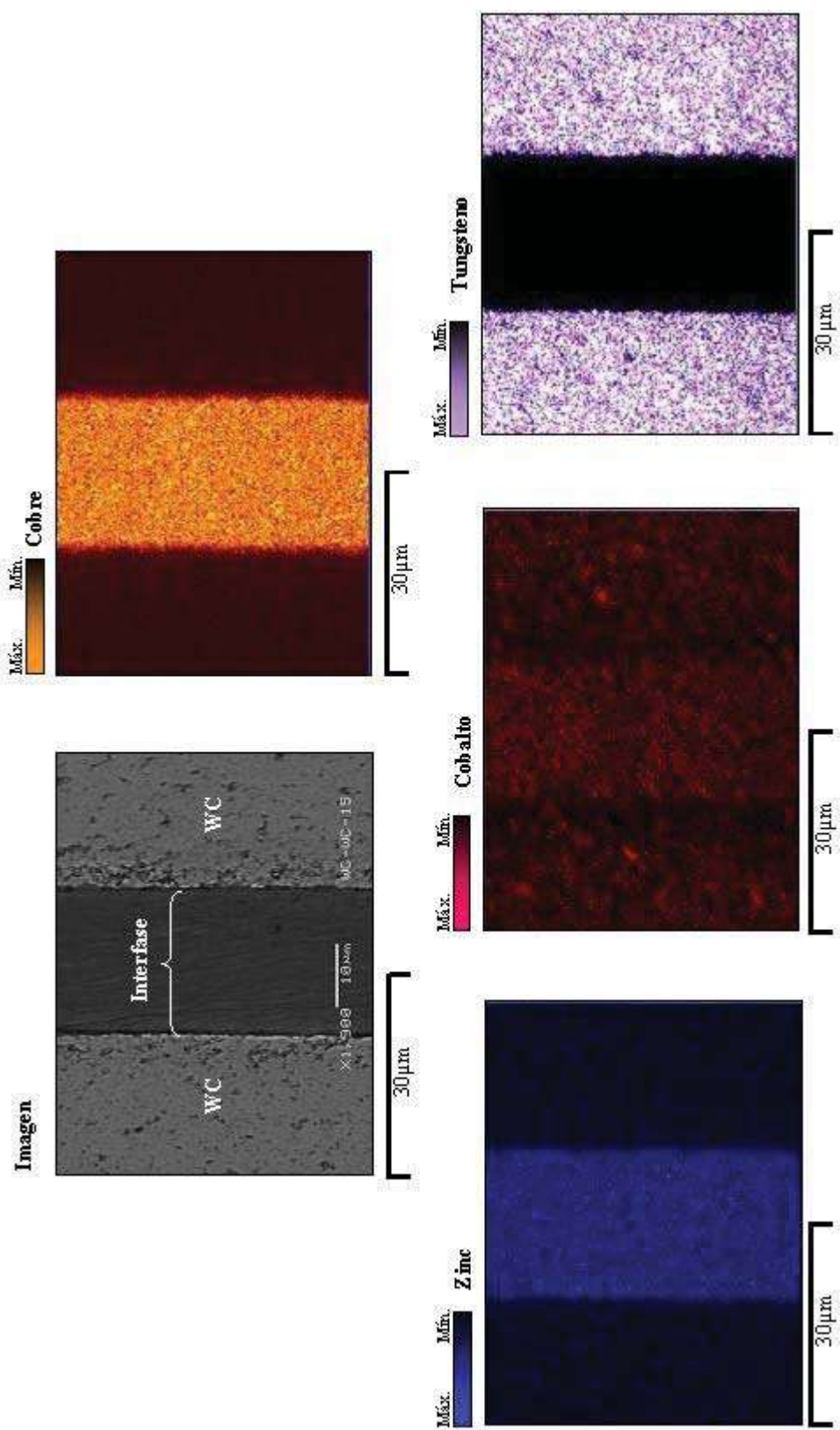
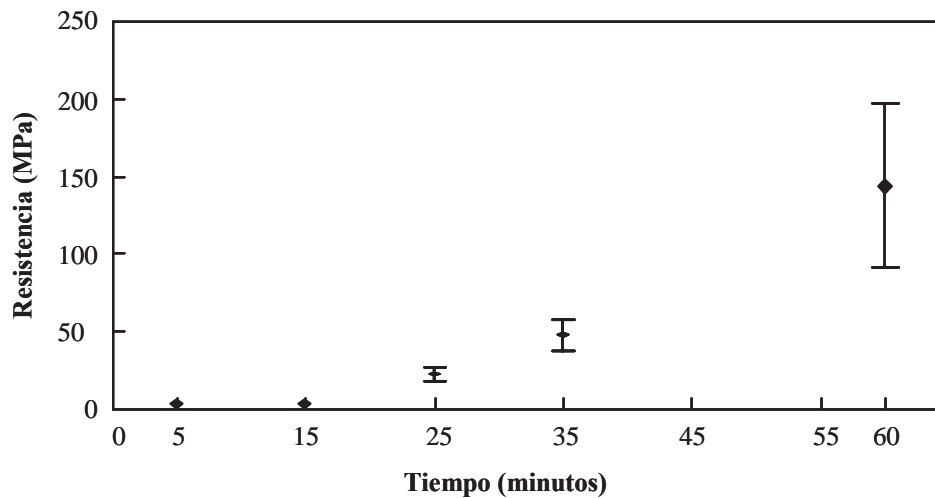


Figura 4.41 Distribución atómica en la interfase de unión de una muestra WC/Cu-Zn/WC unida a 980°C por 15 minutos.



**Figura 4.42 Resistencia de unión en función del tiempo para muestra de WC/Cu-Zn/WC unidas en una atmósfera de argón a 980 °C.**

Como se muestra en la Figura 4.42, la resistencia de unión inicialmente es mínima y no pudieron ser evaluados debido a la problemática antes mencionada, para los resultados correspondientes a tiempos de 5 y 15 minutos, pero en los tiempos subsecuentes se puede ver un incremento considerable a medida que el tiempo del proceso aumento, hasta alcanzar un valor de resistencia de unión máximo promedio de 145 MPa, cuando el tiempo de permanencia del proceso es de 60 minutos. Es probable, que en este caso la mayor resistencia que se obtuvo a 60 minutos, es debido a que el zinc que se encontraba presente en la interfase se ha evaporado por completo, lo cual promueve que exista una mejor interacción entre la interfase y el cerámico, ya que no existe el obstáculo que presentaba el zinc al tratar de salir de la interfase.

La evaporación del zinc se corrobora en el mapeo realizado a la muestra unida a 980 °C por 60 minutos (ver Figura 4.43). En la que se puede observar que el zinc que se encontraba en nuestro ensamble se ha evaporado por completo, además de apreciarse una distribución uniforme del cobalto tanto en la interfase, como dentro del cerámico y la estabilidad que sigue presentando el carburo de tungsteno durante el ensamble.

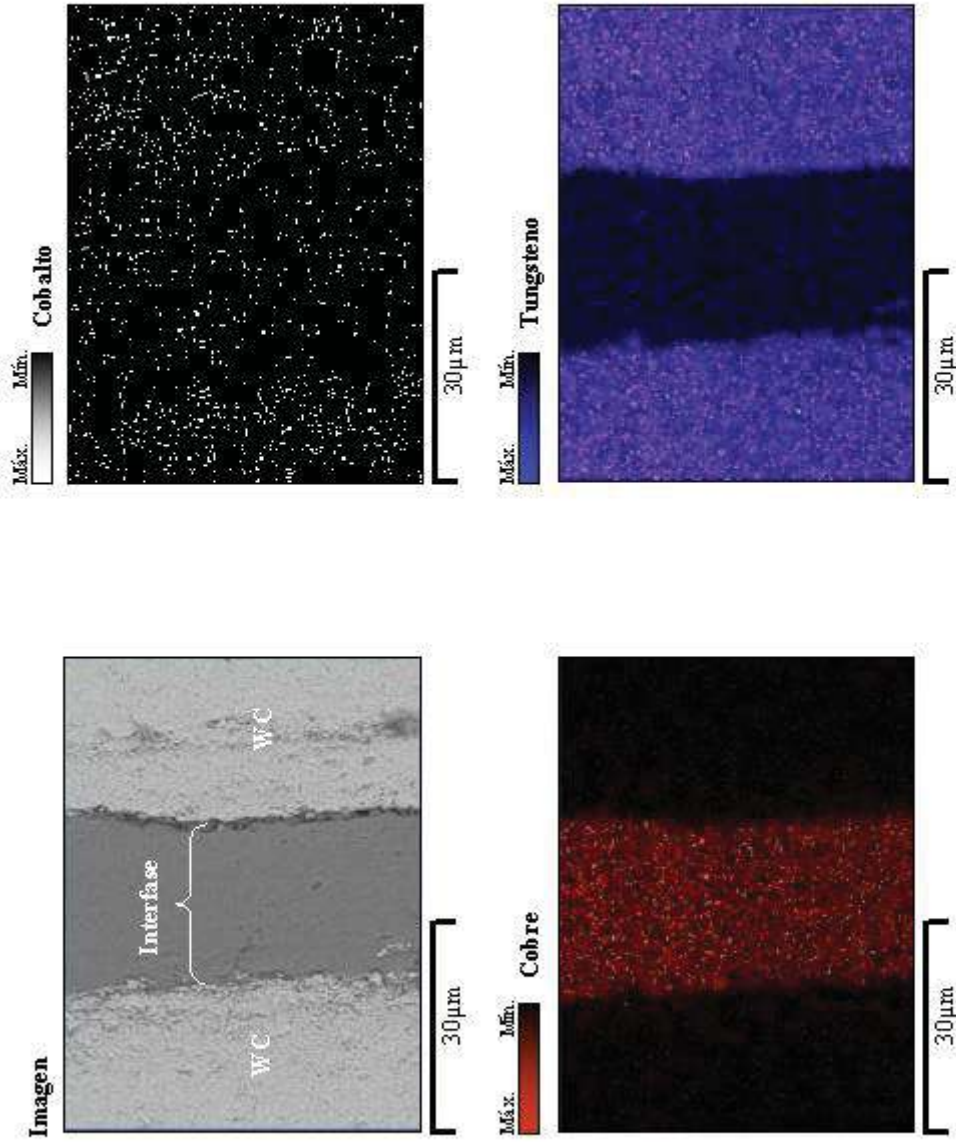


Figura 4.43 Distribución atómica en la interfase de unión de una muestra WC/Cu-Zn/WC unida a 980 °C por 60 minutos.

Finalmente, se puede establecer que la unión del WC/WC en la muestra unida a 980 °C por 60 minutos se llevó a cabo principalmente por la difusión del cobalto en ambas direcciones el cual, se encontraba inicialmente como aglomerante dentro del cerámico.

La unión por difusión de cerámico-cerámico se ha realizado en atmósfera de vacío, para varios sistemas, es el caso del nitruro de silicio en el cual se utiliza una intercapa metálica de unión. Ruiz y Drew<sup>[44]</sup> prepararon una unión tipo sándwich  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ti}/\text{Si}_3\text{N}_4$  empleando prensado en caliente en el rango de temperatura de 1400 a 1550 °C, observando una resistencia de unión a la flexión por cuatro puntos máxima promedio de 147 MPa para muestras tratadas a 1500 °C por 120 minutos. Estos resultados son comparativamente similares a los obtenidos en el presente trabajo para el sistema WC/Cu-Zn/WC.

#### ***4.7 Análisis de los resultados obtenidos***

El tratar de analizar y discutir los resultados obtenidos en la unión de ambos sistemas (WC/Cu-Zn/Ni y WC/Cu-Zn/WC) del presente trabajo, lleva consigo a las predicciones termodinámicas del carburo de tungsteno obtenidas previamente, donde la energía libre de Gibbs establece que para las temperaturas a las que se realizó el proceso de unión por brazing no existe la descomposición de nuestro cerámico, lo cual, después de haber realizado la caracterización por varias técnicas de las uniones producidas, efectivamente muestran que el carburo de tungsteno permanece estable y no sufre descomposición alguna. Sin embargo, sabemos que el carburo de tungsteno es un carburo cementado que utiliza el cobalto como aglutinante, en su procesamiento de fabricación. De ahí que la unión entre los materiales para ambos sistemas tiene que ver con la difusión de cobalto hacia nuestro elemento de unión Cu-Zn.

Por otro lado, es importante percibir como existe una alta concentración de esfuerzos internos que provocan la fragilidad del WC en las uniones WC/Cu-Zn/WC, lo cual, no ocurre en las uniones WC/Cu-Zn/Ni ya que al parecer las pequeñas adiciones de níquel y la

diferencia que existe entre sus coeficientes de expansión térmica con la aleación Cu-Zn logran reducir en gran medida dicha fragilidad.

En cuanto a la evaluación mecánica de unión en ambos sistemas, es aceptable que las uniones WC/Ni tengan una mayor resistencia que las WC/WC, debido a que en el primer caso (WC/Ni), existe una mayor difusión de ambos materiales, especialmente del níquel que alcanza a interactuar con el carburo de tungsteno. Sin embargo, es notable ver como el zinc en ambos sistemas no logra interactuar con los materiales a unir, y como a pesar de que trata de salir de la zona de difusión, la interfase no muestra porosidades causadas por dicha evaporación en ninguno de los dos sistemas.

Aunque es apreciable la diferencia que existe en la resistencia de las uniones producidas, comparada con la resistencia original de los materiales base, es también de importancia señalar que los resultados obtenidos en este tipo de uniones son considerados como aceptables, para los investigadores, cuándo se obtienen resistencia de unión mayores a los 100 MPa, ya que en la actualidad, se encuentra en estudio la aplicación de técnicas de unión que nos puedan proporcionar mayores resistencias en este tipo de ensambles<sup>[46]</sup>.

Algunos resultados que se han obtenido en este tipo de uniones se muestran en la Tabla 4.6, donde podemos darnos cuenta que los resultados que obtuvimos son del mismo orden e incluso el promedio de las resistencias de unión observada en el sistema WC/Ni es mayor que en la mayoría de los casos (255 MPa) y en el caso del sistema WC/WC es menor que algunos investigadores, pero comparable con lo observado por otros (145 MPa).

Como se observa, en las uniones de carburo de tungsteno con otros materiales, generalmente se han utilizado procesos de prensado en caliente en una atmósfera de vacío, lo cual, nos proporciona por lo general mejores resultados que el proceso brazing. Ya que el prensado en caliente utiliza una fuerza externa que proporciona un contacto íntimo a nivel atómico entre las superficies a unir durante todo el proceso<sup>[3]</sup>.

**Tabla 4.6 Parámetros reportados por la literatura obtenidos para uniones del carburo de tungsteno con otros materiales.**

<i>Material unidos</i>	<i>Temperatura (°C)</i>	<i>Tiempo (minutos)</i>	<i>Presión P(MPa)</i>	<i>Intercapa</i>	<i>Atmósfera</i>	<i>Resistencia (MPa)</i>	<i>Referencia</i>
WC/Ni <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>	610	30	10	Al-Si	Vacío	210 (a)	[46]
WC/Ni <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>	610	30	5	Al	Vacío	208* (a)	[21]
WC/Ni <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>	610	30	5	Al-Si	Vacío	50* (a)	[21]
WC/Ni <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>	1050-1100	180-360	3-5	Fe-Ni-Cr	Vacío	>90 (a)	[21]
WC/Sialon	610	30	10	Al-Si	Vacío	318 (a)	[46]
WC/Sialon	1100	180	30	Fe-Ni-Cr	Vacío	150 (a)	[46]
WC/Sialon	1100	180	30	Fe-Ni-Co	Vacío	150 (a)	[46]
WC/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1300-1350	180	<1	Ni	Vacío	2-4 (b)	[48]

\*Máxima resistencias (Condiciones óptimas).

(a) Prueba de flexión en cuatro puntos.

(b) Prueba de corte.

En nuestro caso el proceso brazing es en fase líquida, y la atmósfera que se utilizó fue argón, sin embargo, se obtuvo una resistencia promedio para el sistema WC/Cu-Zn/Ni de 255 MPa y para el sistema WC/Cu-Zn/WC de 145 MPa. Además, cabe señalar que este tipo de ensamble soporta mayores temperaturas que varias de las uniones presentadas en la tabla anterior, ya que dependen del punto de fusión del material usado como elemento de unión.

Por otro lado, como podemos darnos cuenta el espesor de la zona de difusión se incrementa tanto con la temperatura como con el tiempo de unión y está directamente relacionado con los valores de resistencia de unión obtenidos.

# Capítulo 5:

---

---

## CONCLUSIONES

Este capítulo presenta las conclusiones que se han obtenido de la unión de dos sistemas (WC/Cu-Zn/Ni y WC/Cu-Zn/WC) por el proceso brazing en una atmósfera de argón, variando los parámetros experimentales: tiempo y temperatura de unión de los materiales. Dichas conclusiones son el resultado de la caracterización y evaluación mecánica previamente realizadas a las interfases cerámico/metal.

- Es posible producir uniones en el rango de temperaturas de 830 °C a 980 °C por tiempos desde 1 minuto hasta 60 minutos para ambos arreglos de muestras tratadas, (WC/Cu-Zn/Ni y WC/Cu-Zn/WC).
- La interfase formada producto de la unión se caracteriza por ser uniforme, libre de porosidades y grietas, promoviendo una zona de difusión la cual se ve incrementada con el aumento del tiempo de permanencia durante el ensamble.
- La unión del WC/Ni se llevó a cabo por la formación de una capa de difusión, en la que se observa la difusión de cobalto hacia el elemento de unión, el cual, va decreciendo en la dirección del metal. Así mismo, se observa la difusión de níquel disminuyendo en la dirección del cerámico.
- En las uniones de WC/WC puede apreciarse una fragilización en el cerámico, producto de la preparación de las muestras y causada posiblemente por el calentamiento del elemento de unión, el cual fué trabajado en frío hasta el exceso para poder alcanzar el espesor requerido de 25  $\mu\text{m}$ , lo cual hace que tenga una cierta concentración de



esfuerzos residuales y al ser sometido a temperaturas mayores de 750 °C, tiende a hacer quebradiza la interfase.

- La máxima resistencia de la unión producida para el sistema WC/Cu-Zn/Ni se da a la temperatura de 980 °C por un tiempo de 15 minutos observando un valor de resistencia promedio de 255 MPa. Debe resaltarse el hecho que para los tiempos diferentes a 15 minutos se observa un promedio de la resistencia de unión mayor a 100 MPa. Para el caso del sistema WC/Cu-Zn/WC la máxima resistencia de unión se obtiene a 980 °C por 60 minutos con un valor promedio de 145 MPa.
- Los resultados muestran que con el aumento del tiempo de permanencia durante el ensamble a la temperatura de 980 °C existe una evaporación del zinc, la cual, se da por completo en las uniones producidas a 980 °C por 60 minutos para ambos sistemas (WC/Cu-Zn/Ni y WC/Cu-Zn/WC).

## RECOMENDACIONES

---

---

De acuerdo a los resultados y análisis obtenidos del presente trabajo, se hacen una serie de recomendaciones que podrían ser tomadas en cuenta para estudios posteriores.

- Para el caso de uniones WC/Ni, se recomienda realizar la interacción de estos materiales en forma directa sin la utilización de una intercapa metálica a temperaturas de 980 °C y por arriba de la misma. Sí es posible se puede utilizar una presión externa durante el proceso de unión y se recomienda una atmósfera de vacío (ver apéndice).
- Producir uniones de WC/WC a las condiciones presentadas en este trabajo, pero antes de ser caracterizadas o evaluadas mecánicamente, someterlas a un tratamiento térmico a temperaturas de 240 °C y dejarlas enfriar en aire con la finalidad de liberar los esfuerzos residuales que se podrían haber generado durante el proceso de unión. Otra forma de tratar de relevar la formación de esfuerzos residuales es tratar de controlar la temperatura durante el proceso de enfriamiento.
- Realizar un metalizado de cobalto o de níquel en la superficie del cerámico antes de realizar la unión del WC/Cu-Zn/WC o realizar los siguientes arreglos tipo sándwich WC/Ní/Cu-Zn/Ní/WC y WC/Co/Cu-Zn/Co/WC a 980 °C, esto con el propósito de promover que pequeñas cantidades de Ni a la aleación Cu-Zn reduzca su fragilización al ser calentada a 980 °C.

# REFERENCIAS

---

---

1. M. M. Schwartz, *Ceramic Joining*, American Society for Metals International, Materials Park, USA, 1990.
2. <http://www.bccresearch.com/advmat/GB208.html>.
3. J. L. Ruiz, *Diffusion Bonding of Silicon Nitride to Titanium*, Tesis doctoral, Department of Mining and Metallurgical Engineering, Mc-Gill University, Montreal Canada, August, 2000.
4. F. G. Díaz, *Caracterización Mecánica de Materiales Cerámicos Avanzados a Altas Velocidades de Deformación*, Tesis doctoral, Departamento de Motopropulsión y Fluidodinámica, Escuela Técnica Superior de Ingenieros Aeronáuticos, Universidad Politécnica de Madrid, 1999.  
<http://www.mater.upm.es/fgalvez/pdf/Tesis-Fgalvez.pdf>
5. <http://www.sriconsulting.com/SCUP/Public/Reports/ADVAN000/?Abstract.html>
6. J. A. Fernie, A. J. Sturgeon, *Joining ceramic materials*, Bonding & Joining, Metals and Materials, Abril 1992, p. 212-217.
7. B. H. Amstead, Ph. F. Ostwald, M. L. Begeman, *Procesos de Manufactura Versión SI*, 10ª edición, Continental, S. A. de C. V., México, 1995.
8. <http://www.carbideprocessors.com/Brazing/book/>
9. <http://www.coloredhome.com/brocas/brocas.htm>
10. E. P. DeGarmo, J. T. Black, R. A. Kohser, *Materiales y Procesos de Fabricación*, 2ª Edición, Reverte S. A., España, 1994.
11. M. P. Grover, *Fundamentos de Manufactura Moderna*, Prentice-Hall Hispanoamericana, S. A., México, 1997.
12. L. H. Van Vlack, *Tecnología de Materiales*, Alfaomega, S. A. de C. V., México, 1996.

13. S. H. Avner, *Introducción a la Metalurgia Física*, 2<sup>a</sup> Edición, Mc Graw-Hill, México, D. F., 1990.
14. Engineered Materials Handbook, *Ceramics and glasses*, Vol. 4, ASM International, Materials Park, USA, 1987, p. 808.
15. Goodfellow Cambridge Limited, Ermine Business Park Hantingdon, Inglaterra, 2003.
16. M. Cardellach, *Desgaste de carburos cementados*, Tesis de licenciatura, Departamento de ciencias de los materiales, Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona España. <http://www.arcs.ac.at/AMTT/reports/report43.pdf>
17. W. F. Smith, *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales*, 3<sup>a</sup> Edición, McGraw-Hill, España, 1999.
18. J. A. Schey, *Procesos de Manufactura*, 3<sup>a</sup> Edición, McGraw-Hill, México, D. F., 2002.
19. W. J. Ellis, *Ingeniería de Materiales*, 2<sup>a</sup> Edición, Representaciones y Servicios de Ingeniería, S. A., México, 1974.
20. Y. M. Lajtin, *Metalografía y Tratamiento Térmico de los Metales*, Mir Moscú, U.R.S.S., 1973.
21. O. M. Akselsen, *Diffusion bonding of ceramics*, J. Mater. Sci., Vol 27, No. 3, 1992, p. 569-579.
22. A. E. Martinelli, A. M. Hadian, R. A. L. Drew, *A review on joining non-oxide ceramics to metals*, Journal of the Canadian Ceramic Society, Vol. 66, No. 4, Noviembre 1997, p. 276-283.
23. R. W. Messler, Jr., *Joining of Advanced Materials*, Butterworth-Heinemann, USA, 1993.
24. T. Uelzen, J. Müller, *Wettability enhancement by rough surfaces generated by thin film technology*, Thin Solid Films, No. 434, February 2003, p. 311-315.
25. M. W. Finnis, *The theory of metal-ceramic interfaces*, Journal of physics-Condensed Matter, Vol. 8, No 32, 1996, p. 5811-5836.
26. A. M. Hadian, *Joining of Silicon Nitride-to-Silicon Nitride and to Molybdenum*, Tesis doctoral, Department of Mining and Metallurgical Engineering, Mc-Gill University, Montreal Canada, August, 1993.
27. J. T. Klomp, *Ceramic-metal interactions*, Materials Research Society Symp. Proc., Vol. 40, Pittsburgh, USA, 1985, p. 381-391.

28. K. Suganuma, T. Okamoto, and M. Koizumi, *Effect of interlayers in ceramic-metal joints with thermal expansion mismatches*, Communications of the American Ceramic Society, Diciembre 1984, p. C-256-257.
29. K. Suganuma, T. Okamoto, and M. Koizumi, *Method for preventing thermal expansion mismatch effect in ceramic-metal joining*, Journal of Materials Science Letters Vol. 4, 1985, p. 648-650.
30. T. Tanaka, H. Homma, and H. Morimoto, *Joining of ceramics to metals*, Nippon Steel Technical Report, No. 37, Abril 1998, p. 31-38.
31. K. Suganuma, *Recent advances in joining technology of ceramics to Metals*, ISIJ International, Vol. 30, No. 12, 1990, p. 1046-1058.
32. K. Suganuma, T. Okamoto, and M. Koizumi, *Influence of shape and size on residual stress in ceramic/metal joining*, Journal of Materials Science, Vol. 22, 1987, p. 2702-2706.
33. R. L. Mott, *Resistencia de Materiales Aplicada*, Prentice-Hall Hispanoamericana, S. A., México, 1996.
34. Z. Cheng, M. S. Cao, Q. Z. Zhao and J. S. Zou, *Interfacial microstructure and strength of partial transient liquid-phase bonding of silicon nitride with Ti/Ni multi-interlayer*, Materials Science and Engineering, 2004, p. 394-401.
35. P. He, J. C. Feng and H. Zhou, *Microstructure and strength of brazed joints of Ti<sub>3</sub>Al-base alloy with different filler metals*, Materials Characterization, 2005, p. 338-346.
36. Z. Cheng, H. Lou, Z. Fei and Z. Li, *Partial transient liquid-phase bonding of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> with Ti/Cu/Ni multi-interlayers*, Journal Of Materials Science Letters, 1997, p. 2026-2028.
37. M. I. Osendi and P. Miranzo, *Joining of silicon nitride by interposing metal foils: Effects of temperature and bonding pressure*, Materials Science Forum, Vols. 426-432, 2003, p. 4075-4080.
38. C. W. Bale, A. D. Pelton and W. T. Thompson, *F\*A\*C\*T 3.0-User manual*, Ecole Polytechnique de Montreal / Royal Military College, Canada, January 1999.
39. W. R. Bowen, T. Doneva, N. Hilal and C. J. Wright, *Atomic Force Microscopy: Images and Interactions*, The Americas Microscopy and Analysis, No. 46, January 2001, p. 13-15.
40. C. S. Urbano, *Estructura Mediante Microscopia de Fuerza Atómica*, Sociedad Mexicana de Cristalografía, A.C., México D.F., Noviembre 2003.
41. Y. K. Rao, *Stoichiometry and Thermodynamics of Metallurgical Processes*, Press Syndicate of the University of Cambridge, USA, 1985.

42. S. P. Lu, O.Y. Kwon, *Microstructure and bonding strength of WC reinforced Ni-base alloy brazed composite coating*, Surface and Coatings Technology, 2002, p. 40-48.
43. DIALOG OnDISC®Books 3.11.1 (CD-ROM), *Alloy Phases Diagrams*, Vol. 3, ASM International Alloy Phase Diagram and the Handbook Committees, 1992.
44. J. L. Ruiz, R. A. L. Drew, *Joining of silicon nitride with a titanium foil interlayer*, Materials Science and Engineering, 2003, p. 169-178.
45. E. Lugscheider and M. Boretius, *Joining of Ceramics, Glass and Metal*, W. Kraft, DGM, Oberursel, 1989 p. 25.
46. G. Elssner and G. Petzow, *Metal/Ceramic Joining*, ISIJ International, Vol. 30, No. 12, 1990, p. 1011-1032.
47. A. E. Martinelli and R. A. L. Drew, *Neutron Diffraction and Finite-Element Analysis of thermal residual stress on diffusion-bonded Silicon Carbide-Molybdenum joints* Journal of the American Ceramic Society, Vol. 82, No. 7, 1999, p.1787-1792.
48. M. G. Gee, *Surface reaction between alumina and nickel at high temperatures*, Proceedings British Ceramic Society, Vol. 34, 1984, p. 261-270.

## *APÉNDICE*

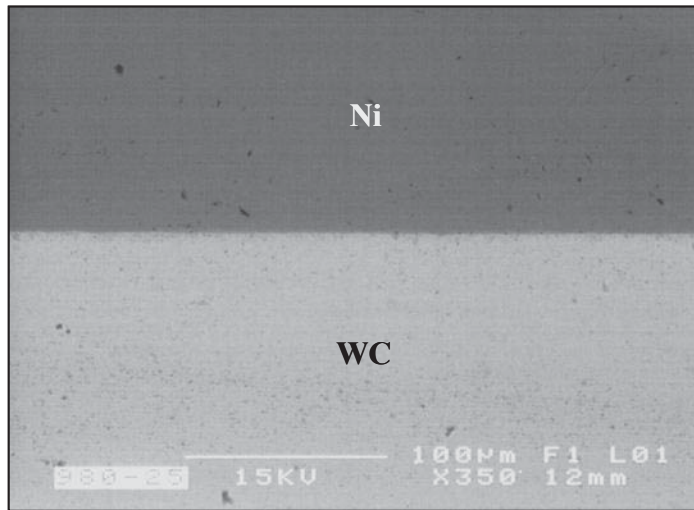
---

---

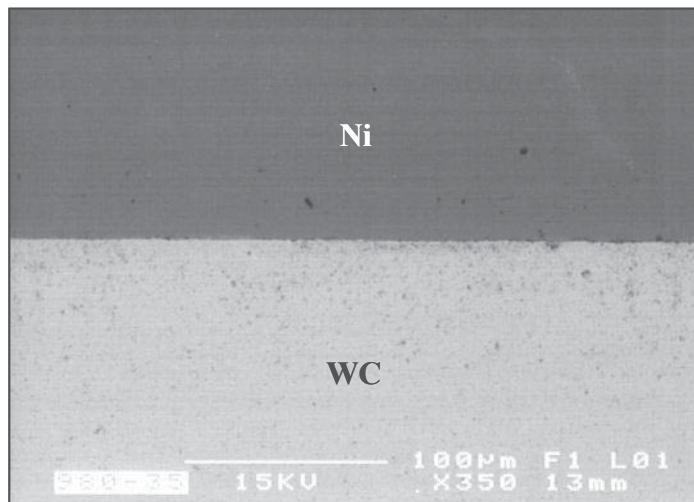
Los resultados obtenidos del estudio interfacial de las uniones producidas y la evaluación mecánica de las mismas en el presente trabajo, nos muestran que existe una mayor interacción entre el aglomerante del carburo de tungsteno y el níquel, debido a la difusión que existe del cobalto en la dirección del metal y la difusión de níquel la cual logra a través de la interfase formada interactuar con el cerámico.

Por tal motivo surgió la inquietud de producir una serie de muestras WC/Ni de tamaño estándar con la finalidad de ser evaluadas en flexión por cuatro puntos. Las muestras ensambladas se realizaron en unión directa sin la utilización de una intercapa metálica a una temperatura de 980 °C por tiempos de 25 y 35 minutos en una atmósfera de argón. La resistencia máxima promedio fue de 329 MPa para las muestras unidas por 25 minutos y de 272 MPa para las ensambladas por 35 minutos.

Por otra parte se realizó un análisis de la interfase formada en estas uniones por MEB, (ver Figura A-1), donde se puede observar una unión por difusión en fase sólida sin porosidades y libre de grietas. Cabe mencionar que dichas uniones son producidas a una temperatura muy baja comparada con el punto de fusión de los materiales que interactúan, además que no se utiliza una presión externa para el ensamble de las mismas, ni una atmósfera de vacío, los cuales podrían favorecer la unión. Por lo cual los resultados obtenidos son aceptables para este tipo de uniones cerámico-metal.



980 °C, 25 min.



980 °C, 35 min.

**Figura A-1 Interfases WC/Ni observada en MEB por electrones retrodispersados.**