



**UNIVERSIDAD MICHOCANA DE SAN NICOLAS DE
HIDALGO**

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALURGICAS

**“EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA UNIÓN
ACERO/WC-6%Co PRODUCIDA POR DIFUSIÓN EN FASE
SÓLIDA UTILIZANDO UNA INTERCAPA DE NÍQUEL”**

**TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS
EN METALURGÍA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

PRESENTA:

JUAN JOSÉ AVILA CASTILLO

ASESOR:

JOSÉ LEMUS RUIZ

MORELIA, MICH., FEBRERO 2008.

ÍNDICE

OBJETIVOS	I
RESUMEN	II
Capítulo 1.- INTRODUCCIÓN	1
Capítulo 2.- REVISIÓN BIBLIOGRAFICA	
2.1 PROPIEDADES DE LOS MATERIALES	4
2.2 HISTORIA DEL CERMET WC-6%Co	10
2.2.1 Procesamiento del WC-6%Co	12
2.2.2 Propiedades del WC-6%Co y el efecto del contenido de Co	14
2.3 NÍQUEL	17
2.4 ACEROS AL CARBONO	17
2.5 ACEROS INOXIDABLES	18
2.6 UNIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS	22
2.7 TÉCNICAS DE UNIÓN DE LOS MATERIALES CERÁMICOS	23
2.7.1 Uniones mecánicas	24
2.7.2 Uniones indirectas	25
2.7.3 Uniones directas	26
2.8 UNIÓN POR DIFUSIÓN EN EL ESTADO SÓLIDO	27
2.9 PARÁMETROS EXPERIMENTALES DE LA UNIÓN POR DIFUSIÓN EN FASE SÓLIDA	28
2.10 MECANISMOS DE DIFUSIÓN	30
2.10.1 Mecanismo de difusión por vacantes o sustitucional	31
2.10.2 Mecanismo de difusión intersticial	31
2.10.3 Difusión en estado estacionario	32
2.10.4 Difusión en estado no estacionario	34

2.10.5 Efecto de la temperatura sobre la difusión en sólidos	36
2.11 MECANISMOS DE DISFUSIÓN METAL/CERÁMICO	36
2.12 FORMACIÓN DE INTERFASES METAL/CERÁMICO	38
2.13 PROBLEMAS EN LA UNIÓN METAL/CERÁMICO	40
2.14 EVALUACIÓN DE MECÁNICA DE LA UNIÓN	43
2.15 ESTUDIOS REALIZADOS EN UNIONES SIMILARES	46
Capítulo 3.- DESARROLLO EXPERIMENTAL	
3.1 DESCRIPCIÓN DE LOS MATERIALES DE INICIO	49
3.2 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	51
3.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA LA EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO	56
3.4 PROCESO DE UNIÓN Y EQUIPO EXPERIMENTAL	57
3.5 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES UNIDOS	60
3.6 EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA DE UNIÓN	62
3.7 CARACTEIZACIÓN DE LA FRACTURA	64
Capítulo 4.- ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES DE INICIO	66
4.1.1 Caracterización de los aceros	66
4.1.2 Caracterización del Níquel	68
4.1.3 Caracterización del WC – 6%Co	70
4.2 RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LA UNIÓN EN AMBOS SISTEMAS	73
4.3 ANÁLISIS TERMODINÁMICO	75
4.4 CARACTERIZACIÓN DE LAS INTERFASES DE UNIÓN	78
4.4.1 Unión del sistema WC – 6%Co / Ni / AISI 304	82
4.4.2 Unión del sistema WC – 6%Co / Ni / AISI 1018	93
4.5 EVALUACIÓN MECÁNICA DE LAS UNIONES	98
4.5.1 Análisis de la falla	106

Capítulo 5.- CONCLUSIONES	113
BIBLIOGRAFÍA	116

OBJETIVOS

El **OBJETIVO PRINCIPAL** de este trabajo se dirige al estudio de los parámetros experimentales involucrados en lograr la unión del carburo cementado (WC-6%Co) a dos aceros (AISI 304 y AISI 1018) utilizando una lámina de Ni como elemento de unión o intercapa, mediante la técnica de difusión en el estado sólido y evaluar el efecto de dichos parámetros sobre la resistencia mecánica de las interfases de unión formadas.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Encontrar las condiciones de temperatura y tiempo que permitan producir la unión satisfactoria del WC-6%Co con ambos tipos de aceros (AISI 304 y AISI 1018) bajo una atmósfera compuesta de Argón.
- Caracterizar las interacciones interfaciales de las uniones; WC – 6%Co / Ni / Acero producidas y estudiar su relación con los parámetros experimentales utilizados.
- Estudiar el uso de Níquel como intercapa para la unión de estos materiales por medio de la difusión en el estado sólido.
- Evaluar la resistencia de unión de las combinaciones WC-6%Co-Ni-AISI 1018 y WC-6%Co-Ni-AISI 304 mediante la prueba de flexión por cuatro puntos así como lograr la caracterización de la falla producida y de las nuevas superficies presentes.

RESUMEN

En el presente trabajo los esfuerzos estuvieron dirigidos a la producción, caracterización y evaluación mecánica de la unión del WC-6%Co a dos diferentes tipos de aceros (AISI 304 y AISI 1018), utilizando una lámina de níquel puro como intercapa, esta última con el propósito de aliviar los esfuerzos residuales térmicos originados durante el proceso de unión, utilizando la técnica de difusión en fase sólida y cuyo efecto se presenta al momento de llevar a cabo el enfriamiento del arreglo final. Los experimentos se llevaron a cabo a una temperatura de 1000° C durante diferentes intervalos de tiempo, bajo una atmósfera de Argón. Se realizó una caracterización de los materiales de inicio, así como también de las interfases formadas en las secciones transversales de las muestras de los experimentos de unión utilizando técnicas como: microscopía electrónica de barrido (MEB), EPMA-EDS (microanálisis químico cualitativo y semicuantitativo en línea y por área), y microscopía de fuerzas atómicas (MFA), también se llevó a cabo una caracterización simple de la morfología de la falla producida intencionalmente por un ensayo mecánico. Los resultados demostraron que es viable la unión entre el WC-6%Co y ambos aceros mediante el uso de los parámetros mencionados anteriormente. La caracterización revela la formación de una zona de unión formada por la interdifusión de los elementos que componen a cada uno de los diferentes materiales, cuya extensión incrementa con el intervalo de tiempo en que los materiales se encuentran en contacto. Se observa entonces una línea de unión libre de defectos físicos, uniforme y homogénea para las muestras obtenidas a lapsos mayores, sin embargo, estos defectos se hacen presentes en las muestras producidas a corto tiempo. La

unión entre el WC-6%Co y el Níquel se da por la interdifusión Ni – Co, sin embargo, no se observa la formación de fases discontinuas ni compuestos intermetálicos. La unión entre la intercapa de unión y los aceros se produce de la misma forma, mediante la transferencia de masa de forma recíproca, sin la formación de terceras fases como resultado de la difusión en el estado sólido.

La evaluación mecánica se realizó mediante la prueba de flexión por cuatro puntos, obteniendo valores promedio máximos de 270 MPa para la configuración que comprende al acero AISI 304 cuando las muestras fueron unidas a la temperatura de trabajo por un tiempo de 90 minutos, también se obtuvieron resultados con valores promedio de hasta 455 MPa para el sistema WC-6%Co-Ni-1018 bajo los mismos parámetros que la configuración anterior. En esta última configuración se observó que algunas muestras no presentan falla alguna al momento de llevarse a cabo los ensayos, para tiempos de 45 y 60 minutos produciéndose en vez, una deformación plástica del acero. Cabe mencionar que aún para tiempos de 15 minutos se obtuvieron valores promedio de resistencia mayores a los 100 MPa para ambas configuraciones.

La fractura de la mayoría de las muestras se presenta en la interfase Acero / Intercapa, en ambos sistemas, por lo que la lámina de níquel quedó adherida al material compuesto, la caracterización de las nuevas superficies formadas nos revela una falla del tipo dúctil, dejando partes del material utilizado como intercapa incrustadas sobre la nueva superficie formada en el componente metálico del ensamble.

CAPÍTULO: 1

INTRODUCCIÓN

Los carburos cementados, en especial aquellos basados en el carburo de Tungsteno (WC), son una clase de materiales duros formulados principalmente para aplicarse como herramientas de corte. Estos materiales son manufacturados mediante la metalurgia de polvos, en la que se utiliza alrededor del 5 al 15% en peso de Cobalto (Co) como aglutinante de una fase dispersa (refuerzo) en forma de partículas a base del componente cerámico, y cuyo contenido tiene un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas del material compuesto final, los carburos cementados son capaces de soportar grandes esfuerzos de compresión así como de retener sus propiedades mecánicas a elevadas temperaturas, además, tienen una buena resistencia al desgaste y a la oxidación, así como un comportamiento químicamente estable. Sin embargo, la manufactura de piezas con geometría compleja a partir de su estado monolítico no representa en la mayoría de los casos, una vía factible para diversas aplicaciones, debido a la gran dureza y baja ductilidad inherente en el material compuesto que lo hacen un material difícil de maquinar con gran precisión. Por lo que la utilización de diferentes técnicas de unión para producir componentes de geometría rebuscada a partir del ensamble de estos materiales compuestos, pero con formas de geometría simple, a generado bastante interés en los últimos años.

Más del 90% de los materiales metálicos que utiliza el hombre son aleaciones ferrosas. Los aceros consisten en aleaciones con un elevado punto de fusión y una buena resistencia mecánica entre otras propiedades, que les permiten ser usados en combinación con los cerámicos para formar componentes orientados a nuevas aplicaciones prácticas. El Níquel es un material metálico que presenta una gran ductilidad y resistencia a la corrosión, aunado a que tiene un coeficiente de expansión térmica y un modulo de elasticidad intermedios entre los valores del cerámico y el acero respectivamente, lo cual hace de este, un material importante como intercapa de unión en sistemas metal / cerámico.

En los últimos años muchas aplicaciones de la ingeniería moderna emplean materiales cerámicos unidos a un cuerpo metálico, de forma tal, que la parte metálica pueda compensar la baja ductilidad y fragilidad del cerámico, y donde este ultimo componente al estar unido en áreas específicas expuestas a ambientes corrosivos o condiciones extremas, proporcione mayor resistencia al ensamble final.

Existen entonces muchas razones para desear la unión entre un cerámico y un metal, como lo pueden ser; el proceso de manufactura, el diseño de la pieza, el factor económico, las condiciones de trabajo, entre otras. Por lo que se trata de encontrar alternativas aceptables que conlleven a la unión exitosa de estos materiales mediante técnicas adecuadas que logren un mejor aprovechamiento de las propiedades de ambos ⁽¹⁾.

Las técnicas de unión se han venido desarrollado por varios años, actualmente, aunadas a las propiedades especiales con las que cuentan los nuevos materiales cerámicos se ha logrado extender su uso, reemplazando a materiales ya existentes así como logrando su utilización en nuevas aplicaciones donde materiales monolíticos no pueden satisfacer las necesidades presentes.

Existen varias técnicas para unir cerámicos y metales, algunas utilizan una fase intermedia en estado líquido como; brazing y soldering ⁽²⁾, otras pueden producirse

en el estado sólido. La unión por difusión en el estado sólido es una técnica relativamente simple, apropiada para unir cerámicos a cerámicos y cerámicos a metales, las ventajas de este proceso incluyen; la obtención de uniones con una alta resistencia y un proceso de fabricación consistente en una sola etapa. Sin embargo, algunas de sus desventajas son: que es una técnica de alto costo y no todas las formas geométricas son fáciles de unir mediante ella, además, se requiere del uso de una atmósfera controlada inerte o de vacío.

CAPÍTULO: 2

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 PROPIEDADES DE LOS MATERIALES

Los ingenieros consideran tradicionalmente a los metales como la clase más importante de los materiales de ingeniería. Sin embargo, es interesante hacer notar que los materiales cerámicos son actualmente usados en una gran cantidad de aplicaciones. Se incluyen en esta última clasificación a los productos de barro, porcelana, vidrio, cemento y concreto, donde este producto final está conformado por componentes cerámicos pero que también es considerado como un material compuesto cerámico/cerámico. También se incluyen materiales modernos como el **carburo de tungsteno** y el nitruro de boro cúbico ⁽³⁾. La importancia de estos materiales se basa en sus propiedades físicas y mecánicas, diferentes a las de los metales.

Las materias primas cerámicas se transforman generalmente en productos consolidados por la acción del calor. La palabra cerámica deriva del griego *keramos*, que significa barro de alfarero o utensilios hechos de barro cocido. Las propiedades generales de estos productos que los hacen útiles como materiales de ingeniería son una alta dureza y resistencia al desgaste, buenas propiedades de aislamiento térmico y eléctrico, gran estabilidad química y altas temperaturas de fusión ^(3,4). Los

productos cerámicos son frágiles y prácticamente no poseen ductilidad, lo cual puede ocasionar problemas en su desempeño mecánico.

Se clasifican en tres tipos básicos: 1) **Cerámicos Tradicionales**; silicatos que se usan para la producción de artículos de barro, abrasivos comunes y cemento; 2) **Nuevos Cerámicos**; materiales con mayor resistencia, basados en compuestos que no son silicatos, sino óxidos, nitruros, sales de boro y *carburos* ⁽⁴⁾; 3) **Vidrios**; basados principalmente en la sílice y que se diferencian de los otros cerámicos por no presentar una estructura cristalina definida.

El término de **nuevos materiales cerámicos** se refiere a aquellos que han sido desarrollados sintéticamente en las últimas décadas. Estos son químicamente más simples que los materiales cerámicos tradicionales.

Los carburos cerámicos incluyen al carburo de silicio (SiC), el **carburo de tungsteno (WC)**, el carburo de titanio (TiC), el carburo de tantalio (TaC) y el carburo de cromo (Cr₃C₂). Estos son apreciados por su dureza y resistencia al desgaste en las herramientas de corte y otras aplicaciones que requieren de estas propiedades. El carburo de tungsteno fue el primero que se desarrolló y es el material más importante y ampliamente usado del grupo. El WC se produce típicamente por carburización de polvos de tungsteno que han sido extraídos directamente de los minerales del metal como la Wolframita (FeMnWO₄) y la Scheelita (CaWO₄) ⁽³⁾.

Los materiales compuestos son sistemas de materiales que consisten de dos o más fases en una escala macroscópica, cuya fabricación y propiedades mecánicas están designadas para ser superiores a las respectivas de los materiales que los forman de manera monolítica. Una de las fases es continua, llamada *matriz* (puede ser orgánica, metálica, cerámica) y la otra fase (discontinua) es llamada *refuerzo*, la cual se encuentra dispersa por toda la fase matriz, en forma de partículas, fibras largas o fibras cortas, estas últimas también conocidas como “whiskers” ⁽⁵⁾.

Los carburos cementados son una familia de los materiales compuestos que consisten en partículas de algún tipo de carburo o la combinación de varios, donde para proveer un componente resistente y libre de poros, estos deben sinterizarse con algún aglutinante metálico. Se clasifican como compuestos de matriz metálica, debido a que el aglutinante es la matriz que mantiene junta la masa del material de refuerzo ⁽⁶⁾. Sin embargo las partículas del carburo constituyen la proporción más grande del material compuesto y fluctúan normalmente entre 80 y 95% en peso. El carburo cementado más importante es el carburo de tungsteno en conjunto con un aglutinante a base de Cobalto (WC - Co), otros carburos cementados incluyen al (TiC - Ni) y al (Cr₃C₂ - Ni). En el WC-Co, a medida que el porcentaje de Co se incrementa, la dureza decrece y la resistencia a la ruptura transversal aumenta. La proporción usual del aglutinante va desde un 4 hasta un 20% en peso. Como se muestra en la figura 2.1.

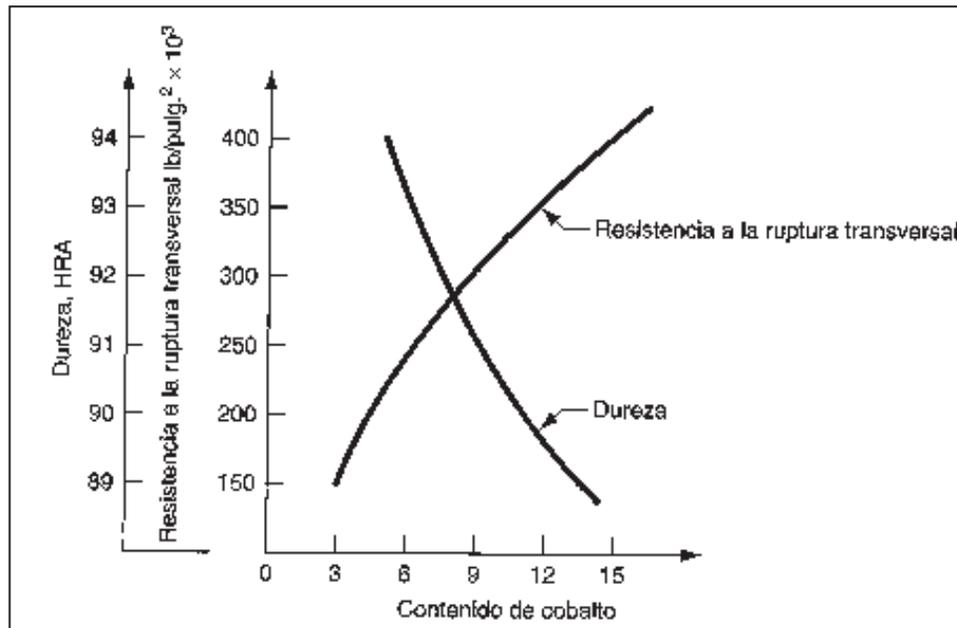


Figura 2.1 Gráfica típica de la dureza y la resistencia a la ruptura transversal del WC-Co en función del contenido en peso de Cobalto. ⁽³⁾

Las herramientas de corte son las aplicaciones más comunes de los carburos cementados basados en el carburo de tungsteno ⁽⁷⁾. Sin embargo otras aplicaciones incluyen dados para el estirado de alambres, brocas para taladros de roca, herramientas de minería, dados para metalurgia de polvos, indentadores para ensayos de dureza, herramientas de corte para operaciones con láminas metálicas, en el revestimiento de martillos de forjado así como de las trituradoras de mandíbula en las acerías, en boquillas de chorro de arena, etc ⁽⁸⁾. En las figuras 2.2 y 2.3 se muestran algunas aplicaciones de los carburos cementados base WC-Co.

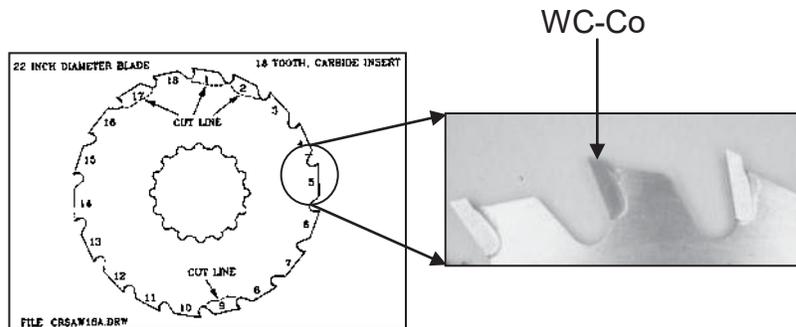


Figura 2.2 Unión del carburo cementado a una cuchilla circular metálica ⁽⁸⁾.

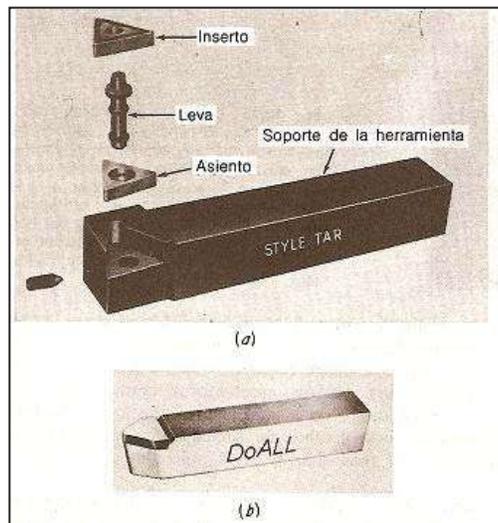


Figura 2.3 Herramientas de corte a base de carburos cementados: a) soporte mecánico, y b) herramienta soldada ⁽⁷⁾.

Por otro lado, existen también materiales metálicos que presentan propiedades específicas, permitiéndoles ser utilizados en combinación con los cerámicos para formar nuevos componentes orientados a incrementar el uso de estos últimos en más aplicaciones prácticas. La mayor parte de los diseños de ingeniería que requieren del soporte estructural de cargas o de transmisión de potencia, involucran aleaciones ferrosas ⁽⁹⁾. Estas representan una inmensa familia de materiales de ingeniería con un amplio rango de propiedades y diferentes configuraciones.

Por lo regular el acero contiene entre 0.05% y 2.1% en peso de C. Una composición del 5% en peso total de adiciones distintas al carbono servirá como límite arbitrario entre los aceros al carbono (nula aleación con elementos adicionales), de baja y alta aleación. Casi todas las aleaciones ferrosas caen en la categoría de baja aleación o al carbono, las razones son obvias, tienen un precio moderado debido a la ausencia de grandes cantidades de elementos adicionales, y son lo suficientemente dúctiles para moldearse con facilidad. En la tabla 2.1 se da un conveniente sistema de designación para estas aleaciones ⁽¹⁰⁾.

El sistema es según la AISI – SAE (**A**merican **I**ron and **S**teel **I**nstitute)-(**S**ociety of **A**utomotive **E**ngineers).

Tabla 2.1 Designación nominal de las aleaciones de acero.

Dígitos	Tipo de acero y contenido nominal de aleación
10XX ^(a)	Al carbono no aleado (Mn 1.00% máx.)
11XX	Resulfurizado
12XX	Resulfurizado y Refosforizado
15XX	Al carbono (1.00 a 1.65% en peso)

(a) XX o XXX en los dos o tres últimos dígitos de la nomenclatura, indican el contenido de carbono, el cual debe insertarse en centésimas del % en peso.

En algunos casos los requerimientos de diseño justifican las composiciones de alta aleación. Los aceros inoxidable requieren adiciones de elementos especiales para prevenir el daño causado por una atmósfera corrosiva, estos son más resistentes a la degradación y a la decoloración que los aceros al carbono y de baja aleación.

La tabla 2.2 resume en cuatro categorías principales la nomenclatura de las aleaciones para varios tipos de aceros inoxidable⁽¹⁰⁾.

Tabla 2.2 Categorías principales de las aleaciones de aceros inoxidable.

	Composición (% de peso)						
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Al
Tipos Austeníticos							
201	0.15	5.5 - 7.5	1.00	16.0 - 18.0	3.5 - 5.5		
304	0.08	1.00	1.00	18.0 - 20.0	8.0 - 10.5		
310	0.25	2.00	1.50	24.0 - 26.0	19.0 - 22.0		
316	0.08	2.00	1.00	16.0 - 18.0	10.0 - 14.0	2.0 - 3.0	
347	0.08	2.00	1.00	17.0 - 19.0	9.0 - 13.0		
Tipos Ferríticos							
405	0.08	1.00	1.00	11.5 - 14.5			0.10 - 0.30
430	0.12	1.00	1.00	16.0 - 18.0			
Tipos Martensíticos							
410	0.15	1.00	1.00	11.5 - 13.0			
501	0.10 min.	1.00	1.00	4.0 - 6.0		0.40 - 0.65	

Los avances en las técnicas de procesamiento de los materiales cerámicos han logrado mejorar las propiedades mecánicas y la confiabilidad en el desempeño de los mismos, está claro entonces, que cada tipo de material tiene su propio rango de aplicaciones.

Cuando se manejan materiales cerámicos en conjunción con materiales metálicos se deben tomar en cuenta aspectos como; la concentración de esfuerzos originados por la diferencia en su coeficiente de expansión térmica al momento de calentarse y llevar a cabo su enfriamiento, la probabilidad de fractura del cerámico y el efecto de la elevada temperatura sobre la estructura del metal; cambios de fase o una excesiva expansión y distorsión volumétrica.

Los elementos que constituyen a los materiales determinan las propiedades así como el funcionamiento y desempeño de los componentes que los conforman bajo un determinado ambiente. Al elegir un material es esencial saber los requerimientos de carga y las condiciones de trabajo bajo las cuales va a estar sometido.

Los metales satisfacen una amplia variedad de requerimientos de diseño y aplicaciones, aunado a que existe una gran gama y disponibilidad a un costo relativamente bajo, sin embargo, los materiales cerámicos tienen generalmente, mayor estabilidad química y térmica que los metales, son más resistentes a la compresión y no muestran ductilidad alguna antes de su fractura, además de que sus propiedades mecánicas se mantienen aun a elevadas temperaturas ⁽¹¹⁾.

2.2 HISTORIA DEL CERMET WC - Co

El carburo de tungsteno no se encuentra en la naturaleza como tal. Fue fabricado por primera vez a finales del siglo XIX por el francés Henri Moissan. Sin embargo, la importancia tecnológica y comercial del desarrollo no fue apreciada durante dos décadas.

El tungsteno cobró importancia como metal para los filamentos de las lámparas incandescentes a principios del siglo XX. En 1914, H. Voigtlander y H. Lohmann⁽³⁾

desarrollaron en Alemania un proceso de fabricación de dados de carburo duro sinterizado las partes a partir de polvos de carburo de tungsteno o carburo de molibdeno las cuales fueron utilizados para el estirado de alambre. Se da a Lohmann el crédito de la primera producción de carburos sinterizados ⁽¹²⁾. El carburo de tungsteno es un material que se caracteriza por su tipo de enlace iónico-covalente, el componente metálico libera electrones localizados en sus orbitales más alejados y los cede al átomo del componente no metálico, el cual retiene dichos electrones quedando inmovilizados. De lo anterior que los iones metálicos positivos (que han perdido electrones) y los iones no metálicos negativos (han ganado electrones) desarrollen una fuerte atracción entre si, por lo cual, se requiere de una cantidad considerable de energía para separarlos ⁽¹³⁾.

El acontecimiento que condujo a la tecnología moderna de carburos cementados se liga con los trabajos de K. Schroter ^(3, 7, 12) en Alemania, él utilizó mezclas de polvos de WC con 10% de un metal del grupo del hierro, incorporando entonces Cobalto, sinterizando la mezcla a una temperatura cercana al punto de fusión del metal. Este material duro se comercializó primeramente en Alemania como *Widia* en 1926. Las patentes de Schroter se asignaron a la General Electric Company bajo el nombre comercial de *Carboloy*, el cual se empezó a producir en Estados Unidos alrededor de 1928.

El carburo de tungsteno sinterizado con cobalto es un material compuesto fabricado a partir de partículas muy finas del cerámico refractario, cementadas de manera conjunta con el metal, formando un cuerpo de muy alta dureza y gran resistencia compresiva ^(3,7,12). Las partículas pueden tener un tamaño promedio que puede variar desde menos de 1 μm (micra) hasta 8 μm , típicamente se habla de un grano de carburo extra-fino (0.8 μm), fino (1.2 μm), medio (2.5 μm), medio grueso (4.0 μm), grueso (6.0 μm) y extra-grueso (8.0 μm) ⁽¹³⁾.

2.2.1 PROCESAMIENTO DEL WC – 6%Co

Los carburos cementados se producen por medio de la metalurgia de polvos. La utilización de un aglutinante proporciona una estructura que virtualmente está libre de porosidades. El procesamiento consiste esencialmente en preparar los polvos de carburo de tungsteno, mezclarlos con un aglutinante (generalmente polvo de Cobalto, aunque en algunas aplicaciones es posible utilizar Cobre o Níquel), el mezclado de los polvos se lleva a cabo en un molino de bolas en húmedo utilizando un líquido orgánico, para lograr un lodo homogéneo, el cual se seca en una atmósfera controlada o al vacío en un horno de inducción para prevenir la oxidación.

La molienda sirve también en la refinación del tamaño de grano. Posteriormente, con los polvos mezclados se fabrica un compactado en verde con la preforma deseada mediante prensado en frío seguida de una presinterización, es decir, un tratamiento térmico a baja temperatura en una atmósfera de hidrógeno o al vacío para dar la suficiente resistencia al compacto y después llevar a cabo la sinterización final ⁽¹¹⁾.

Un método alternativo para la compactación del polvo, es el prensado isostático en caliente, la mezcla de polvos se carga en una membrana cerrada y flexible que está suspendida en un líquido dentro de un recipiente a presión, donde, además de compactar la pieza está se sinteriza al mismo tiempo ⁽¹⁴⁾.

El sinterizado convencional del carburo cementado implica un proceso en estado sólido, en el cual el material compuesto se sinteriza a una temperatura por debajo del punto de fusión del Cobalto debido a la formación de una composición eutéctica.

En este proceso, se mezclan los polvos iniciales y luego se calientan, el metal fundido moja perfectamente las partículas sólidas, creando una estructura densa con uniones fuertes entre los componentes una vez solidificado. Un calentamiento prolongado puede generar la aleación de los metales (W – Co) por una disolución

gradual de las partículas sólidas en el metal líquido o la difusión del metal líquido en las partículas sólidas.

El sinterizado se efectúa a temperaturas entre 1370 -1425 °C durante 30 - 60 minutos. Estas temperaturas están por debajo del punto de fusión del Cobalto (1495° C). El cual forma una fase eutéctica con el carburo convirtiéndose entonces en la fase aglutinante.

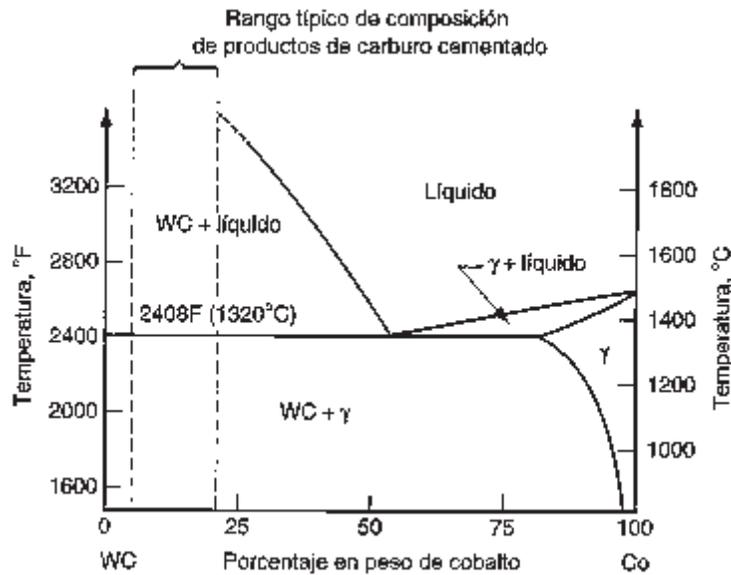


Figura 2.4 Diagrama de fases WC/Co ⁽¹⁾.

Como muestra el diagrama de fases de la Figura 2.4, durante el calentamiento, el WC se encuentra dentro de la fase gamma del Co y el punto de fusión de esta solución sólida se reduce, a medida que se forma la fase líquida, esta fluye y empapa las partículas de WC.

La presencia del metal fundido sirve también para remover gases de las regiones internas de la compactación. Posteriormente durante el enfriamiento, el carburo disuelto se precipita y se deposita dentro de los cristales de cobalto ya existentes, para formar una estructura compacta. Estos mecanismos se combinan para efectuar un reacomodo entre las partículas remanentes de WC, lo cual produce un empaquetamiento más cercano, y a su vez la densificación y la contracción significativa del WC-Co ⁽³⁾.

Los carburos están presentes como granos individuales formando una red finamente dispersa. El material sinterizado entonces tiene sus propiedades finales, ya que no responde a ningún tratamiento térmico conocido.

Debe considerarse el efecto de la disminución de volumen que ocurre durante el último estado de la sinterización, que puede llegar a ser del 40% ⁽¹⁵⁾. Se requieren de procesamientos subsecuentes después del sinterizado para lograr un control dimensional adecuado de las partes de carburo cementado. El esmerilado con ruedas abrasivas de diamante es la operación secundaria comúnmente desempeñada para este propósito. Otros procesos usados para maquinar a este material incluyen al maquinado por descarga eléctrica y por ultrasonido, dos procesos de remoción de material no tradicionales.

2.2.2 PROPIEDADES DEL WC-6% Co Y EL EFECTO DEL CONTENIDO DE Co

El excepcional desempeño del carburo sinterizado como herramienta, proviene de su alta dureza y gran resistencia compresiva. La mínima dureza de este material es aproximadamente la máxima dureza disponible en aceros para herramientas; Rockwell A 85 (Rockwell C 67). La resistencia a la compresión es de 35,154 Kg./cm², aunado a un módulo de elasticidad muy alto. Ambas propiedades disminuyen al aumentar el contenido de cobalto.

La microestructura afecta su dureza y resistencia. El tamaño de las partículas de carburo, su distribución, porosidad, y la calidad del enlace entre los cristales de cobalto y carburo son factores importantes. Aún cuando el aglutinante metálico constituye del 3 al 20% en peso, su efecto en las propiedades mecánicas del componente final es muy significativo.

Debido a su extrema dureza, este tipo de material no responde bien a los esfuerzos de tensión, de modo que para determinar su resistencia se utiliza el ensayo de ruptura transversal.

A medida que el contenido de cobalto se incrementa, el **cermet** (carburo cementado) tiende a ser más dúctil, por lo tanto, la resistencia a la ruptura transversal aumenta.

Por otro lado, a medida que se incrementa el tamaño de partícula del carburo, dentro del material compuesto final, la dureza decrece, debido a que los lagos (extensiones continuas de material de la fase matriz) de cobalto esparcidos entre las partículas de carburo también son mas grandes, sin embargo, se mejora la resistencia al impacto mecánico. Este es un resultado esperado puesto que la dureza del cobalto es menor que la del carburo por lo tanto, al aumentar el área comprendida por este dentro del material compuesto, esta última propiedad 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, existe una disminución crítica en la dureza del cermet cuando el cobalto absorbe la suficiente energía como para pasar a un estado plástico en el que se puede deformar. En la Figura 2.5 se muestran diferentes tamaños de grano de WC dentro de una matriz base Co donde la dureza Rockwell A disminuye, conforme el tamaño de grano pasa de fino a intermedio y a grueso respectivamente. De igual forma, la resistencia al desgaste abrasivo está directamente relacionada con el tamaño de partícula del componente cerámico, de modo que cuanto menor sea el contenido de cobalto y los

granos de carburo sean más finos, el compuesto presentara mayor resistencia abrasiva.

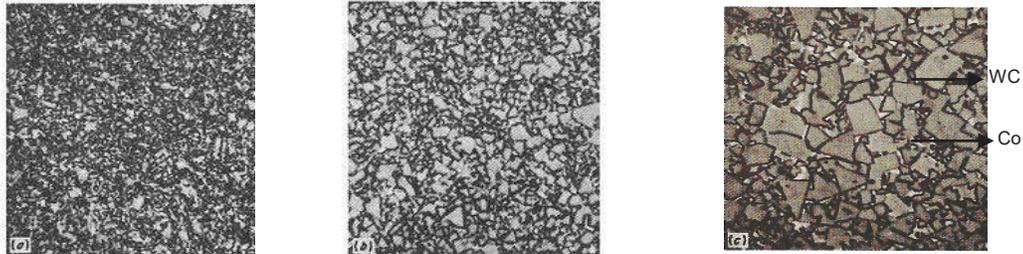


Figura 2.5 Carburo cementado. Diferentes tamaños de WC ⁽⁷⁾.

Sin embargo, la resistencia al impacto se incrementa cuando mayor es el contenido de cobalto y cuando mayor es el tamaño de grano y el mismo efecto anterior se observa con la resistencia al choque térmico. El componente cerámico no se ve afectado por el medio corrosivo, pero la fase ligante si, dejando expuesto a la corrosión los granos angulares de carburo. Para aumentar esta resistencia a la corrosión se debe 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 tiene una buena resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas, siendo también químicamente muy estable.

2.3 NIQUEL

Descubierto por A.F. Cronstedt en 1751 en Estocolmo, Suecia ⁽¹⁶⁾, el níquel es maleable y dúctil, resistente a la corrosión por el agua por lo cual, se usa sobre todo para revestimientos galvánicos, sin embargo, se disuelve rápidamente en ácidos diluidos, es de color gris-plata y tiene una gran facilidad para ser maquinado, así como buenas propiedades mecánicas, las cuales se conservan hasta temperaturas de 1100° C. El níquel se puede fabricar en forma de láminas, rodillos, alambres y tubos, forma aleaciones de solución sólida, tenaz y dúctil, con muchos de los metales comunes y sus propiedades mecánicas son semejantes a las de los aceros al bajo carbono.

2.4 ACEROS AL CARBONO

El acero es una aleación de hierro que contiene entre 0.02 y 2.11% en peso de Carbono, frecuentemente se incluyen otros elementos aleantes como: Manganeso,

Cromo, Níquel y Molibdeno pero el contenido de carbono es el que convierte al hierro en acero. Los aceros al carbono contienen a éste último como elemento principal de adición, con solamente muy pequeñas o nulas cantidades de otros elementos, y su resistencia se incrementa con el contenido del mismo ⁽¹⁷⁾. Las aleaciones con menos del 0.20% en peso de carbono (por ejemplo; AISI 1018), son por mucho los aceros más ampliamente utilizados desde hace algunas décadas. Sus aplicaciones típicas comprenden, engranajes, flechas, ejes, rodillos y perfiles estructurales entre muchas otras. En la figura 2.6 se presenta el diagrama de fases de la aleación Fe-C.

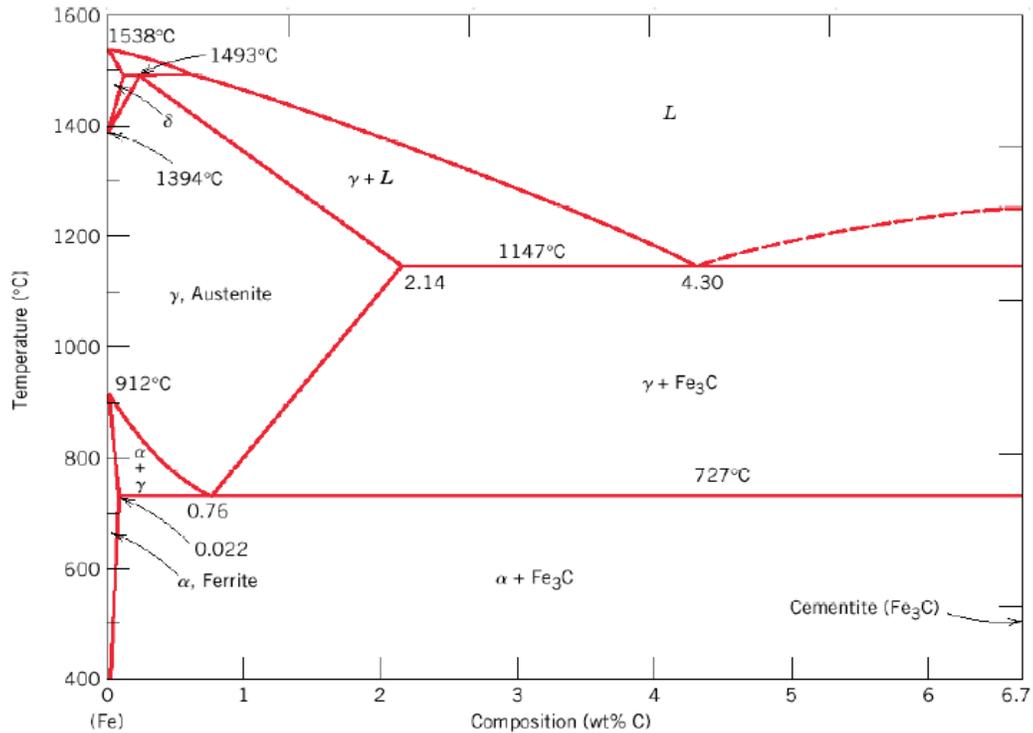


Figura 2.6 Diagrama de fases Fe-C

2.5 ACEROS INOXIDABLES

Los aceros inoxidable son un grupo de aceros altamente aleados y diseñados para suministrar una alta resistencia a la corrosión.

Los principales elementos de aleación son el cromo, usualmente arriba del 15%, el cual forma una película delgada impermeable de óxido, Cr_2O_3 (bajo atmósfera oxidante) protegiendo entonces a la superficie del material aislándola de alguna otra reacción de corrosión adicional; el níquel es otro elemento usado en ciertos aceros inoxidable para incrementar la zona de estabilización de la austenita (hierro gamma, cuya estructura cristalina es cúbica centrada en las caras), según el diagrama de

fases con el efecto de contenido de Ni y Cr. El carbono se usa para reforzar y endurecer al metal; sin embargo, cuando se incrementa su contenido se produce un efecto de reducción en la protección contra la corrosión.

Estos aceros son notables por su combinación de resistencia y ductilidad, sin embargo, esta combinación de propiedades hacen que dichas aleaciones sean difíciles de trabajar en manufactura, también son significativamente más caros que los aceros de baja aleación ^(17,18).

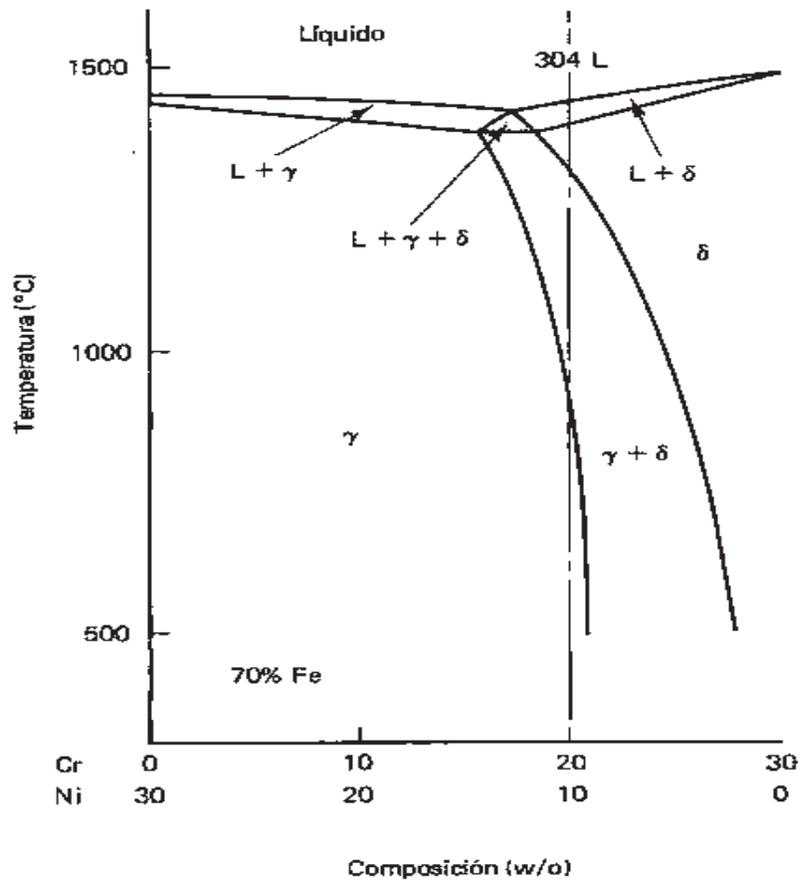


Figura 2.7 Corte seudo binario del diagrama de fases ternario Fe-Cr-Ni.

Los aceros inoxidable se dividen tradicionalmente en tres grupos, cuyo nombre lo determina la fase predominante en la aleación a la temperatura ambiente:

Grupo 1) Inoxidables Austeníticos. Estos aceros tienen la composición típica de 18% Cr y 8% Ni y son los más resistentes a la corrosión de los tres grupos, son no magnéticos y muy dúctiles, pero muestran endurecimiento por deformación en frío de forma significativa, sin embargo, no endurecen por tratamiento térmico, se caracterizan por ser muy resistentes al impacto y difíciles de maquinar, así como susceptibles a los ataques de la corrosión del tipo intergranular (corrosión que se presenta de modo selectivo a lo largo de las fronteras de grano) cuando el contenido de carbono es elevado, o por la *sensibilización* del material formándose un carburo de cromo que reduce la cantidad de cromo libre en la aleación por debajo de la cantidad necesaria para proporcionar una protección adecuada (12% Cr aproximadamente). Este tipo de ataque también puede suceder cuando un acero inoxidable se hace **sensible** con calor a temperaturas entre 427 y 871°C durante un periodo suficiente de tiempo debido a que este proceso forma y precipita al carburo de cromo en las fronteras de grano del material. Esta sensibilización se puede restaurar a una estructura uniforme, mediante un tratamiento térmico de solución a una temperatura entre 1000 y 1150°C durante un periodo de tiempo suficiente, para disolver los carburos de cromo y obtener una solución sólida razonablemente homogénea, enfriando rápidamente el material a través de la temperatura de sensibilización para evitar más precipitaciones, estos aceros se usan para fabricar molduras de automóviles, accesorios de aeronaves, implantes quirúrgicos (alambres, tornillos, placas), dispositivos prostéticos como juntas de cadera y rodilla, así como partes de maquinaria que requieren alta resistencia a la corrosión ⁽¹⁸⁾. El acero AISI 304 es un acero inoxidable de este tipo.

Grupo 2) Inoxidables Ferríticos. Tienen alrededor del 15 al 20% de Cr, bajo contenido de carbono y ninguna concentración de níquel, son magnéticos, menos dúctiles y con menor resistencia a la corrosión que los austeníticos. Con este tipo de acero se fabrican las siguientes partes: equipos de procesamientos químicos, partes de hornos, reguladores de calentadores, recubrimiento de fraguas, convertidores catalíticos y amortiguadores. ⁽¹⁸⁾

Grupo 3) Inoxidables Martensíticos. Estos aceros tienen un alto contenido de carbono, lo cual permite endurecerlos por tratamientos térmicos, tienen hasta un 18% de cromo pero no contienen níquel, son fuertes y resistentes a la fatiga, pero no tan resistentes a la corrosión como los otros dos grupos (austeníticos y ferríticos). Los productos típicos incluyen instrumentos quirúrgicos, cuchillería, válvulas, partes de turbinas y bombas para pozos petroleros ⁽¹⁸⁾.

La Tabla 2.3 presenta algunas características químicas y mecánicas de estos tres grupos de aceros inoxidables.

Tabla 2.3. Composición química y algunas propiedades mecánicas de los aceros inoxidable⁽¹⁹⁾.

Tipo	Análisis químico, % peso						Resistencia a la tensión		Elongación %
	Fe	Cr	Ni	C	Mn	Otros	lb./pulg ²	(MPa)	
Austenítico									
301	73	17	7	0.15	2		90 000	(620)	40
302	71	18	8	0.15	2		75 000	(515)	40
304	69	19	9	0.08	2		75 000	(515)	40
309	61	23	13	0.20	2		75 000	(515)	40
316	65	17	12	0.08	2	2.5 Mo	75 000	(515)	40
Ferrítico									
405	85	13	-	0.08	1		60 000	(415)	20
430	81	17	-	0.12	1		60 000	(415)	20
Martensítico									
403	86	12	-	0.15	1		70 000	(485)	20
403 ^b	86	12	-	0.15	1		120 000	(825)	12
416	85	13	-	0.15	1		70 000	(485)	20
416 ^b	85	13	-	0.15	1		140 000	(965)	10
440	81	17	-	0.65	1		105 000	(725)	20
440 ^b	81	17	-	0.65	1		260 000	(1790)	5

La aleación AISI 304 es un acero inoxidable austenítico de uso general, con una estructura cúbica centrada en las caras (FCC), es esencialmente no magnético en estado recocido y solo puede endurecerse en frío, su bajo contenido de carbono le otorga una mejor resistencia a la corrosión en estructuras soldadas o unidas^(3, 7, 9).

2.6 UNIÓN DE MATERIALES CERÁMICOS

Con el fin de lograr una unión exitosa de los materiales cerámicos, es necesario profundizar en la información existente en relación a ellos, incluyendo la morfología de la superficie de los materiales a unir, coeficientes de expansión térmica, módulo de elasticidad, sus propiedades mecánicas, etc. La estabilidad química y térmica de

algunos materiales como el WC-6%Co, hacen que estos, sean muy difíciles de unir por procesos convencionales de soldadura ⁽²⁾. La evolución de los procesos de unión ha permitido que los cermets puedan ser usados en conjunto con metales en la manufactura de un gran número de dispositivos conjugados.

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 a estar sometido el componente una vez fabricado ^(4, 1, 11).

2.7 TÉCNICAS DE UNIÓN DE LOS MATERIALES CERÁMICOS

Para incrementar el potencial práctico de los materiales cerámicos es necesario desarrollar técnicas de unión viables que nos permitan producir componentes con formas complejas, a partir de la utilización de uniones comprendidas por formas simples, en situaciones donde la maquinaria tiene un elevado costo o en aplicaciones donde se requiera la unión de materiales cerámicos de diferente composición ^(4, 20).

Actualmente se están desarrollando técnicas para la unión de los materiales cerámicos, una clasificación se muestra en la Figura 2.8.

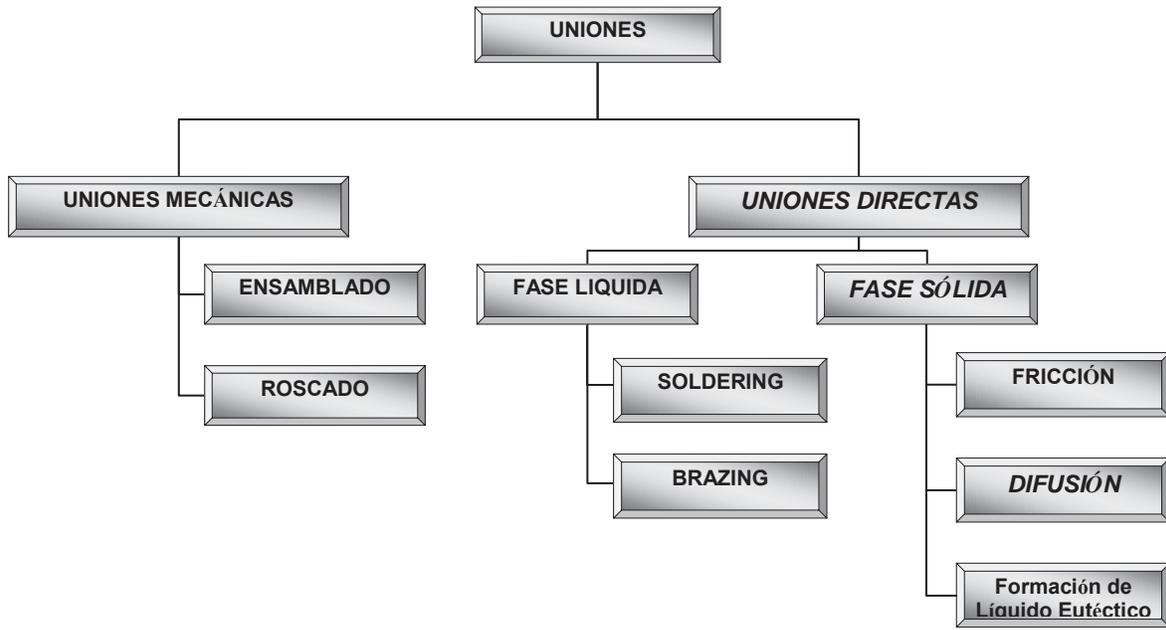


Figura 2.8 Técnicas de unión en materiales cerámicos ⁽¹⁾.

2.7.1 UNIONES MECÁNICAS

En esta técnica es necesaria 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 de que la utilización de estos elementos para llevar a cabo la unión requieren de 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 ocasionan la presencia de puntos de alta concentración de esfuerzos, los cuales incrementan la probabilidad de falla del componente final aunado a la falta de hermeticidad de la unión ^(20, 21).

2.7.2 UNIONES INDIRECTAS

Esta técnica implica la utilización de un material que funciona como *adhesivo*; *cementos*, *vidrios*, *vidrio-cerámicos*, *aleación metálica*, *etc.* entre las superficies a unir, el cual está sujeto a ciertos parámetros de temperatura, presión, atmósfera y tiempo.

El uso de un líquido que fluya por la superficie de otro material, llenando huecos e irregularidades tiene sus ventajas. La utilización de estos *adhesivos* presenta un conjunto de aspectos “positivos” evidentes ya que es un método que no requiere personal muy especializado para su aplicación y resulta barato. En su mayoría los adhesivos tienen temperaturas de endurecimiento muy bajas, y algunos endurecen (se curan) a temperatura ambiente.

Es un proceso que no requiere una ardua preparación de las superficies a unir, ya que la adherencia se puede dar aún con una película de óxido interpuesta entre ellas, las superficies rugosas son benéficas porque aumentan el área de contacto, sin embargo, tiene inconvenientes como; las temperaturas de servicio de estas uniones se encuentran limitadas, ya que los adhesivos no son estables y pueden llegar a descomponerse a temperaturas superiores a los 180°C, además el tiempo de curado de los adhesivos suele demorarse en comparación con otros procesos alternativos (22).

Una alternativa viable en los procesos de unión cerámico-metal es la utilización de una cinta metálica llamada “*braze*” que funde a bajas temperaturas (menores a 450°C), esta técnica es conocida como *Brazing* (21).

2.7.3 UNIONES DIRECTAS

Las uniones directas incluyen procesos donde el cerámico es unido al metal sin la utilización de cintas metálicas ni elementos externos como tornillos o remaches. La *soldadura por fricción* y la **unión por difusión en el 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 en continua rotación a una alta velocidad, lo cual promueve la fricción entre las superficies de los componentes a unir, generando el calor necesario para iniciar la soldadura después de un periodo de tiempo preestablecido (el cual suele ser inferior a los 25 seg.), entonces cesa la rotación del componente y la presión se incrementa empujando al componente metálico a unir durante un tiempo determinado hasta completar la unión, el tiempo efectivo de soldadura se encuentra alrededor de los 2 seg. En este proceso no existe la fusión del metal, dada la brevedad del calentamiento, 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.

La unión por **difusión en estado sólido** es un proceso que resulta de la aplicación de calor sobre un arreglo de materiales que se encuentran bajo un estrecho contacto superficial, 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 las interfases a formarse entre las superficies que hacen contacto, sin embargo, la fuerza que conduce a la formación de una interfase entre los materiales es la disminución de la energía del sistema

En este caso la interfase resultante puede estar constituida de una capa de reacción o una capa de difusión, dependiendo de la termodinámica del sistema y de las condiciones de unión empleadas. Regularmente, este proceso utiliza tiempos que

van desde unos minutos hasta varias horas, así como 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 del material base de la unión. Sin embargo, para llevar a cabo la unión, es necesario establecer un contacto íntimo entre las superficies a unir para lo cual se requiere de una limpieza exhaustiva de las mismas, eliminando o removiendo entonces toda presencia de películas químicas, aceites e impurezas sólidas que limiten tal proximidad entre ellas. Este proceso no implica una fusión de los materiales y presenta varias ventajas ya que no existe una zona afectada térmicamente, por lo que los materiales que forman la unión conservan sus propiedades originales, además por lo general, toda el área de contacto entre las partes se encuentra unida y no solo en algunos puntos localizados como llega a ocurrir en los procesos donde existe fusión del elemento de unión ^(20, 3, 2).

2.8 UNIÓN POR DIFUSIÓN EN EL ESTADO SÓLIDO

Es una técnica principalmente utilizada en la unión de materiales disímiles (entre metales de diferente composición, metales – vidrios, metal – cerámico) para la fabricación de uniones metal/metal o metal/cerámico conceptualmente simples. No hay una fusión localizada de ninguno de los materiales, son simplemente superficies en contacto bajo una presión poco significativa. Cuando la unión se da entre un metal y un cerámico, el metal sufre una deformación plástica al contacto con las irregularidades del cerámico por la aplicación de una pequeña carga sobre él y el efecto de una temperatura suficiente para llevar a cabo un contacto íntimo sobre todo el componente ⁽²³⁾.

Una vez que se establece el contacto entre las superficies, el componente sufre el efecto del aumento de temperatura por lo que deberá de haber una interdifusión suficiente entre los materiales en un tiempo razonable. En la unión de materiales disímiles es común utilizar un metal como intercapa entre los componentes, esta última deberá estar compuesta por un material dúctil, tal, que esté pueda deformarse con facilidad ayudando en la eliminación de las irregularidades superficiales, cavidades o poros remanentes entre los materiales, actuando también como un amortiguador de alivio para los esfuerzos generados por la diferencia de coeficientes térmicos al momento de calentar y enfriar al componente final ⁽²⁴⁾.

Las mayores desventajas de esta técnica son los altos costos que implica y la restringida geometría de las piezas que se pueden unir, las uniones por difusión en fase sólida son particularmente flexibles y capaces de soportar temperaturas extremas. De ahí, que sean perfectas para aplicaciones donde sean sometidas a choques térmicos y/o elevadas temperaturas ⁽²⁵⁾.

2.9 PARÁMETROS EXPERIMENTALES DE LA UNIÓN POR DIFUSIÓN EN FASE SÓLIDA

Las principales variables involucradas en esta técnica son: el tiempo, la temperatura, la rugosidad de las superficies y la atmósfera bajo la cual se lleva a cabo. Estos parámetros actúan en forma conjunta, se mencionan a continuación algunas características de los efectos producidos por cada una de ellas.

- a) Temperatura.** Es el parámetro más importante del proceso, debido a que; en los procesos activados térmicamente como la difusión, un cambio en la temperatura puede resultar en grandes cambios para la cinética del mismo, también, la deformación plástica de la parte metálica es virtualmente sensible

a estos cambios. El incremento de la temperatura aumenta la movilidad de los átomos a través de las superficies por lo que promoverá la formación de la interfase meta/cerámico. La temperatura requerida para este proceso generalmente se encuentra en el rango entre 60 y 90% la temperatura de fusión del material base de la unión, en este caso de la intercapa compuesta de Níquel puro. Sin embargo, a muy elevadas temperaturas es de esperarse que la resistencia de la unión disminuya debido a la mayor cantidad de esfuerzos térmicos generados ⁽²⁶⁾.

b) Tiempo. Este parámetro puede variar desde un segundo hasta varias horas dependiendo de la combinación metal/cerámico y de parámetros como la temperatura. Usualmente se requieren periodos de tiempo cortos a elevadas temperaturas para formar uniones resistentes, sin embargo, el tiempo favorece procesos como la difusión, produciendo uniones sanas a relativamente bajas temperaturas pero por periodos largos, por lo que la resistencia a la fractura de la interfase de unión incrementara al aumentar el tiempo, aunque, en algunos casos la formación de productos químicos entre las especies también es activada por este parámetro influyendo en la calidad y propiedades de la unión ⁽⁴⁾.

c) Rugosidad de la superficie. Existen tres objetivos principales en la preparación de las superficies; el primero es el de liberar a las superficies de contaminantes que puedan estar presentes y que puedan inhibir el contacto íntimo entre ellas; el segundo comprende el lograr una uniformidad en la morfología de las mismas, ya que la falta de ella y la presencia de grandes irregularidades limitarán el área comprendida por la interfase formada; y el tercero, constituye el crear características topográficas microscópicas en cada uno de los materiales en orden de alentar la unión ⁽²⁷⁾.

- d) *Atmósfera.*** El objetivo principal es evitar la oxidación del sistema, por lo que se utilizan atmósferas comprendidas de un gas inerte como el argón a 1 atm de presión o una presión de vacío ⁽²⁸⁾.

2.10 MECANISMOS DE DIFUSIÓN

La difusión puede ser definida como el mecanismo por el cual la materia es transportada por la materia misma. Los átomos de gases, líquidos y sólidos están en constante movimiento y se desplazan en el espacio tras un período de tiempo. En los gases, el movimiento de los átomos es relativamente veloz, tal efecto se puede apreciar por el rápido avance de los olores desprendidos al cocinar o el de las partículas de humo. En los líquidos, los átomos poseen un movimiento más lento, esto se pone en evidencia en el movimiento de una tinta que se disuelve en agua.

El transporte de masa en líquidos y gases se origina generalmente debido a una combinación de convección (movilización de fluido) y difusión.

En los sólidos, estos movimientos atómicos quedan restringidos (no existe convección), debido a los enlaces que mantienen los átomos en las posiciones de equilibrio, por lo cual el único mecanismo de transporte de masa es la difusión. Sin embargo el aumento de las vibraciones atómicas que tienen lugar en los materiales al calentarse permite que algunos átomos se desplacen. La difusión en metales y cerámicos es particularmente importante si consideramos el hecho de que la mayor parte de las reacciones en estado sólido llevan consigo movimientos atómicos; como ejemplo se pueden citar la formación de núcleos y crecimiento de nuevos granos en la recristalización de un metal trabajado en frío y la precipitación de una segunda fase a partir de una solución sólida ⁽²⁹⁾.

Existen dos mecanismos principales de difusión en los átomos en una estructura cristalina: (1) mecanismo de vacantes o sustitucional, y (2) el mecanismo intersticial.

2.10.1. MECANISMO DE DIFUSIÓN POR VACANTES O SUSTITUCIONAL

Los átomos pueden moverse en las redes cristalinas desde una posición a otra si existe suficiente energía de activación ocasionada por la vibración térmica de los átomos, y, si hay vacantes u otros defectos cristalinos en la estructura para que ellos las ocupen. Las vacantes en los metales son defectos en equilibrio, y por ello están siempre presentes y facilitan la existencia de la difusión sustitucional de los átomos. Al incrementar la temperatura del metal se producirán más vacantes y habrá suficiente energía térmica disponible, por tanto, el grado de difusión es mayor ⁽³⁰⁾.

La energía de activación para la difusión propia es igual a la suma de la energía de activación necesaria para formar la vacante y la energía de activación necesaria para moverla. Se puede observar que a medida que se incrementa el punto de fusión de un material, la energía de activación también aumenta, esto se da porque los metales con temperatura de fusión más alta tienden a requerir u ocupar mayores energías de enlace entre sus átomos ⁽³⁰⁾, sin embargo, la diferencia entre los tamaños de los átomos y las energías de enlace entre ellos, son factores que afectan la velocidad de difusión.

2.10.2. MECANISMOS DE DIFUSIÓN INTERSTICIAL

La difusión intersticial de átomos en las redes cristalinas tiene lugar cuando estos se trasladan de un intersticio a otro continuo sin desplazarse permanentemente a ninguno de los lugares ocupados por los átomos que componen la matriz de la red cristalina.

Para que el mecanismo intersticial sea efectivo, el tamaño de los átomos que se difunden debe ser relativamente pequeño comparado con el de los átomos de la matriz.

Los átomos pequeños como los de hidrógeno, carbono, oxígeno y nitrógeno, pueden difundirse intersticialmente en algunas redes cristalinas metálicas. Por ejemplo, en la difusión intersticial del carbono en hierro, los átomos de carbono deben pasar entre los átomos de la matriz de hierro alfa (BCC) ^(31,32).

2.10.3 DIFUSIÓN EN ESTADO ESTACIONARIO

El fenómeno de difusión puede presentarse de dos formas: en un estado estacionario o como un proceso de constante cambio.

Si consideramos la difusión del soluto en la dirección del eje X, entre dos planos de átomos perpendiculares al plano de la hoja, separados una distancia ΔX , supongamos entonces que tras un periodo de tiempo, la concentración de los átomos en el plano 1 es C1 y en el plano 2 es C2. Esto significa que no se producen cambios en la concentración de los átomos de soluto en esos planos con el tiempo para ese sistema. Tales condiciones de difusión se conocen como condiciones en estado estacionario.

Este tipo de difusión tiene lugar cuando un gas no reactivo difunde a través de una lámina metálica.

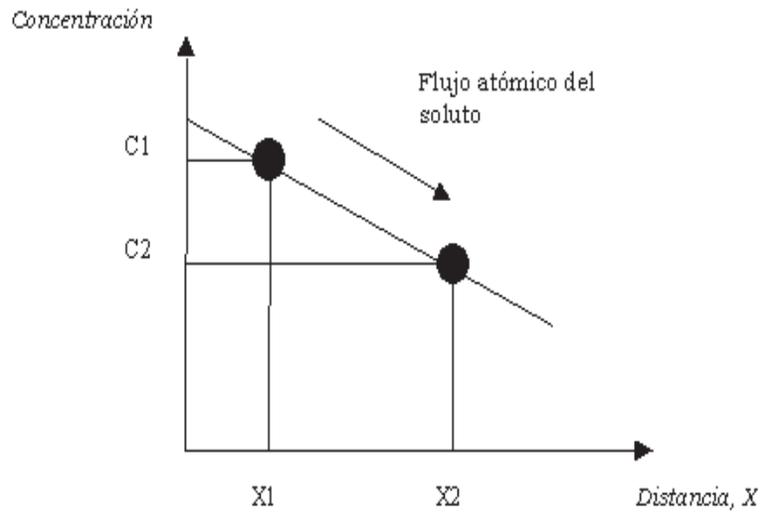


Figura 2.9 Diagrama de densidad de flujo.

La difusión entonces tiene lugar de una concentración mayor a una menor, es decir, existe un gradiente de difusión negativo. Este comportamiento se encuentra señalado por la *primera Ley de Fick* ⁽³⁰⁾ y afirma que para condiciones de flujo en estado estacionario, la densidad de flujo neto de átomos es igual a la difusividad (D) por el gradiente de concentración (dC/dX).

Las unidades son en el sistema internacional:

$$J\left(\frac{\text{Atomos}}{m^2 \cdot s}\right) = D\left(\frac{m^2}{s}\right) \frac{dC}{dX} \left(\frac{\text{Atomos}}{m^3} \cdot \frac{1}{m}\right) \quad (2.1)$$

Los valores de la difusividad dependen de muchas variables, las más importantes son las siguientes:

- *El tipo de mecanismo de difusión.*
- *La temperatura.*
- *El tipo de estructura cristalina de la red matriz.*
- *El tipo de imperfecciones cristalinas.*
- *La concentración de las especies que se difunden.*

Si la temperatura aumenta en el sistema, la difusividad también se ve incrementada. La estructura cristalina BCC que posee un factor de empaquetamiento de 0.68 ayuda a que la difusividad en ella sea mayor que en una red FCC que posee un factor de empaquetamiento de 0.74.

La difusión tiene lugar rápidamente a lo largo de los límites de grano a mayor escala que en la matriz del mismo, en metales y cerámicos. Las vacantes en exceso incrementarán las velocidades de difusión.

2.10.4 DIFUSIÓN EN ESTADO NO ESTACIONARIO

El estado estacionario, relaciona el proceso donde las condiciones permanecen invariables con el tiempo, sin embargo, en la mayoría de los casos, la difusión es en estado no estacionario, en la cual, la concentración de los átomos de soluto en cualquier punto del material cambia con el tiempo.

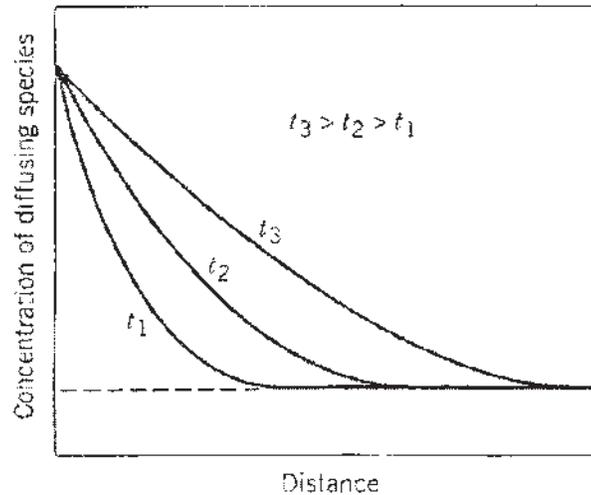


Figura 2.10 Grafica mostrando el aumento de la difusión con el tiempo.

Por ejemplo, si se difunde carbono en un árbol de levas automotriz de acero para endurecer su superficie, la concentración de carbono de cualquier punto cambiará con el tiempo a medida que el proceso de difusión avanza. Para casos de difusión en estado no estacionario, en el cual la *difusividad* es dependiente del tiempo, se aplica la *segunda ley de Fick* sobre la difusión ^(11,33).

$$\frac{dCx}{dt} = \frac{d}{dx} \left(D \frac{dCx}{dx} \right) \quad (2.2)$$

Esta ley establece que la velocidad de cambio de la composición de la muestra es igual a la difusividad por la velocidad de cambio del gradiente de concentración. Los átomos se mueven a velocidades diferentes, este efecto fue hallado en los metales por Kirkendall y se le ha llamado efecto Kirkendall. La presencia de este desplazamiento significa que la red cristalina completa se mueve realmente con respecto a un observador durante el proceso de difusión. Este es un tipo de movimiento de volumen similar al movimiento de convección en los líquidos y se debe tomar en cuenta al analizar los procesos de difusión que ocurren aquí

2.10.5 EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LA DIFUSIÓN EN SÓLIDOS

El coeficiente de difusión es una función notable de la temperatura, los metales de punto de fusión elevado tienen mayores coeficientes de difusión que los de de bajo punto. La energía de activación puede pensarse como la energía necesaria para producir el movimiento o la difusión de un mol de átomos, aquellos elementos que requieren de una gran energía tienen relativamente coeficientes de difusión pequeños.

En los metales policristalinos la difusión se puede presentar a lo largo de los límites de grano y de la superficie (*difusión interfacial*), así como a través del volumen de los granos (*difusión volumétrica*)⁽³⁴⁾. Es de esperarse que la movilidad de un átomo a lo largo de un límite de grano o en una superficie sea más alta que en el volumen dentro del cristal, debido a que estas intercaras tienen una estructura más expuesta y, por lo tanto, ofrecen menos resistencia al movimiento atómico, por consiguiente, es de suponerse que los coeficientes de difusión en la intercara, serán más altos que los coeficientes de difusión volumétrica, ya que el coeficiente de difusión se relaciona directamente con la movilidad. La difusión en los límites de grano contribuye notablemente a la difusión total^(29, 35).

2.11 MECANISMOS DE DIFUSION METAL / CERÁMICO

El proceso se considera que ocurre en diferentes etapas:

Primero, el proceso provoca un colapso de las asperezas de la superficie metálica debido a que ceden ante el contacto con la rugosidad cerámica, esto resulta en un

contacto íntimo entre las superficies lo que facilita la formación del enlace subsiguiente. El proceso de deformación produce una red de poros sellados en la interfase. Segundo, el desarrollo de la unión procede por mecanismos de difusión controlada, transferencia de masa, etc ^(36, 37, 38).

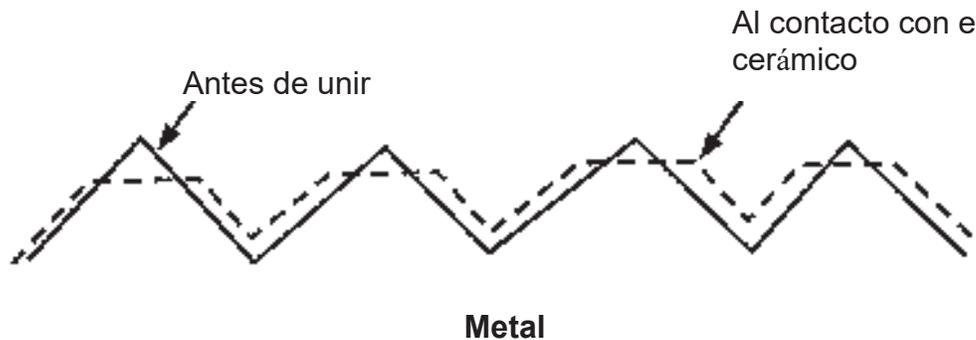


Figura 2.11 Efecto sobre las irregularidades del metal al contacto con el cerámico.

La fuerza que lleva a la difusión en este mecanismo es la diferencia en curvatura de la morfología de las superficies en contacto, la materia es transferida de los puntos de menor curvatura (picos afilados) a los puntos de mayor curvatura (redondeados), a medida que la morfología cambie de una sección elíptica a una circular, las relaciones entre estos mecanismos disminuirá y el material tenderá a unirse más fácilmente.

La eliminación de las irregularidades interfaciales es llevada a cabo por una serie de mecanismos análogos:

- A. Difusión superficial hacia la interfase a formarse.
- B. Difusión volumétrica de la matriz superficial a la interfase.
- C. Expansión volumétrica por la acción de la temperatura durante un tiempo prolongado sobre la estructura de los materiales.

Todos estos mecanismos son generados por la naturaleza inicial de no equilibrio de la interfase formada, los cuales actúan durante un periodo de tiempo pequeño hasta

que la formación de una interfase en equilibrio se lleva a cabo por la interacción química entre los componentes, reaccionando o difundiendo entre ellos ⁽³⁹⁾.

Se han hecho varios intentos por modelar y simular los mecanismos que envuelven la difusión y transferencia de masa entre las superficies para lograr la formación de una interfase metal/cerámico bajo esta técnica, sin embargo, los modelos desarrollados no se pueden aplicar a todos los sistemas.

La modelación de las posibles interacciones es una operación compleja y la fabricación de un modelo que encierre todas estas es analíticamente imposible, ya que todos los materiales cerámicos están constituidos por diferentes elementos y se comportarán de manera distinta con el efecto de la temperatura y al contacto directo con tantos metales diferentes.

Sin embargo es posible aplicar modelos simples para algunas configuraciones de metal/cerámico como en el sistema comprendido entre el Al y el Al_2O_3 ^(40, 41).

2.12 FORMACIÓN DE INTERFASES METAL / CERÁMICO

Generalmente cuando se lleva a cabo la unión de cerámicos con metales, la morfología interfacial se puede clasificar en tres grupos ⁽⁴²⁾:

- a) *Interfases sin reacción y sin difusión.*** En estos casos la física de la adhesión se da por tres tipos de fuerzas de unión entre los componentes; por mecanismos de polarización (ej. materiales dieléctricos), interacciones de Van Der Waals y por el efecto de enlaces químicos intermoleculares fuertes.

b) Interfases con capa de reacción. Comúnmente la mayor parte de las interacciones metal – cerámico reaccionan químicamente en la interfase. Existe la formación de nuevos compuestos.

c) Interfases con capa de difusión. Son formadas solamente por la interdifusión de los materiales sin llegar a reaccionar entre ellos (solo actúan mecanismos de transferencia de masa).

La unión por difusión en estado sólido puede producir una estructura interfacial estable a alta temperatura. El metal en la interfase recristaliza para producir una interfase coherente (capa de interdifusión), sin embargo, pueden ocurrir reacciones químicas formando compuestos generalmente de carácter frágil (intermetálicos) donde la coherencia de estos con el metal base es mínima.

El espesor de la capa de difusión está en función del tiempo y la temperatura ⁽⁴³⁾; el crecimiento se comporta parabólicamente con el tiempo siguiendo la 2ª ley de fick, sin embargo, hay configuraciones donde se ha reportado que esta “ley” parabólica no se sigue, como se muestra en la Figura: 2.12.

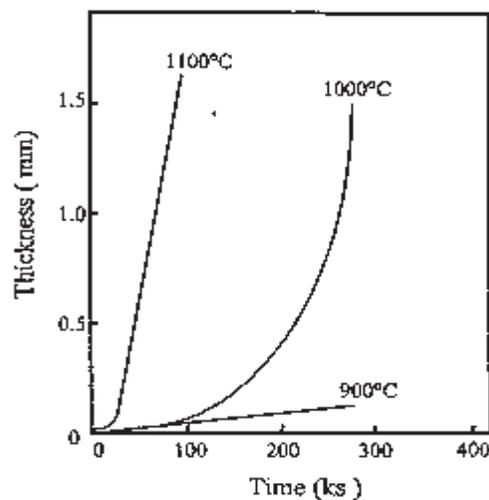


Figura 2.12 Cambios en el espesor de la interfase formada entre Fe y SiC como función del tiempo ⁽⁴⁴⁾.

2.13 PROBLEMAS EN LA UNIÓN METAL / CERÁMICO

La deformación plástica de los metales conlleva al incremento del área de contacto de las superficies y mediante los mecanismos de transferencia de masa y difusión se puede esperar lograr una unión efectiva, sin embargo la diferencia entre los valores de las propiedades como; módulo de elasticidad y el coeficiente de expansión térmica principalmente, así como la preparación de las superficies pueden conducirnos a una baja resistencia final de la unión.

La diferencia en los módulos de elasticidad entre los materiales es una forma común de representar la incompatibilidad mecánica del sistema, lo cual nos lleva a la formación de puntos concentradores de esfuerzos en la interfase formada entre los materiales.

El material con mayor módulo restringe la contracción lateral de aquel con menor módulo, generando esfuerzos de corte en la interfase y que pueden llevar a la desunión del componente ⁽⁴⁵⁾.

El desarrollo de esfuerzos residuales en la interfase, cuando el material es enfriado desde la temperatura de unión hasta la temperatura ambiente, es otro de los problemas debido a la diferencia en la estabilidad dimensional de los materiales, disminuyendo entonces, la resistencia de la unión y en algunos casos llegando a la falla del componente durante o después del proceso de unión ⁽⁴⁶⁾.

Debido a que el coeficiente de expansión térmica del cerámico es mas pequeño que el del metal, durante el enfriamiento, el cerámico estará sujeto a esfuerzos de tensión y agrietamiento en los bordes de la unión, por otro lado, los esfuerzos de tensión y compresión formados en la interfase actuarán sobre el metal al centro de la unión.

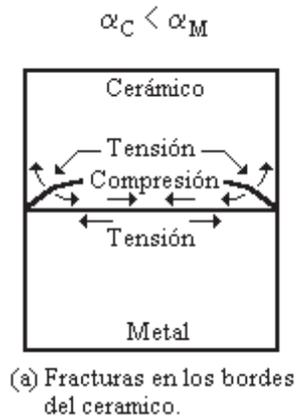


Figura 2.13 Esfuerzos residuales inducidos por la diferencia de coeficientes de expansión térmica entre el metal y el cerámico.

La magnitud de estos esfuerzos residuales depende de la forma y dimensión de la interfase. En muestras cilíndricas, la magnitud de los 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. La diferencia entre los coeficientes térmicos representa una incompatibilidad física del sistema y es un problema común en este tipo de uniones, los esfuerzos generados tienden a estar localizados en la interfase de unión reduciendo la capacidad de resistir cargas y llevando al componente a la fractura, sin embargo, estos esfuerzos se puede reducir mediante la inserción de capas compuestas de materiales dúctiles cuyo coeficiente térmico se encuentre dentro del rango compuesto por la diferencia entre los coeficientes de los materiales (metal – cerámico) a unir.

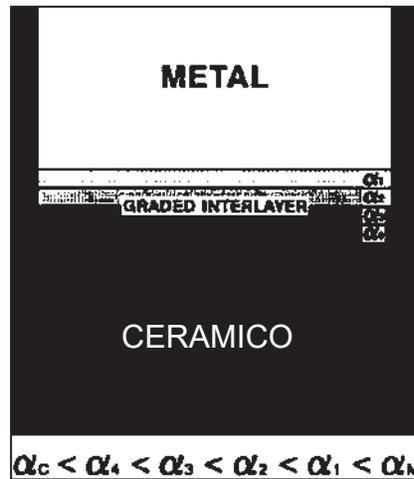


Figura 2.14 Uso de intercalas con diferentes coeficientes térmicos para aliviar los esfuerzos residuales inducidos térmicamente.

Los problemas relacionados a la preparación de los materiales y al proceso de unión incluyen; áreas o islas sin unir, porosidades, impurezas, bordes sin unir o fracturas superficiales del cerámico ⁽³⁴⁾.

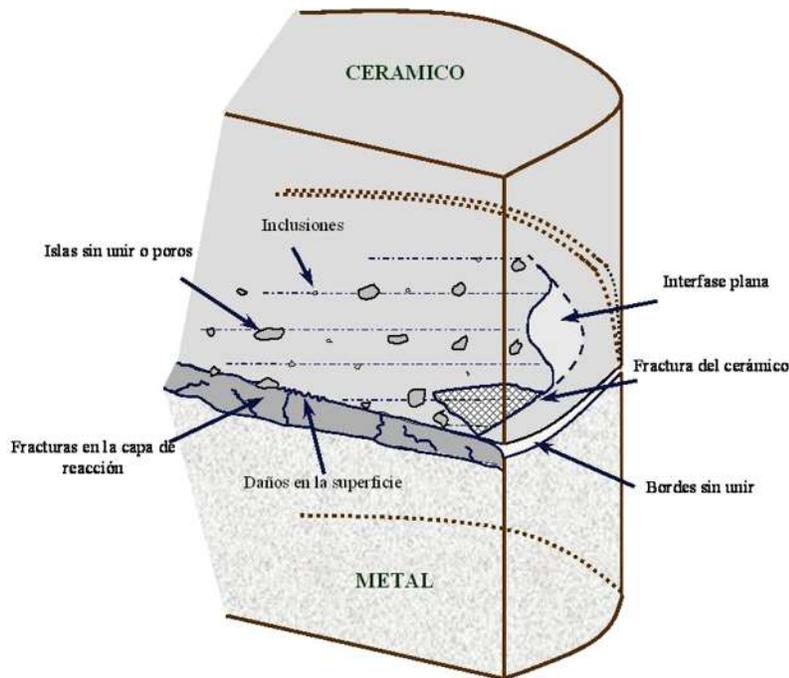


Figura 2.15. Problemas presentes por el proceso de preparación superficial.

2.14 EVALUACION MECANICA DE LA UNION

Un factor clave en la confiabilidad de una unión, es la resistencia mecánica de la misma resultado de la interfase formada. En las uniones como en cualquier otro material monolítico, existen diferentes propiedades, sin embargo, el comportamiento mecánico bajo esfuerzos o cargas es de las más importantes. 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 las condiciones requeridas.

La evaluación mecánica es un problema complejo, de ahí la necesidad de establecer un método alternativo para este tipo de uniones. Por lo anterior, existe una variedad de métodos que sirven para evaluar la resistencia, de los cuales los más comunes son las; pruebas de tensión, al corte y de flexión ^(47, 48).

Las pruebas de corte 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 de tensión. Aunque las pruebas al corte han sido utilizadas por varios investigadores, las pruebas de flexión a tres o cuatro puntos son más aceptadas debido a que ofrecen una mayor área de la unión y del componente final expuestos al efecto de la carga ⁽⁴⁹⁾.

La norma que establece los parámetros para evaluar la resistencia en uniones metal/metal no es de uso común debido a que emplea probetas con formas complejas para poder realizar los ensayos, requiriendo estas de una cuidadosa preparación (maquinado de la parte cerámica) y una estricta alineación de la carga aplicada ⁽⁵⁰⁾.

Aunque existe un estándar por la ASTM para realizar pruebas de flexión en materiales cerámicos avanzados a temperatura ambiente (C 1161 – 94) publicada en Febrero de 1995, esta no se utiliza para evaluar las uniones, sin embargo, los parámetros empleados por la anterior son comúnmente usados por una gran cantidad de investigadores.

La resistencia a la flexión esta definida por el momento de flexión máximo respecto al punto donde ocurre la fractura y comúnmente se le conoce como **módulo de ruptura (MOR)**. En este tipo de pruebas pueden usarse muestras de sección circular, cuadrada o rectangular. Los tamaños de las muestras varían, este tamaño puede tener una influencia insignificante sobre los resultados debido a la naturaleza estática de la fractura en un material frágil.

La distribución del esfuerzo máximo en muestras sometidas a la 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 los soportes que se encuentran en los extremos como se ilustra en la Figura 2.16, por lo tanto los defectos presentes en este volumen pueden ocasionar la fractura⁽⁵⁰⁾.

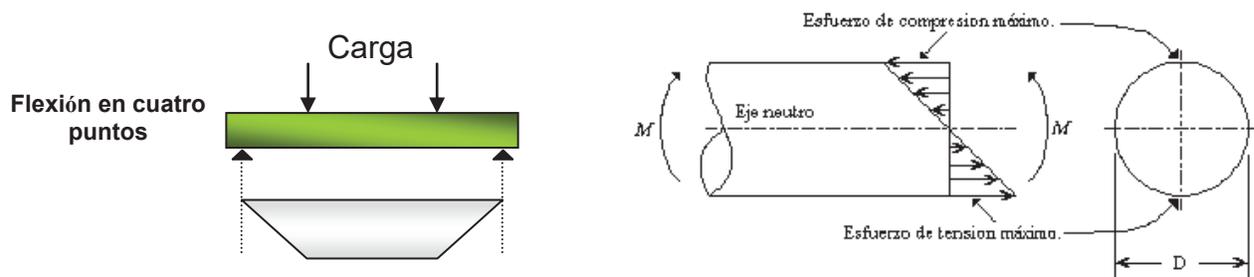


Figura 2.16 Diagramas del momento flexionante.

Los esfuerzos por flexión para una muestra de sección circular pueden ser calculados usando la formula ⁽⁵⁰⁾:

$$\text{MOR} = \sigma_{\text{máx}} = (16 * F * d) / \pi D^3 \quad (2.3)$$

Donde:

$\sigma_{\text{máx}}$ = Esfuerzo máx. de flexión o Módulo de Ruptura (MOR).

F = carga a la fractura.

d = Es la distancia entre el émbolo de carga interno y el soporte externo.

D = Diámetro de la muestra.

$\pi = 3.141592654$

De acuerdo a la Figura 2.17 en la cual se muestra la flexión en cuatro puntos para muestras circulares.

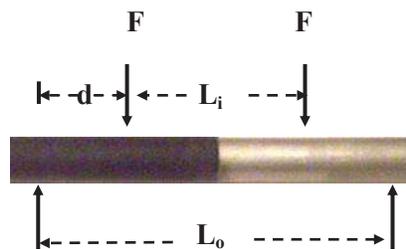


Figura 2.17 Flexión en cuatro puntos en muestras circulares.

2.15 ESTUDIOS REALIZADOS EN UNIONES SIMILARES

Estudios sobre las interacciones de estos materiales en otros sistemas utilizando esta técnica u otras han sido publicados durante los últimos años.

Por un lado, Peng He y colaboradores llevaron a cabo la unión de una aleación de titanio, TC4 (Ti-6Al-4V) con un acero inoxidable (18Cr – 10Ni) utilizando una intercapa de Ni por medio de la técnica de difusión en el estado sólido a una temperatura de 750 hasta 910°C por tiempos de 5 a 30 minutos, la utilización de Ni puro, además de reducir los esfuerzos residuales contenidos en la interfase de unión, actuó como una barrera para evitar la difusión del Ti dentro del cuerpo del acero, evitando así la formación de compuestos intermetálicos que debilitaran la resistencia mecánica de dicho ensamble y obteniendo entonces una unión de resistencia considerable. Es necesario decir que la fractura de dichos componentes se situó en la interfase formada entre el acero inoxidable y la intercapa de Ni. Para evaluar la resistencia de la unión se llevaron a cabo ensayos de corte sobre los ensambles obteniendo valores de hasta 145 MPa. Cabe mencionar que la utilización de tiempos tan cortos es debido al uso de una aleación base Ti, elemento altamente reactante, por lo que la difusión no requiere de grandes intervalos para llevarse a cabo ⁽⁵¹⁾.

J. Feng y L. Zhang, llevaron a cabo la realización de ensambles entre un material compuesto TiC-40Ni y acero al carbono (0.43% C) mediante el uso de la técnica de brazing utilizando como elemento de unión una aleación de Ag-Cu-Zn de tipo comercial a diferentes temperaturas por un tiempo de 15 minutos, donde los mejores resultados se obtuvieron a los 850°C utilizando un ensayo de corte, con valores de hasta 120.7 MPa ⁽⁵²⁾.

B. V. Cockeram, realizó uniones SiC a SiC utilizando una intercapa de Mo mediante la técnica de difusión en el estado sólido a una temperatura de 1500°C por un tiempo de 10 horas, obteniendo resultados de hasta 263 MPa utilizando un ensayo de

flexión por cuatro puntos ⁽⁵³⁾, así mismo, Won-Bae Lee y colaboradores, unieron el compuesto WC- Co (4, 8 y 13% en peso de Co) a un acero al carbono utilizando múltiples aleaciones de Cu y Ni como intercapas de unión a 1050°C mediante la técnica de brazing por diferentes intervalos de tiempos, observándose los mejores resultados a un tiempo de 27 minutos, con valores de hasta 310 MPa expuestos por un ensayo de corte ⁽⁵⁴⁾.

CAPÍTULO: 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

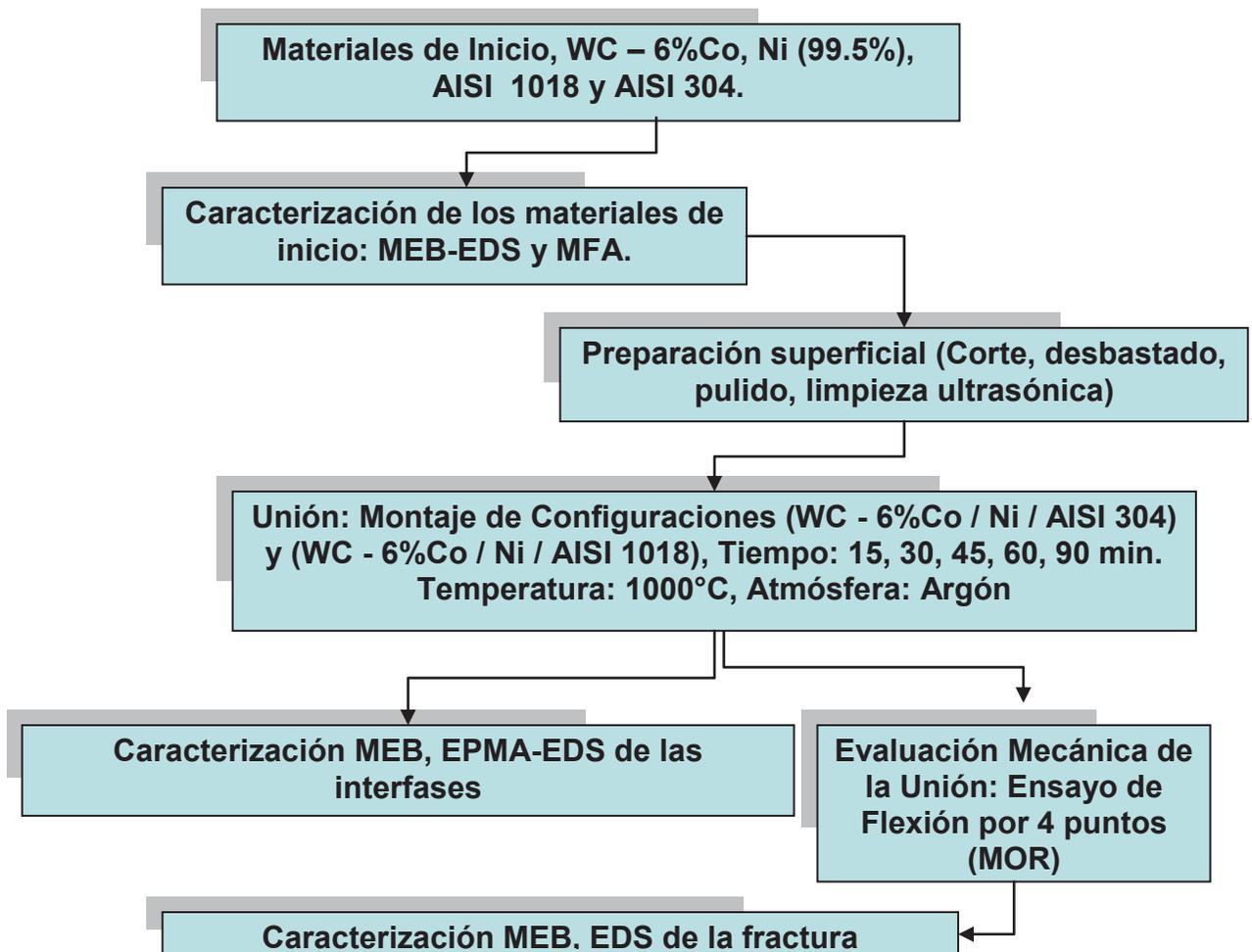


Figura 3.1 Procedimiento experimental.

En la figura 3.1 se presenta el procedimiento experimental seguido durante la realización del presente proyecto de investigación y a continuación se describe uno a uno los pasos de la metodología del diagrama anterior.

La descripción de los equipos utilizados, los materiales que se unieron, las técnicas de caracterización empleadas así como el método para evaluar la resistencia mecánica de las uniones, son descritos a continuación.

3.1 DESCRIPCIÓN DE LOS MATERIALES DE INICIO

Los materiales utilizados en el presente trabajo se muestran en la tabla 3.1, cabe mencionar que estos son obtenidos por procesos convencionales y su disponibilidad es de tipo comercial.

Tabla 3.1 Materiales de inicio.

Material	Forma	Longitud	Diámetro	Espesor	Proveedor
WC – 6%Co	Cilíndrica	25 mm	6.35 mm	-----	Goodfellow, England
Níquel (99.5%)	Lámina	100 x 100 mm	-----	0.77 mm	Alfa Aesar and Johnson Company, U.S.A.
AISI 1018	Cilíndrica	25 mm	6.35 mm	-----	La Paloma CIA de Metales, S.A. de C.V. México
AISI 304	Cilíndrica	25 mm	6.35 mm	-----	Ídem

Algunas de sus propiedades físicas y mecánicas de los materiales de inicio son mencionadas en la tabla 3.2, algunas propiedades químicas de los elementos involucrados se encuentran en la tabla 3.3, así como la composición química de los aceros, las cual se presenta en la tabla 3.4:

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

Propiedades	WC – 6%Co	Ni	AISI 304	AISI 1018
T_f (°C)	2600	1453	1427	1520
Coeficiente Expansión térmica ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	5.2	13.3	17.2	11.7
Módulo de Elasticidad (GPa)	627	204	193	207

Tabla 3.3 Propiedades químicas de los principales elementos que conforman a los materiales empleados.

Propiedades	Co	Ni	Fe (1018, 304)	Cr
Radio Atómico (Å)	1.25	1.24	1.26	1.25
Estructura cristalina	HCP	FCC	(BCC, FCC)	BCC
Valencia mas estable	+2, +3	+2, +3	+2, +3	+6, +3, +2
Electronegatividad de Pauling	1.8	1.8	1.8	1.6

Tabla 3.4. Composición química de los aceros.

Aceros	% Cr	% Ni	% C	% Mn	% Si	% S	% P
AISI 304	18.0-20.0	11.0	0.08	2.0	1.0	0.03	0.04
AISI 1018			0.18			0.05	0.04

3.2 PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

El establecer un contacto íntimo entre las superficies de los materiales a unir, es uno de los principios fundamentales para lograr la unión exitosa de un componente en la técnica de difusión en estado sólido; por lo que es necesaria preparación superficial de éstos antes de su interacción; retirando los residuos contaminantes presentes durante la manufactura del material, su almacenamiento y/o manejo que pudieran quedar atrapados entre las irregularidades superficiales de los mismos. Cabe mencionar que son dos tipos diferentes de muestras a preparar, las primeras para la caracterización de la interfase de unión y las segundas para llevar a cabo la evaluación mecánica del ensamble.

Para las muestras de caracterización se cortaron discos (rebanadas) de 3 a 4 mm de espesor con 6.35 mm de diámetro a partir de los materiales de inicio (barras cilíndricas de 25 mm de largo tanto del WC – 6%Co como de ambos aceros), utilizando una cortadora de precisión con disco de diamante Isomet Buehler de baja velocidad con un fluido de corte Buehler Isocut fluid, mostrada en la Figura 3.2.



Figura 3.2. Cortadora de precisión con disco de diamante.

Por otro lado se cortaron láminas circulares pequeñas de 6.35 mm de diámetro por 0.77 mm de espesor a partir de la lámina de Ni puro mediante el uso de un troquel de acero. Todas estas muestras se desbastaron de forma manual, primero utilizando un disco abrasivo con grano de diamante de 45 μm y posteriormente con papel de lija con grano de carburo de silicio del número 600, 1000 y 1200 respectivamente, hasta lograr una superficie libre de rayas profundas y tratando de reducir al máximo las irregularidades presentes en los materiales después del corte y que podrían obstaculizar el contacto entre las muestras a unir.

Una vez desbastadas las superficies de las muestras, se realizó un pulido convencional con paño de Nylon mediante el uso de soluciones a base de agua desionizada y polvos de alúmina de 0.3 μm y 0.05 μm hasta lograr un acabado espejo, a excepción del cermet, utilizando una pulidora ECOMET 3 Buehler mostrada en la Figura 3.3 a una velocidad de 300 r.p.m por tiempos que variaban desde los 3 min. (Para el níquel y WC - 6%Co) hasta los 10 min., (en ambos aceros), para cada una de las soluciones de pulido respectivamente.

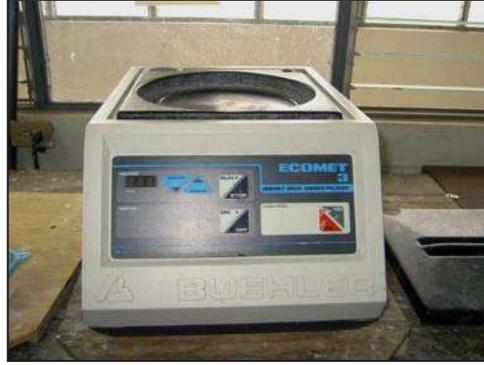


Figura 3.3. Pulidora ECOMET 3 BUEHLER.

Después de pulidas, las muestras se limpiaron utilizando alcohol isopropílico en una tina de ultrasonido BRANSON 2510 por un tiempo de 5 minutos, ver Figura 3.4, para eliminar los restos de las partículas de alúmina o polvo que pudieran quedar atrapadas dentro de las irregularidades superficiales.

Es importante mencionar que no existe un método bien definido para la preparación superficial de los materiales a unir, sin embargo, el procedimiento aquí seguido, se basa en la experiencia del grupo de trabajo, tratando de seguir el mismo procedimiento para todos los materiales.



Figura 3.4. Ultrasonido BRANSON.

Todas estas muestras se secaron utilizando una pistola de aire y una secadora con el fin de eliminar humedad y residuos de alcohol de la superficie. Una vez secadas, las muestras se acomodaron en arreglos de tipo sándwich y se montaron en dados de grafito recubiertos por nitruro de boro (BN), el cual actúa como prensa que mantiene siempre en contacto y alineados los arreglos de materiales.

La Figura 3.5 presenta un esquema del montaje de las muestras tipo sándwich en el dado de grafito.

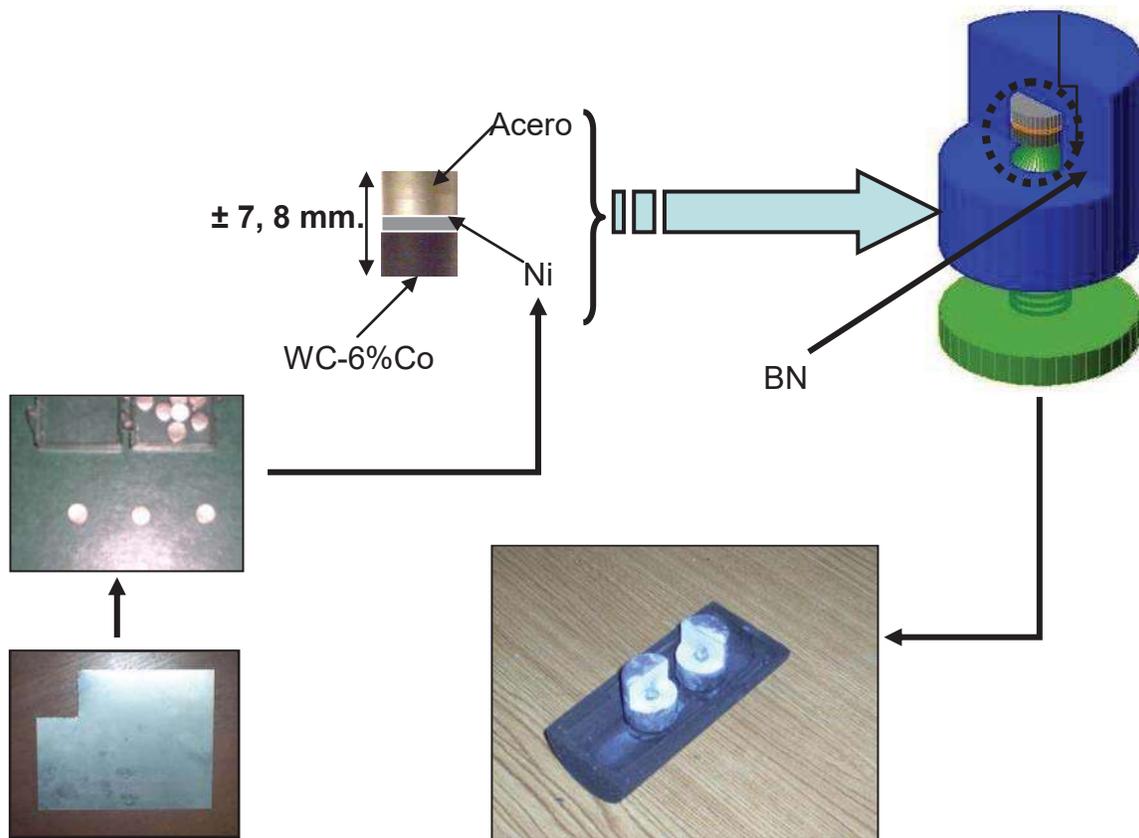


Figura 3.5. Porta muestra de grafito donde se puede observar el arreglo tipo sándwich de las muestras a unir.

El fin de utilizar un recubrimiento de BN puro (99.5%) es para evitar el efecto negativo sobre las muestras de las posibles reacciones dentro del horno entre la atmósfera con baja presión parcial de oxígeno y el dado de grafito, cuyos productos de reacción podrían contaminar la composición de la interfase de unión formada.

Esté cerámico es muy estable a altas temperaturas y se encuentra en todas las paredes próximas del dado que envuelven al componente. El arreglo consistió en un disco de acero (AISI 304 o 1018), una laminilla de Ni puro y un disco del WC - 6%Co, de forma tal que estuvieran en contacto solamente las superficies pulidas (el níquel se pulió por ambos lados), quedando configuraciones de alrededor de 7 a 8 mm de longitud.

Para llevar a cabo la caracterización de las interfases de unión, estos componentes, una vez unidos, se montaron en poliéster (resina) con el fin de tener un manejo más fácil y cómodo, así como para evitar algún tipo de alteración de la interfase o golpe en el material. Una vez montadas, se realiza un corte transversal del componente (Figura 3.6) utilizando la cortadora de precisión con disco de diamante mostrada anteriormente.

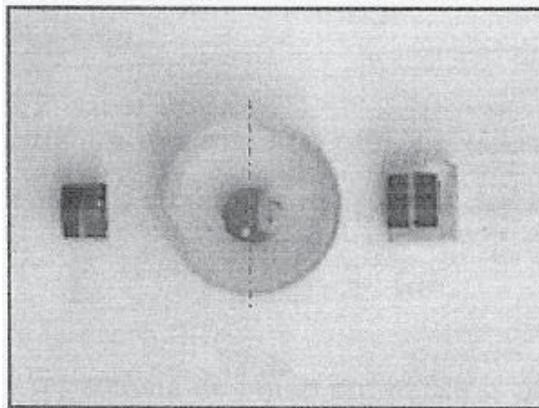


Figura 3.6. Muestras montadas en resina.

3.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA LA EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO

Para las muestras que se utilizaron en los ensayos mecánicos, se llevó a cabo el mismo procedimiento de tratado superficial (corte, desbaste, pulido y limpieza) que en las muestras unidas para la caracterización de la unión, solamente que aquí, los especímenes miden 25 mm de largo y 6.35 mm de diámetro y también se utiliza una laminilla de níquel con 0.77 mm de espesor entre el WC-6% Co y el acero, configurándose los mismos arreglos de componentes que para las anteriores muestras (cerámico/níquel/acero).

Los componentes se montaron en dados de grafito puro recubiertos por nitruro de boro (BN), cuyo diseño es mostrado en la Figura 3.7.

En esta etapa se requiere de cierta habilidad para el montaje de las muestras, así como para la preparación de las mismas, con el fin de lograr superficies paralelas, uniformes y libres de contaminantes produciendo entonces configuraciones perfectamente alineadas con el eje de unión que nos permitan obtener valores de resistencia mas confiables y reproducibles.

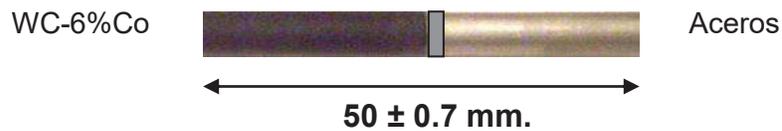
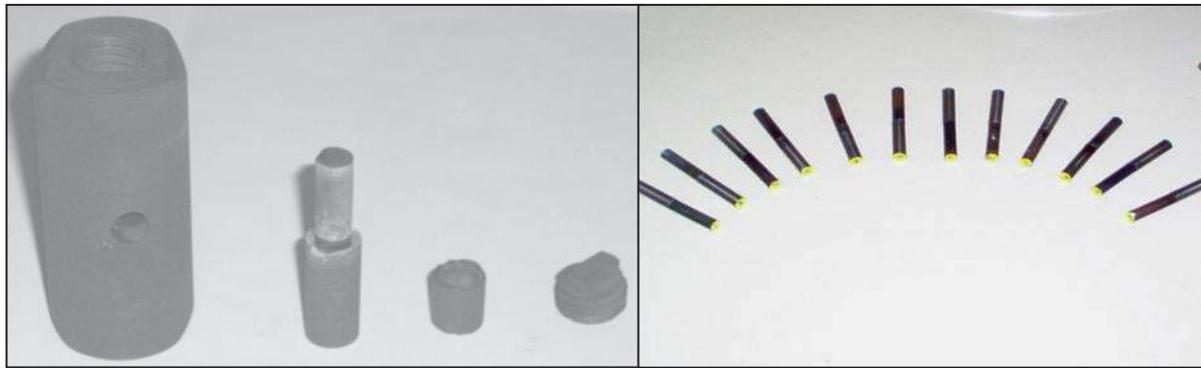


Figura 3.7. Porta muestra de grafito y muestras unidas para ser evaluadas por flexión.

3.4 PROCESO DE UNIÓN Y EQUIPO EXPERIMENTAL

El equipo utilizado para llevar a cabo los experimentos de unión por difusión en fase sólida consiste en un horno, cuya cámara tiene la forma de un tubo, cerrado en uno de sus extremos, el cual se calienta por medio de resistencias utilizando una atmósfera controlada (argón) que circula continuamente a través de la tapa de acero en la parte frontal del tubo, por orificios de 1 cm. de diámetro y con conexiones de cobre que se encuentran dentro del perímetro de la anterior.

La cámara del horno esta compuesta por un cerámico refractario a base de mullita ($\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$) de 80 cm. de largo por 12 cm. de diámetro y cerrado en un extremo, por el otro, se encuentra la entrada y salida de muestras y gas. El equipo se encuentra enfriado en su parte externa por un serpentín de cobre por el cual circula agua

enfriando continuamente la tapa de acero que cierra herméticamente la cámara del horno.

La Figura 3.8 muestra una foto del horno utilizado y la Figura 3.9 presenta un esquema del mismo donde se pueden apreciar sus diferentes componentes. Dentro del horno se cargan los dados de grafito que contienen a las respectivas muestras, y se realiza un calentamiento controlado de los materiales, siguiendo el perfil de calentamiento mostrado en la Figura 3.10.



Figura 3.8. Horno empleado en los experimentos de unión.

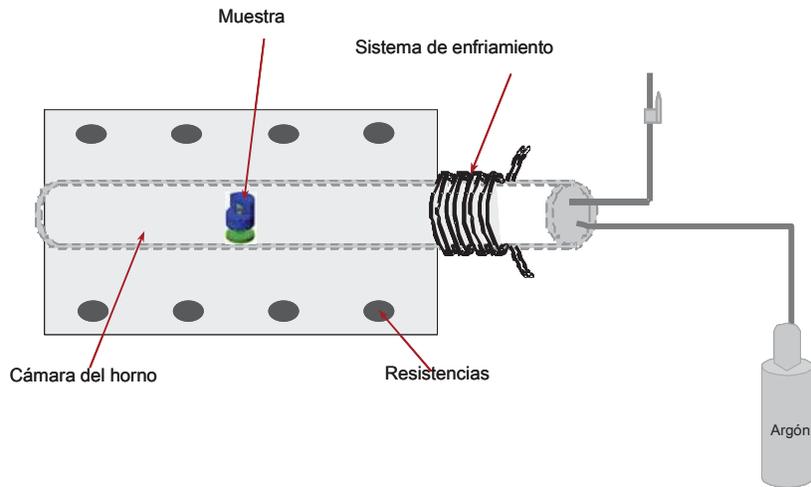


Figura 3.9. Esquema descriptivo del horno.

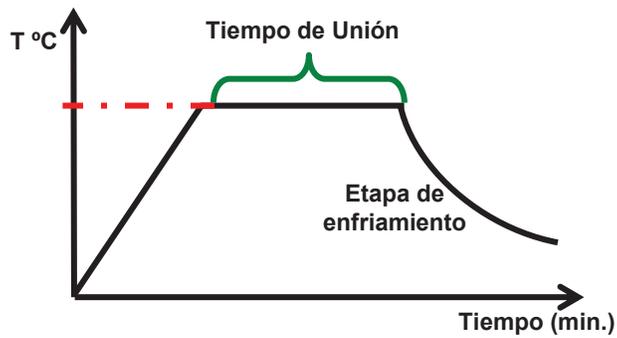


Figura 3.10. Ciclo de calentamiento de los experimentos de unión.

Fue necesario llevar a cabo una calibración del horno previa a los experimentos de unión utilizando un termopar tipo K para verificar la temperatura interna del horno y su correlación con los valores marcados en el tablero de instrumentos para obtener así la rampa de calentamiento real del equipo. Estos intervalos de tiempo y temperatura varían de acuerdo a la composición del tubo que funciona como cámara del horno.

El calentamiento de la cámara para todas las muestras de unión se hizo por intervalos de la siguiente manera: se parte de la temperatura ambiente y se llega hasta la temperatura de trabajo (1000°C), utilizando una rampa tipo R (esquema de la figura 3.10) con una tasa de calentamiento de 10°C por minuto, se mantiene entonces la temperatura constante durante la permanencia a los diferentes tiempos de trabajo (15, 30, 45, 60 y 90), dejando que las muestras alcancen la temperatura ambiente de nuevo dentro del equipo.

3.5 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES UNIDOS

Una vez montadas y cortadas transversalmente, las muestras se pulen utilizando una pasta de diamante con tamaño de partículas de 1 µm.

Las muestras unidas y fracturadas, así como los materiales de inicio se caracterizaron por medio de diferentes técnicas, como son: Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), la cual se encuentra equipada con una microsonda EPMA-EDS para realizar los análisis químicos semicuantitativos y cualitativos del material y de las interfases formadas así como el mapeo de los elementos que interactúan en ellas. También se hizo uso de la Microscopía de Fuerzas Atómicas (MFA).

La caracterización por MEB se realizó en un equipo marca JEOL Scanning Microscope modelo JSM – 6400 del Instituto de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional Autónoma de México, el cual trabaja a 25 KeV. Se realizaron análisis químicos lineales y por área de las zonas de interacción.

La caracterización por microscopía de fuerzas atómicas nos proporciona información acerca de la textura de la superficie de los materiales (conductores y no conductores), información topográfica superficial a nivel atómico indicando las

irregularidades superficiales contenidas en un área determinada (rugosidad promedio) así como, imágenes en tiempo real de la muestra.

El equipo utilizado es un microscopio JEOL modelo JSPM-4210 que pertenece al Instituto de Materiales de la UNAM y que utiliza una punta de Silicio (NSC12) con una frecuencia de resonancia de 150 KHz y una constante de fuerza de 4.5 N/m así como un radio de curvatura de 10 nm.

Su principio se basa en la sensibilidad de la fuerza aplicada entre una punta que esta suspendida y la morfología superficial de la muestra, estas deflexiones son detectadas y registradas como una señal, para después ser convertidas a una imagen ⁽⁵⁵⁾.

La Figura 3.11 muestra un esquema del funcionamiento del microscopio de fuerzas atómicas.

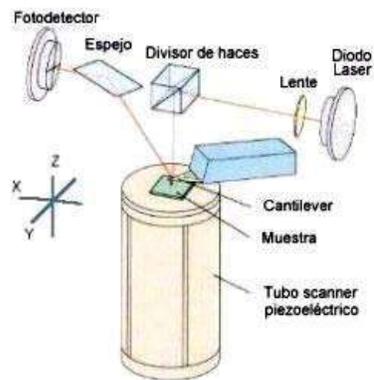


Figura 3.11. Esquema generalizado del Microscopio de Fuerza Atómica ⁽⁵⁵⁾.

3.6 EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA DE UNIÓN

Se llevaron a cabo ensayos mecánicos a través de la prueba de flexión por cuatro puntos para las configuraciones obtenidas de 50 ± 0.7 mm a las diferentes combinaciones de tiempo y temperatura. El equipo utilizado fue una máquina INSTRON Dynamic Testing System TINIUS OLSEN con una celda de carga máxima de 25 kN de la universidad de McGill en Québec, Canadá. La velocidad de aplicación de la carga en forma vertical (control de la deformación) fue de 0.5 mm/min., hasta lograr la falla.

Para cada una de las condiciones de tiempo y temperatura se hicieron 3 muestras con el fin de observar la reproducibilidad de los resultados y poder obtener un rango de confiabilidad positivo. En la Figura 3.12 se muestra un esquema del arreglo de la muestra durante la evaluación mecánica, así como los parámetros relacionados con la posición de los soportes y los puntos de aplicación de la carga. Los resultados son guardados y graficados en una base de datos.

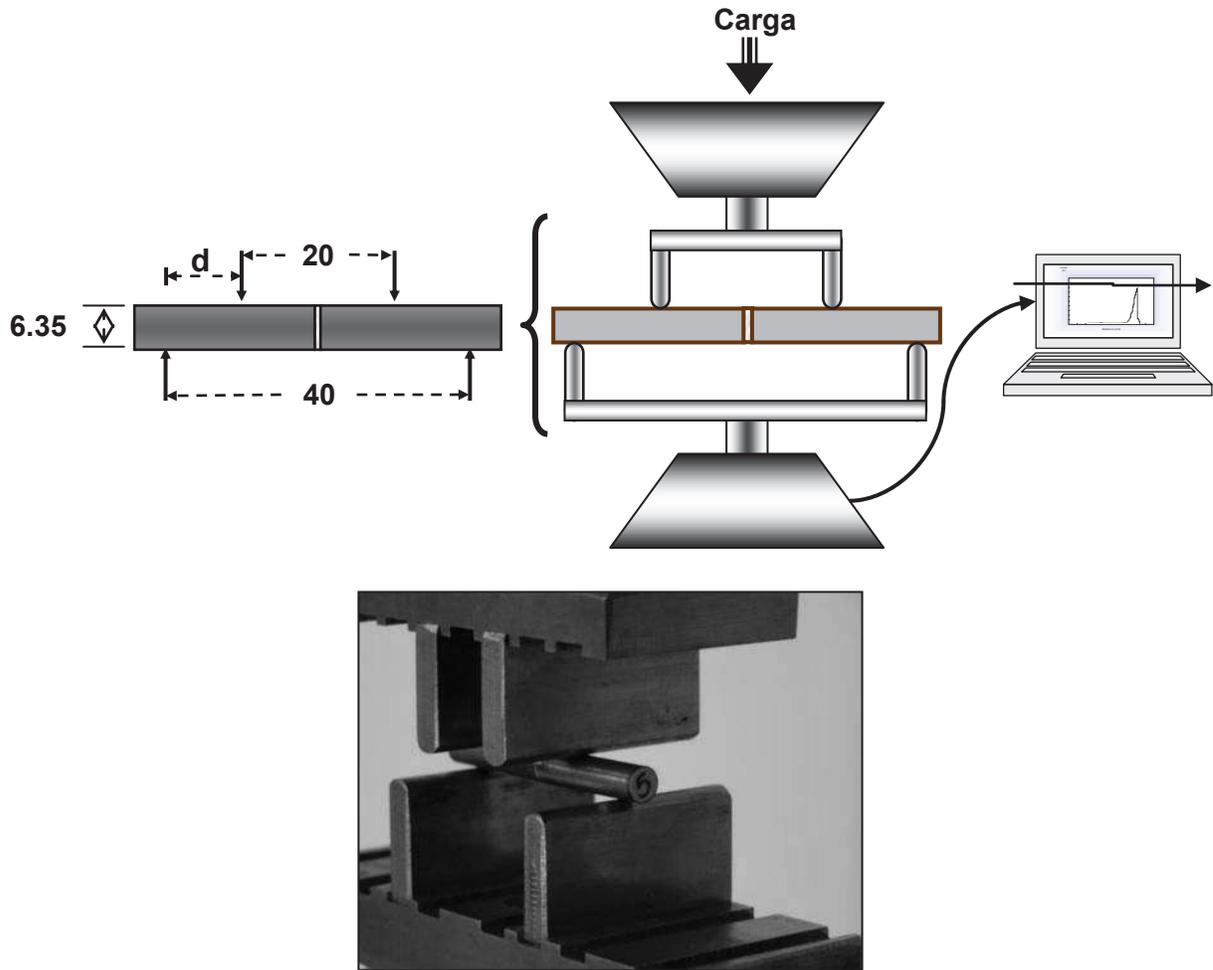


Figura 3.12. Esquema y vista del porta muestras utilizado para el ensayo de flexión por 4 puntos.

3.7 CARACTERIZACION DE LA FRACTURA

Se llevó a cabo la caracterización de las nuevas superficies formadas en ambas partes de las muestras fracturadas mediante MEB-EDS. Las muestras no se pulieron ni se trataron superficialmente con el fin de evitar la modificación de la morfología en la zona de falla.



Figura 3.13. Esquema de una de las muestras fracturadas.

CAPÍTULO: 4

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A continuación se presenta un análisis de los resultados obtenidos, se inicia con una caracterización de los materiales utilizados; aceros, níquel y el WC - 6%Co, así como un estudio de su morfología. Se presentan los resultados de la unión producida por la técnica de difusión en estado sólida bajo las diferentes combinaciones de los parámetros utilizados, siguiendo con la caracterización interfacial de las interfases formadas en los sistemas WC-Co/Ni/SS y WC-Co/Ni/CS, al mismo tiempo que se conjugan los resultados con un análisis termodinámico de las interacciones entre los elementos que componen el ensamble de acuerdo a los diagramas de fases en equilibrio con el fin de confirmar el comportamiento mostrado por los resultados dentro de la interfase de unión a la temperatura de trabajo. Se sigue con los resultados de la evaluación mecánica de la unión empleando el ensayo de flexión en cuatro puntos y la caracterización de la falla presentada por los componentes.

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES DE INICIO

La técnica de unión por difusión en fase sólida requiere una preparación superficial exhaustiva de los materiales, el lograr una superficie relativamente plana es muy difícil, sin embargo, para lograr un contacto perfecto entre los materiales, es necesario conocer la rugosidad promedio remanente en su superficie y así evaluar el proceso de preparación superficial que los materiales sufrieron y tomar en cuenta su efecto sobre las propiedades de la unión.

4.1.1 Caracterización de los aceros

Con el motivo de conocer la estructura granular de los aceros, estos fueron atacados y observados por medio de microscopía óptica, para el acero inoxidable AISI 304 se uso una solución de glicerina, ácido nítrico y ácido fluorhídrico por un tiempo de 30 a 60 segundos con el fin de revelar su microestructura y afirmar que se encuentra constituida por Fe gamma (austenita, hierro FCC). La figura 4.1 presenta la microestructura para el acero AISI 304.

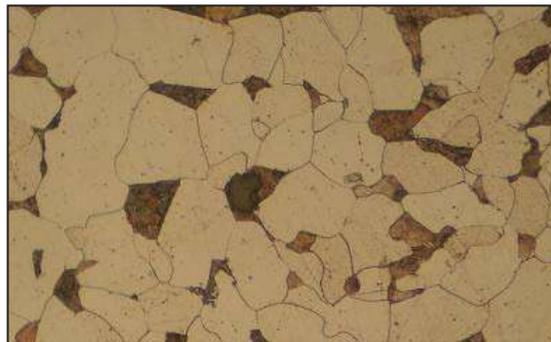


Figura 4.1 Micrografía del acero AISI 304 sometida al ataque químico a 1500X.

Por otro lado, la figura 4.2(a) presenta una imagen de la superficie del acero con acabado espejo, donde se realizó un análisis tridimensional empleando microscopía de fuerza atómica, observando el barrido obtenido en la figura 4.2 (b) así como su rugosidad promedio (c):

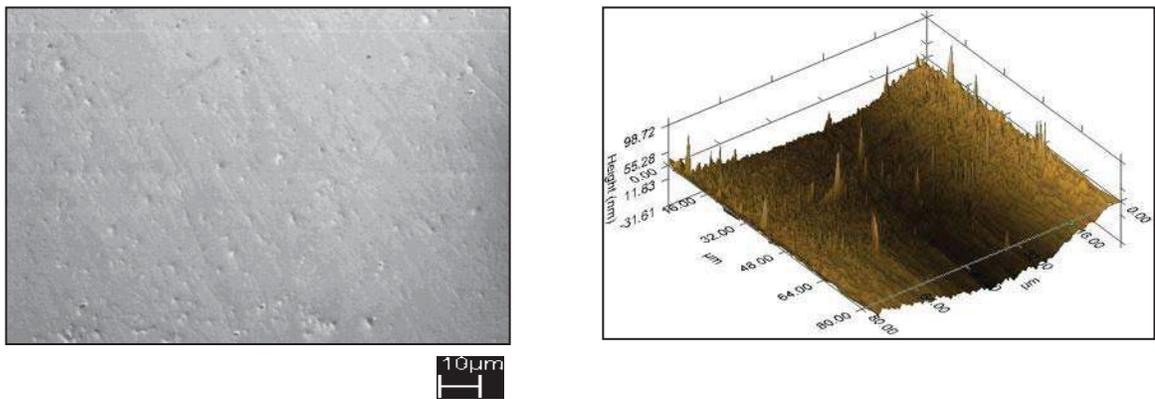


Figura 4.2 (a) Superficie del acero AISI 304

Figura 4.2 (b) Imagen por MFA del acero AISI 304

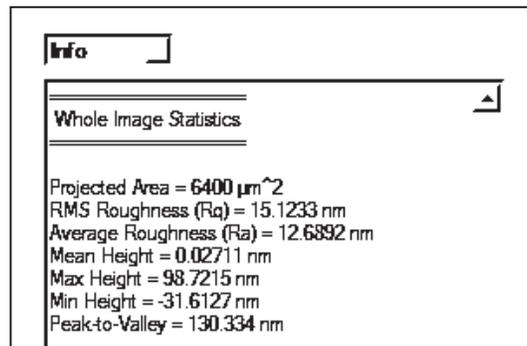


Figura 4.2 (c) Rugosidad promedio del AISI 304

Por otra parte para la identificación de la estructura granular del acero AISI 1018, se le ataco con Nital por 15 segundos, con el fin de oscurecer la perlita y dar diferentes contrastes entre las colonias de Fe alpha (Hierro, BCC).



Figura 4.3 Micrografía del acero AISI 1018 sometida al ataque químico a 500X.

La Figura 4.4 presenta los resultados del análisis de la topografía del AISI 1018 por microscopía de fuerza atómica, donde se presenta una rugosidad similar comparada con los resultados encontrados en el caso del acero inoxidable AISI 304.

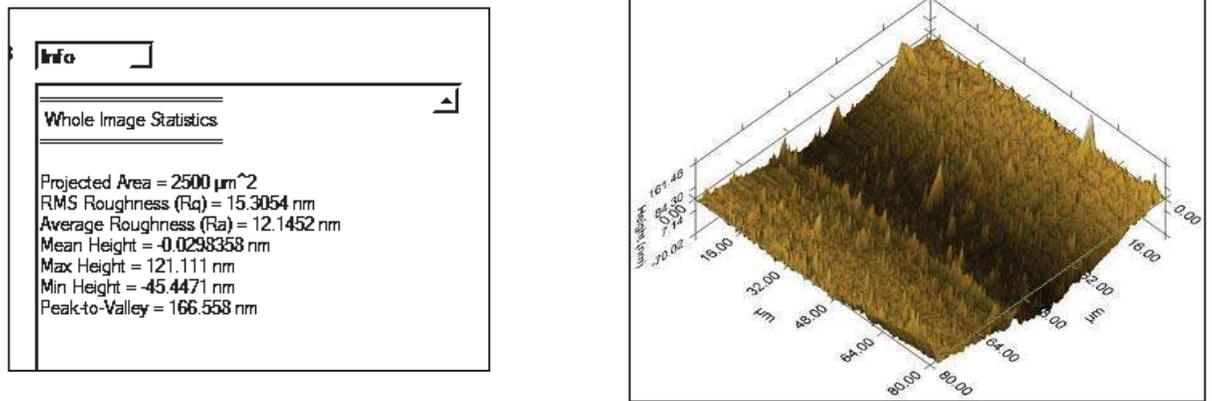


Figura 4.4 Imágenes por MFA del acero AISI 1018

4.1.2 Caracterización del Níquel

Para revelar la microestructura del níquel, el material es pulido en su superficie y posteriormente atacado por una solución de persulfato de amonio durante unos segundos. La figura 4.5 presenta la microestructura típica del material comercial.

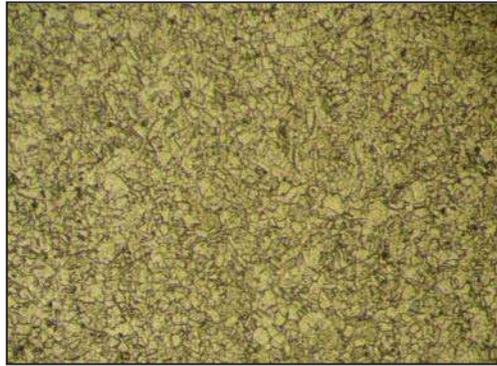


Figura 4.5 Micrografía del níquel sometida al ataque químico a 500X.

El material adquirido marca una pureza grado comercial del 99.5% peso, el resto se encuentra conformado de impurezas contenidas en trazas de elementos como; Mn, Fe, Bi, C, Cr, Ti, Cu, Mg y S, los cuales se encuentran presentes en el material en proporciones de partes por millón, sin embargo debido a su bajo porcentaje se espera un efecto imperceptible en la formación de las interfases así como en el desempeño mecánico de las mismas.

Se realizó un análisis químico semicuantitativo (SEM-EDS) sobre el material (Fig. 4.6), donde debido a los bajos contenidos de las impurezas estas no se percibieron fácilmente en la composición del mismo.

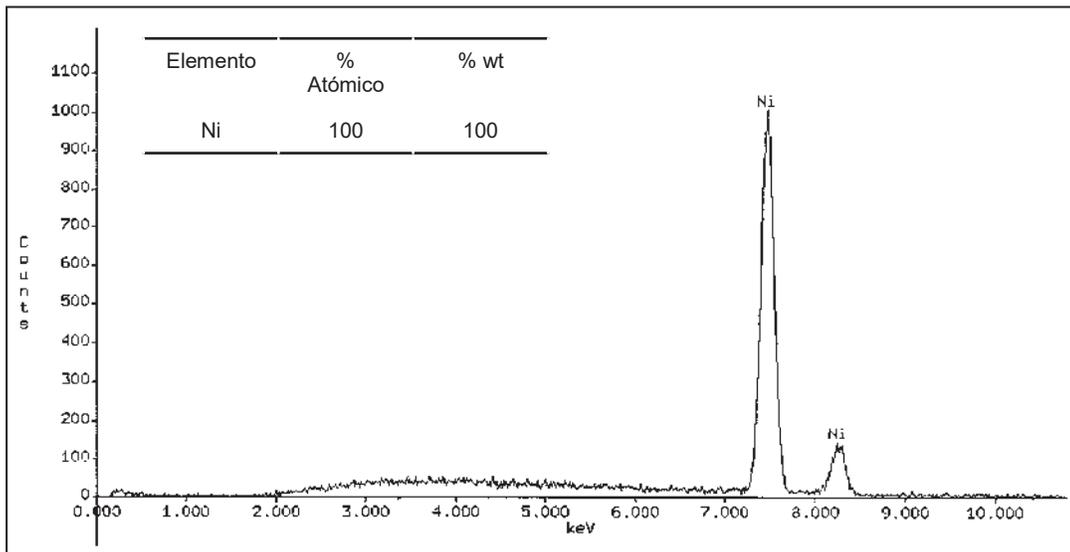
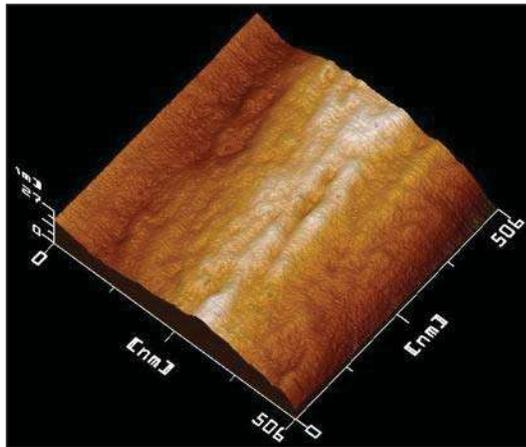


Figura 4.6 Análisis puntual (EPMA) de una muestra de níquel empleando SEM.

En las superficies de las muestras pulidas se llevó a cabo la observación de la morfología superficial por medio de microscopía de fuerza atómica (MFA). La figura 4.7 presenta los resultados obtenidos por MFA, donde podemos mencionar que el material presenta hendiduras o un tipo de rayas sobre el mismo, debido a la preparación superficial, sin embargo, se logra una morfología relativamente libre de hendiduras profundas.



Figuras 4.7 Imagen de MFA de la superficie pulida de níquel.

4.1.3 Caracterización del WC – 6%Co

El material compuesto utilizado en el presente trabajo, se compone de un material de refuerzo en forma de partículas irregulares comprendido por el cerámico WC en conjunción con un material metálico que actúa como fase continua empleada para lograr el aglutinamiento de las partículas cerámicas y que está compuesto por cobalto, denominado cermet.

La figura 4.8 presenta una muestra fracturada donde podemos observar la morfología de las partículas de WC.

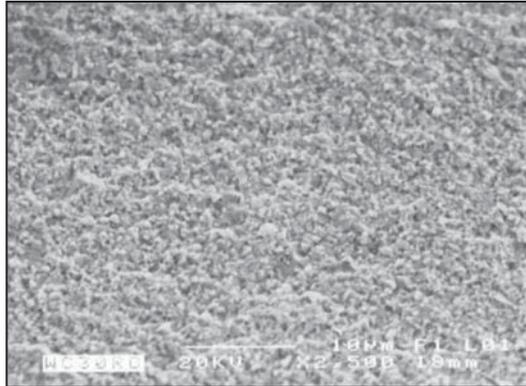


Figura 4.8 Micrografía de muestra fracturada del WC

El tamaño de las partículas de refuerzo, su distribución y características así como su enlace con la fase continua son factores importantes que influyen directamente sobre las propiedades mecánicas del material.

Debido a la estabilidad química y termodinámica del WC se espera que la interacción del mismo con el elemento utilizado como intercapa de unión sea a través del material que lo aglutina, cobalto, y por tanto, las características y propiedades de la interfase de unión formada por ambos (Ni – Co) dependerá exclusivamente de las interacciones correspondientes del sistema en equilibrio.

Se llevo a cabo un análisis usando EDS en el microscopio electrónico de barrido, donde se corroboró la composición del material cermet, y también se reconoció que no se encontró la presencia de algún otro tipo de compuesto formado a partir de la interacción entre el WC y el Co.

La figura 4.9 presenta los resultados del análisis semicuantitativo, observando un contenido alrededor del 6% de cobalto en el cermet WC-Co.

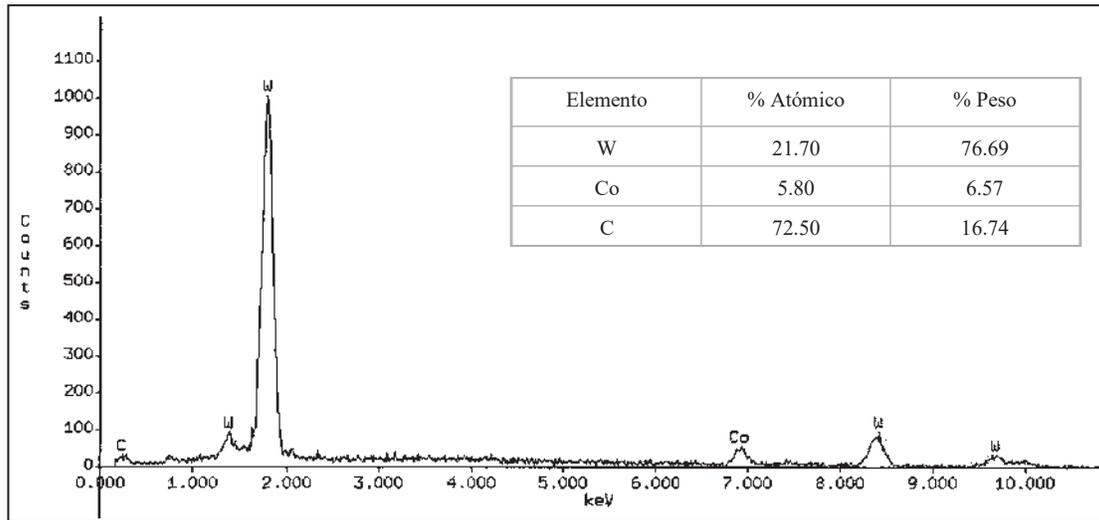
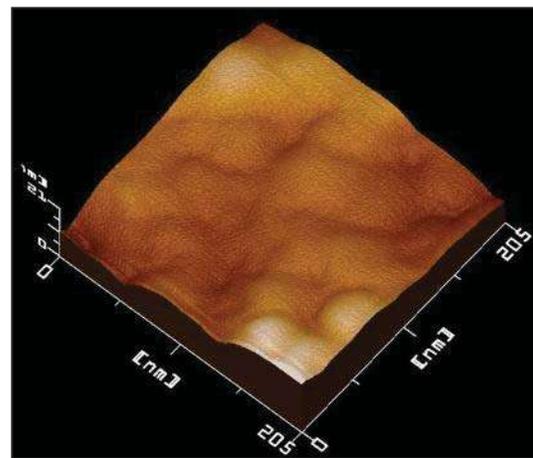
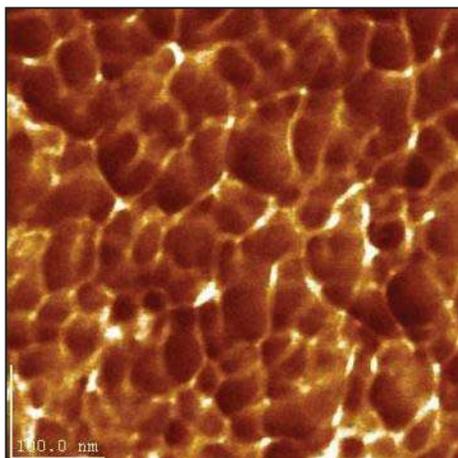


Figura 4.9 Análisis puntual (EPMA) del WC-6%Co usando SEM

Por medio de la MFA podemos observar que la rugosidad del material oscila en un promedio de 20 a 40 nm, teniendo un desprendimiento de material, en este caso partículas cerámicas, en algunas áreas producto del proceso de preparación de la superficie provocándose entonces pequeñas cavidades del orden de algunos nanometros, por lo que suponemos que durante el proceso de difusión de los componentes, aunado al efecto térmico sobre los materiales y su deformación plástica, estas cavidades serán eliminadas casi en su totalidad. En la figura 4.10 podemos ver las imágenes obtenidas por MFA donde es claro el tamaño promedio de las partículas del WC y la presencia de la fase continua que las envuelve.



Figuras 4.10 Imágenes de MFA de la superficie del WC-6%Co.

4.2 RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LA UNIÓN EN AMBOS SISTEMAS

Una vez realizada la caracterización de nuestros materiales y conociendo de una manera general la morfología y rugosidad de la superficie de contacto en las mismos, se procedió a realizar los experimentos de unión a diferentes condiciones bajo una atmósfera inerte de Argón, se utilizó una temperatura de 1000°C durante diferentes tiempos de unión, cabe mencionar el uso de ensambles en dos sistemas; WC - 6%Co / Ni / AISI 304 y WC - 6%Co / Ni / AISI 1018 con fines de comparación en los resultados.

La temperatura se escogió a pesar que el acero inoxidable AISI 304 presenta una precipitación de carburos dentro de sus granos a temperaturas entre los 427 y los 871°C afectando las características de los mismos y por consiguiente las propiedades de la unión.

Los tiempos comprendidos por esta técnica varían desde los 15 minutos hasta periodos prolongados de 90 minutos, ya que la calidad de la unión depende de la interdifusión de los elementos que componen a los materiales, la difusión es un proceso dependiente del tiempo y la temperatura, sin embargo, se trata de encontrar el periodo de unión óptimo donde los valores de resistencia sean los mas elevados o los que representen mejor la media del rango de valores encontrados, ya que si se toman tiempos demasiado prolongados se afectaría no solo el costo del proceso sino también el crecimiento de la interfase de unión lo cual afecta directamente sobre la resistencia de la misma ya que un espesor excesivo fragilizara al material unido, otorgando un efecto negativo sobre sus propiedades mecánicas, debido a que hay una mayor probabilidad de formar compuestos intermetálicos de carácter frágil,

además de crear puntos de imperfección como pueden ser grietas, poros o centros de acumulación de esfuerzos residuales de origen térmico.

Los tiempos utilizados son: 15, 30, 45, 60 y 90 minutos para ambos sistemas, recordemos que el estudio no solamente se refiere al comportamiento de la interfase de unión entre el metal utilizado como intercapa de unión y el cermet, sino también sobre las propiedades y características de la interfase formada por el sustrato comprendido por el acero y la intercapa, por lo que para cada muestra se tiene el estudio de dos interfases.

No es factible realizar un diseño experimental como tal, debido a la poca información disponible en relación al proceso de unión de éstos materiales y del efecto de las variables de unión para cada uno de los sistemas. Sin embargo se utiliza la información disponible en la literatura para obtener puntos de referencia, y así no solo realizar ensayos de prueba y error sino acortar la etapa de experimentación y adentrarnos en un conocimiento mas profundo sobre puntos de interés especial.

El presente trabajo parte de trabajos anteriores del grupo de unión de materiales del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, cuyos resultados nos ha facilitado la elección de los parámetros de unión antes mencionados sin afectar la originalidad del presente.

Se llevaron a cabo pruebas de unión para ambos sistemas en las diferentes condiciones de tiempo y temperatura, en la tabla 4.1 se presenta un resumen de los resultados obtenidos para las diferentes condiciones utilizadas.

Tabla 4.1 Resultados experimentales de los ensambles de unión

Temperatura (°C)	Tiempo (min.)	Cermet / Ni / AISI 304	Cermet / Ni / AISI 1018
1000	15, 30, 45, 60,90	✓	✓

Atmósfera: Argón

Unidas (✓) No unidas (x)

Como puede observarse, los resultados fueron satisfactorios para todos los tiempos.

4.3 ANÁLISIS TERMODINÁMICO

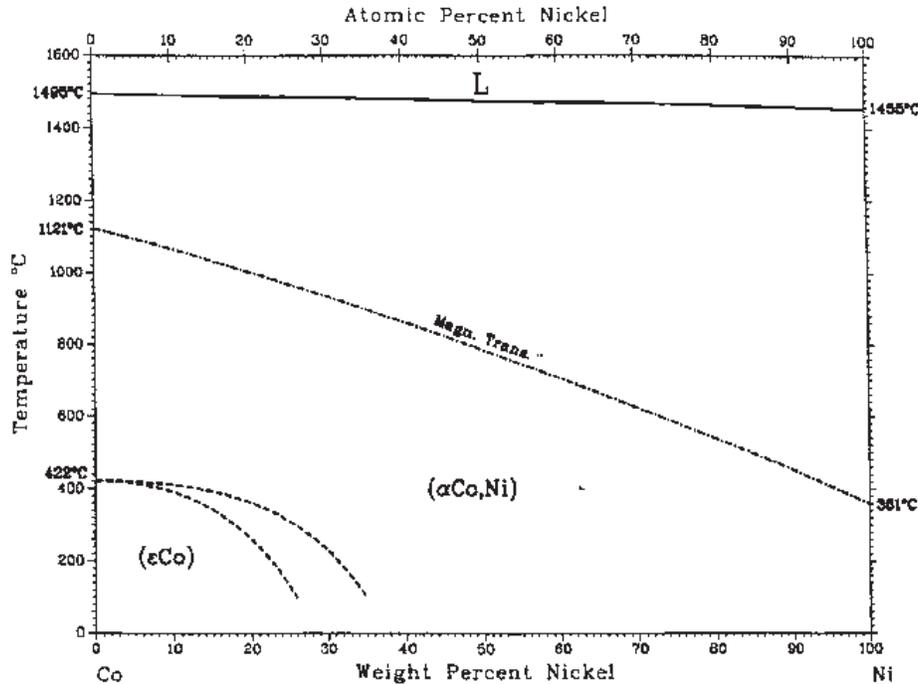


Figura 4.11 Diagrama de fase Co-Ni ⁽⁵⁶⁾.

La unión entonces está compuesta por dos interfases; la primera entre el cermet y la intercapa y la segunda entre el Ni y el acero de la unión, inoxidable o al carbono. De esta manera en el análisis sobre el sistema Ni – Co ⁽⁵⁶⁾ figura 4.11, se puede notar que a la temperatura de trabajo (1000° C) así como a temperatura ambiente se tiene la formación de una solución sólida de carácter sustitucional, (de acuerdo también a las reglas de Hume Rotthery para la formación de compuestos), de αCo y Ni (ambos en su estructura FCC, ya que el cobalto sufre una transformación de Hex a FCC), para todo el rango de composiciones.

Sin embargo, se observa un cambio en la temperatura de Curie (transformación magnética) afectando directamente este comportamiento pero no, el desempeño mecánico de la aleación formada.

En el caso de la interfase de unión entre el Ni y el acero es importante establecer que la identificación de posibles fases que pudieran estar presentes en ella, no es tarea fácil, principalmente para el AISI 304, debido a la gran cantidad de elementos presentes en él, y donde es posible que los anteriores actúen simultáneamente con el Níquel durante el proceso.

En relación a lo anterior, consideraremos solamente algunos de los elementos que componen al acero inoxidable y al acero al carbono respectivamente, basándonos en el mayor porcentaje de los mismos dentro del material. Por lo que en el caso del acero AISI 1018 solamente consideramos una interacción Fe – Ni, en tanto que en la configuración con AISI 304 las relaciones Cr – Ni y Fe – Ni, son consideradas por ser estos los componentes principales. Las interacciones del sistema Fe – Ni ⁽⁵⁶⁾ se muestra en el diagrama de fases ilustrado en la figura 4.12:

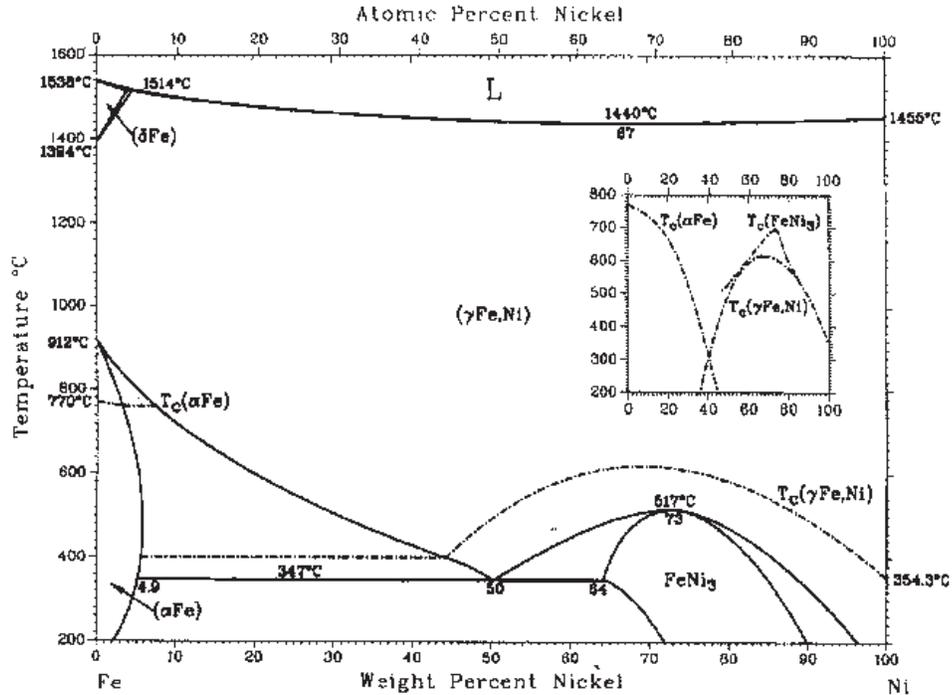


Figura 4.12 Diagrama de fase Fe-Ni ⁽⁵⁶⁾.

Considerando el análisis en forma simultánea para los dos tipos de aceros, la interacción Fe – Ni a la temperatura de trabajo y hasta la temperatura ambiente estaría conformada por una solución de Fe(γ) y Ni, ambos FCC (por el cambio alotrópico del Hierro en el caso del AISI 1018 y por la estabilización de la austenita por el efecto del contenido de Cr y Ni en el caso del AISI 304) para un gran rango de composiciones, sin embargo, una composición con un contenido entre 64 y 90% de Ni podría presentarse la formación del intermetálico FeNi₃ ⁽⁵⁶⁾. En el caso de la interacción del Cr del acero AISI 304, recordemos que este elemento se encuentra formando una capa de protección sobre el acero en forma de un óxido (Cr₂O₃) en su superficie inmediata por lo que la difusión de el níquel de la intercapa deberá abrirse paso a través de esa protección. Sin embargo, el diagrama señala la formación de un compuesto Ni₂Cr o Y´ para composiciones con un 21 a 37% de Ni aunque la probabilidad de dicha formación es mínima debido al poco tiempo de unión, la

reactividad de los elementos y el tamaño de su radio atómico, aunado a la disolución del oxido que esta formando el Cr.

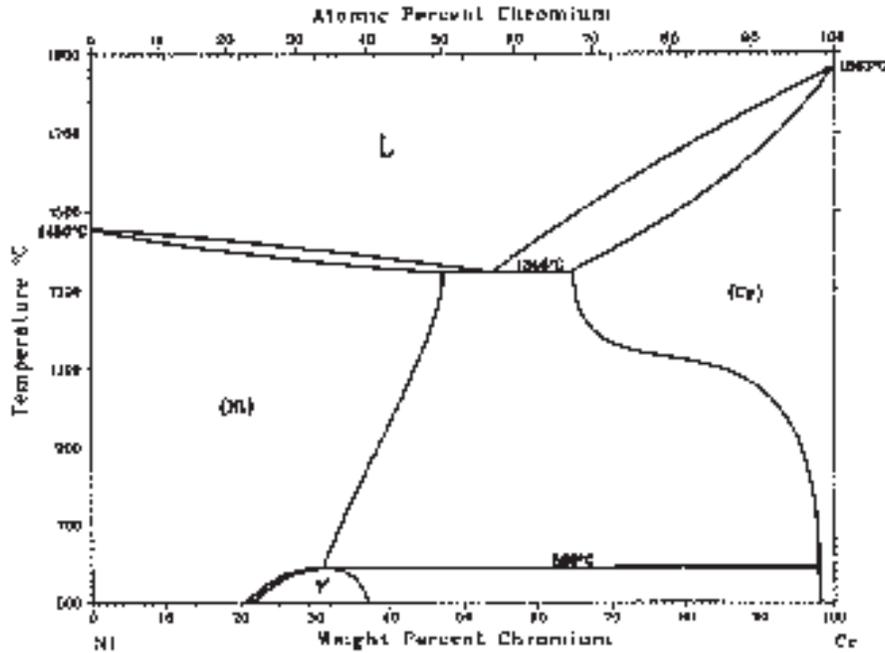


Figura 4.13 Diagrama de fases Ni-Cr⁽⁵⁶⁾.

Por lo tanto, la termodinámica nos indica que es viable la unión de todos estos materiales implicados, sin esperar precisamente la formación de fases perjudiciales que afecten el desempeño mecánico final de la unión. Sin embargo, hay que esperar a realizar la debida caracterización de las interfases de unión para poder aseverar su comportamiento durante el proceso.

4.4 CARACTERIZACIÓN DE LAS INTERFASES DE UNIÓN

Una vez que se obtuvieron los ensambles utilizando los diferentes parámetros de unión, estos se montaron en resina con el fin de un fácil manejo para la aplicación de las distintas técnicas de caracterización.

El orden de ensamble de las muestras fue del tipo sándwich acero/Ni/cermet tal como se muestra en la figura 4.14. Un análisis interfacial en forma transversal nos permitió observar que la unión se llevó a cabo por la formación de una capa comprendida por la difusión de los elementos que componen a cada uno de los materiales entre si.

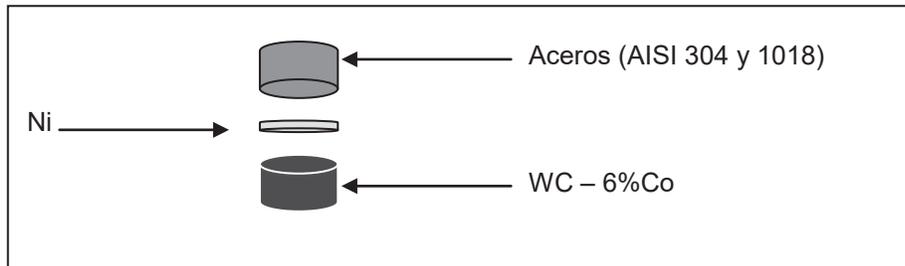


Figura 4.14 Esquema de acomodo de unión metal / cerámico

Cada una de las muestras a ser analizadas por la microscopía electrónica de barrido tuvo que ser recubierta por una pintura a base de grafito con el fin de otorgarle un carácter conductor a la parte cerámica y facilitar su observación.

Los análisis químicos semicuantitativos por línea y por área (EPMA / EDS) se llevaron a cabo para establecer un seguimiento de las interacciones y conocer mas que nada, el comportamiento de los materiales en la zona de unión en función con los parámetros experimentales utilizados. Los análisis por área se realizaron de la siguiente forma; se tomaron áreas rectangulares de $5 \times 10 \mu\text{m}$ a cada lado de la línea de unión a $2500\times$, y un tercer análisis trata de tomar en cuenta un área comprendida exactamente sobre la línea de unión entre las dos áreas analizadas anteriormente. En el siguiente figura 4.15 se muestra un esquema como ejemplo de los análisis realizados sobre la interfase Ni/Acero al carbono de la muestra obtenida a 60 minutos, sin embargo, en la tabla 4.2 se muestran los valores obtenidos por EDS en las áreas de las muestras para 15, 45 y 90 minutos en ambos sistemas.

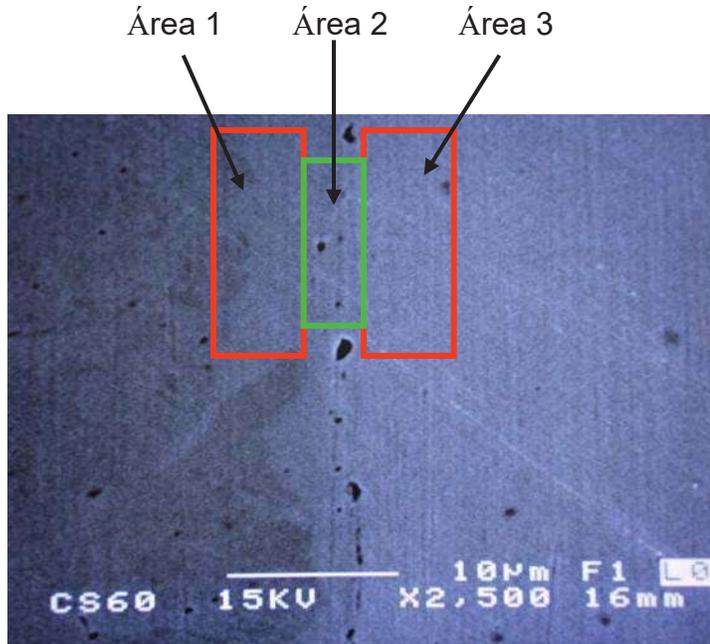


Figura 4.15 Esquema de las áreas sobre las cuales se llevaron a cabo los análisis por EDS de cada interfase de unión y sus zonas adyacentes.

Tabla 4.2 Valores obtenidos por el análisis químico semicuantitativo EDS sobre las áreas adyacentes a la interfase de unión así como a ella misma a baja escala (2500x).

Sistema WC-6%Co / Ni / Acero AISI 1018

Tiempo = 15 minutos

Interfase Cermet / Ni

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
W	83.45	52.34	4.25
Co	5.74	3.85	0
Ni	4.11	38.6	88.42

Interfase Ni / Acero

Elemento	% En Área No.1	% En Área No. 2	% En Área No. 3
Fe	2.69	7.35	100
Ni	97.31	27.65	0

Tiempo = 45 minutos

Interfase Cermet / Ni

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
W	91.82	54.24	11.21
Co	2.89	12.01	10.55
Ni	5.29	33.75	78.24

Interfase Ni / Acero

Elemento	% En Área No.1	% En Área No. 2	% En Área No. 3
Fe	3.52	51.18	65.47
Ni	64.48	48.03	34.53

Tiempo = 90 minutos

Interfase Cermet / Ni

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
W	91.34	53.23	10.7
Co	3.33	14.84	15.06
Ni	5.33	31.94	74.25

Interfase Ni / Acero

Elemento	% En Área No.1	% En Área No. 2	% En Área No. 3
Fe	0	54.68	100
Ni	100	45.32	0

Sistema WC-6%Co / Ni / Acero AISI 304

Tiempo = 15 minutos

Interfase Cermet / Ni

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
W	87.45	42.36	12.41

Co	3.88	14.24	15.46
Ni	8.67	43.4	72.13

Interfase Ni / Acero

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
Fe	13.17	23.97	56.46
Ni	81.91	61.08	27.62
Cr	4.04	9.81	14.87

Tiempo = 45 minutos

Interfase Cermet / Ni

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
W	88.58	49.78	5.78
Co	4.26	11.58	7.87
Ni	7.16	38.63	86.35

Interfase Ni / Acero

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
Fe	17.01	31.22	45.65
Ni	75.94	55.48	40.07
Cr	5.13	9.93	12.09

Tiempo = 90 minutos

Interfase Cermet / Ni

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
W	90.79	56.93	15.54
Co	3.34	14.23	17.85
Ni	5.88	28.85	66.61

Interfase Ni / Acero

Elemento	% En Área No. 1	% En Área No.2	% En Área No. 3
Fe	0	17.92	68.31
Ni	100	75.35	11.86
Cr	0	5.2	17.3

Con estos valores se hace notar el comportamiento de las interacciones entre los materiales, la interdifusión de las especies es el mecanismo seguido en la formación

de una interfase entre los mismos, sin embargo, se decidió llevar a cabo un análisis a mayor escala pero solamente sobre la interfase de unión por medio del mapeo de elementos en línea para ambos sistemas.

4.4.1 Unión del sistema WC – 6%Co / Ni / AISI 304

Recordemos que en la técnica de difusión en el estado sólido, las interacciones entre los materiales a unir se da de forma más lenta que en otras técnicas de unión como brazing ⁽⁵⁷⁾, debido a que en esta última generalmente se utilizan materiales reactivos o cuya descomposición tiende a activarse térmicamente fácilmente, originando la formación de diferentes fases a menores tiempos y más bajas temperaturas, sin embargo, los productos generados a partir de estas interacciones son generalmente perjudiciales para las propiedades mecánicas de las interfases de unión ya que se encuentran constituidos de compuestos intermetálicos de carácter frágil. La técnica de difusión en fase sólida nos permite obtener interfases de unión uniformes, además de que tienen una mayor resistencia que las obtenidas por otras técnicas ⁽⁵⁷⁾.

En la figura 4.16 se muestra el arreglo de los componentes de la unión, AISI 304 - Ni – WC -6%Co a 20x en la muestra unida a 1000°C y 15 minutos.

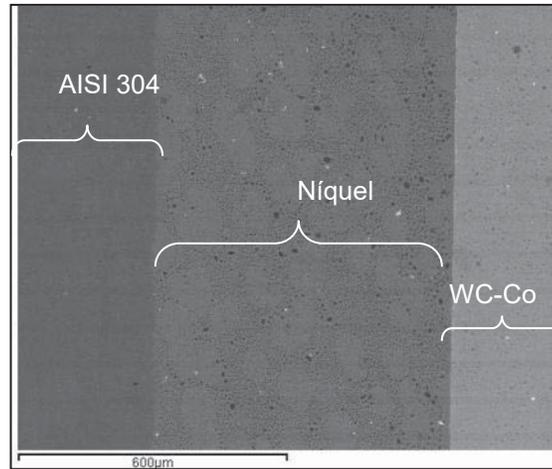


Figura 4.16 Sección transversal de la unión de WC-Co / Ni / AISI 304 a 1000° C por 15 minutos

No obstante en este acercamiento las interfases se observan homogéneas a lo largo de la unión, un análisis a mayor profundidad de cada una de las interfases formadas nos permite descubrir otros aspectos relevantes.

Con la finalidad de definir mas la interfase formada, se utilizo el detector de electrones retrodispersados, los cuales reflejan un mayor contraste entre los materiales que interactúan, la figura 4.17 muestra la unión producida a 1000° C, por un tiempo de a) 45 y b) 90 minutos para el sistema AISI 304 / Ni / WC-6%Co a 75x:

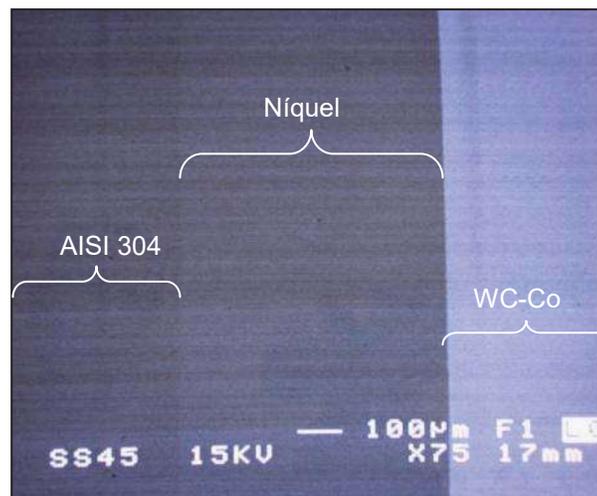


Figura 4.17 a) Sección transversal de la unión

AISI 304 / Ni / WC-6%Co a 1000° C por 45 minutos

Sin embargo, es difícil notar los límites de difusión entre los materiales.

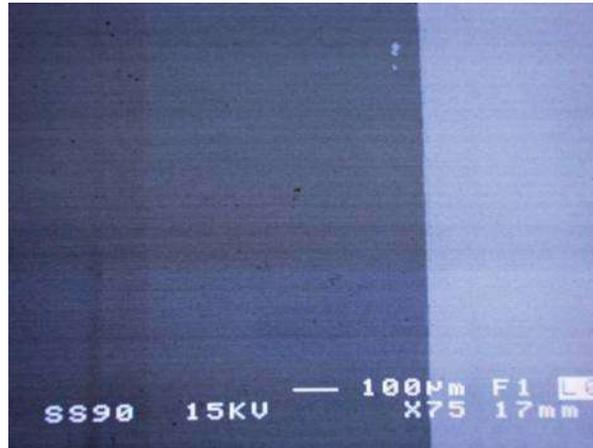


Figura 4.17 b) Sección transversal de la unión AISI 304/Ni/WC a 1000° C por 90 minutos

En la figura 4.17 a) y b) se pueden observar los límites de la unión de cada una de las partes del ensamble, sin embargo, no se aprecian interacciones entre ellos, y la capa de difusión formada entre cada una de las interfases no se encuentra claramente delimitada.

En la figura 4.18 se presenta la micrografía a 1000° C de la interfase Ni / AISI 304 por 15 minutos a 2500x en la cual se ve una clara definición de los límites de la intercapa de unión, por lo que se puede decir que la interacción entre nuestros materiales ha sido mínima, suficiente solamente para mantenerlos unidos frágilmente.



Figura 4.18 Sección transversal de la zona de unión
para muestras tratadas a 1000° C por 15 minutos

La presencia de una línea de defectos, porosidades remanentes, constituida por el efecto que probablemente tenga la capa de óxido de Cr que se forma sobre la superficie del acero inoxidable, permitiéndonos concluir que la resistencia de esta interfase puede ser baja.

La presencia de zonas sin unir se atribuye a que el tiempo de permanencia durante el proceso es demasiado corto, lo que ocasiona que la interdifusión de los componentes no se realice de manera profunda, por lo que el fenómeno de transferencia de masa no es suficiente para llevar a cabo la transformación de contactos sólido/gas en contactos sólido/sólido.

Por otro lado, el cuidado en la preparación de las superficies involucradas afecta en el análisis microscópico de las mismas, ya que existe la presencia de contaminantes o inclusiones extrañas dentro de la imagen.

La línea de defectos se presentó en forma constante durante los diferentes tiempos de unión, sin embargo esta disminuye al incrementar el tiempo como se muestra en la figura 4.19 para tiempos de 45, 60 y 90 minutos respectivamente en la misma interfase.

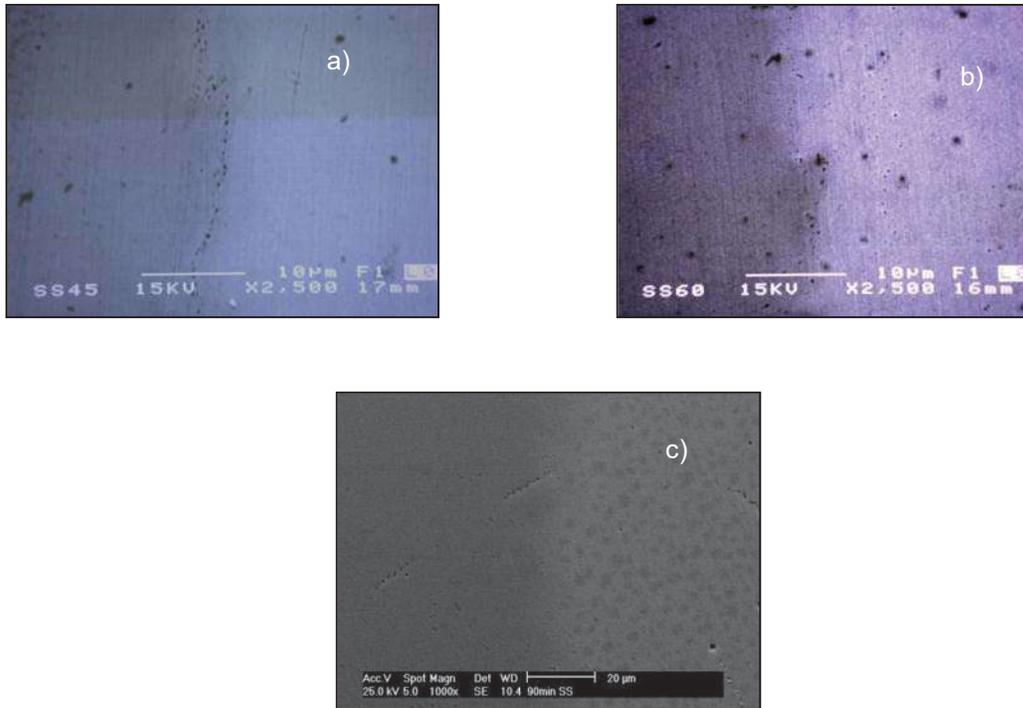


Figura 4.19 Sección transversal de la zona de unión para muestras tratadas a 1000° C por: a) 45 minutos, b) 60 minutos y c) 90 minutos. A 2500x, 2500x y 1000x respectivamente.

En las interfases de unión mostrada en la figura 4.19 (c) se aprecia la formación de una interfase de unión continua y uniforme. Por lo que a tiempos prolongados la interacción entre los materiales se da de una manera intensa comparada con la presente en los periodos cortos como era de esperarse, la resistencia de esta interfase entonces, a tiempos mayores se espera que sea mayor, debido a la disminución aparente de defectos.

Por otro lado, con el afán de conocer la intensidad de las interacciones entre los materiales, se llevó a cabo un microanálisis en línea y por área por medio de EPMA-EDS, así como un mapeo de elementos, sin embargo, hay que recalcar que estas técnicas nos otorgan una idea del comportamiento de tales interacciones en forma de porcentajes o intensidades relativas, por lo que es necesario verlos como una aproximación, es decir, nos da valores semicuantitativos y que dependen de la zona

de estudio y en particular solo de la superficie próxima, y no pueden tomarse como valores absolutos cuantitativos.

Este análisis abarca una serie de puntos los cuales forman una línea, o por un área determinada que reflejan el comportamiento de cada uno de los componentes de estas interacciones a lo largo de dicha línea o extensión y no en un punto solamente.

La figura 4.20 nos muestra el análisis de EPMA (Electrón Probe Micro-Analysis) para la muestra unida a 1000°C por 15 minutos en la interfase AISI 304 / níquel.

La interacción del acero y el níquel se da de manera semejante para todos los tiempos de unión utilizados, la interdifusión entre los componentes del acero AISI 304 y de la intercapa, es decir Fe, Cr, Ni, es similar para la interfase en cada una de las muestras, la única variación se encuentra en la intensidad de la difusión, por lo que el análisis nos muestra el mismo comportamiento: el Fe y Cr se difunden en la lamina de Ni de manera descendente sin formar ningún compuesto o terceras fases y el contenido de Ni en el acero aumenta pero sin formar ningún intermetálico.

Los componentes forman entonces soluciones sólidas cuya presencia no es captable fácilmente por esta herramienta ni por medio de la observación aún a grandes aumentos. Por lo que el mecanismo de unión de esta interfase es principalmente la interdifusión de sus componentes.

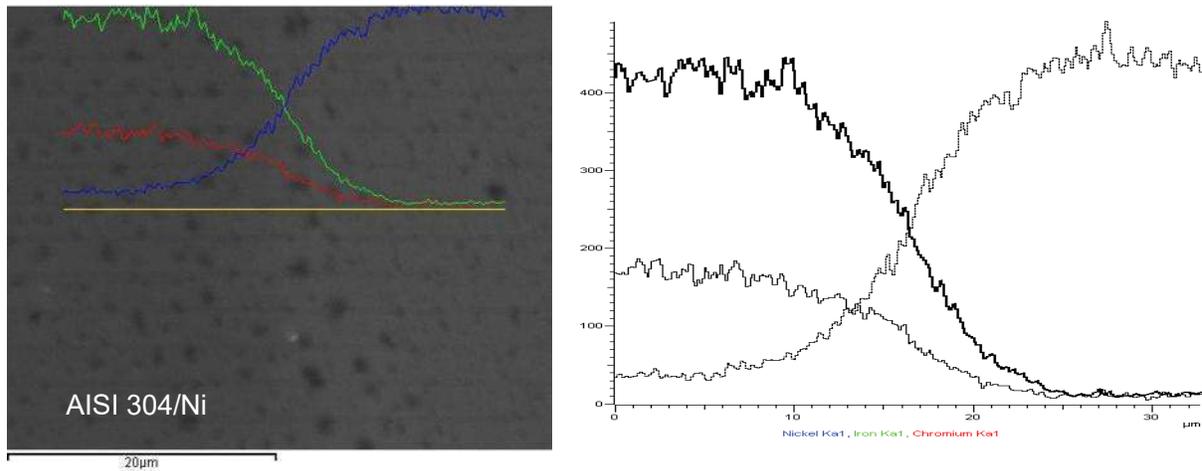


Figura 4.20 Análisis EPMA en la sección transversal de la muestra de AISI 304 / Ni unida a 1000° C por 15 minutos a 5000x. La línea de color rojo nos indica la variación en contenido del Cr, verde – Fe y azul para el Ni.

La figura 4.21 muestra los mapeos por área sobre la interfase AISI 304 / Ni de la muestra unida a 1000° C por 90 minutos, este análisis también se realizó a las muestras comprendidas a 15 y 45 minutos para su comparación:

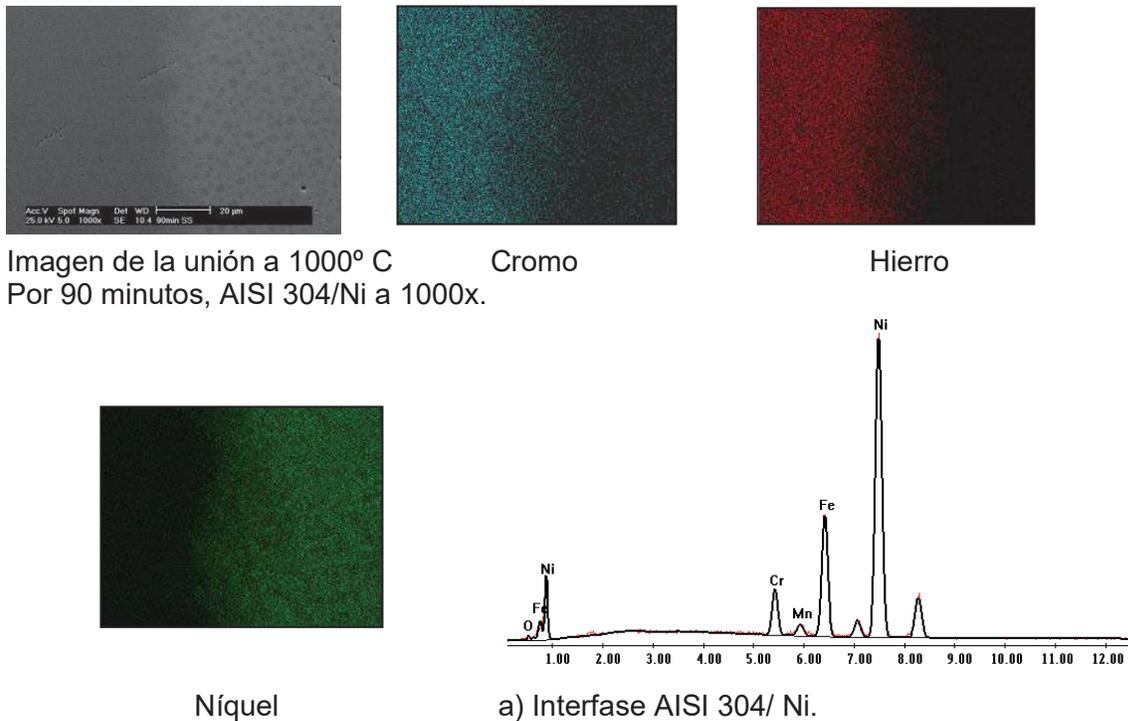


Imagen de la unión a 1000° C Por 90 minutos, AISI 304/Ni a 1000x.

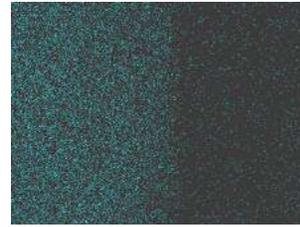
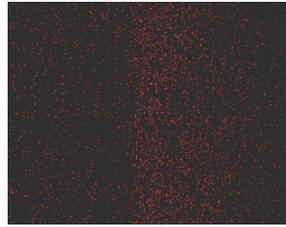
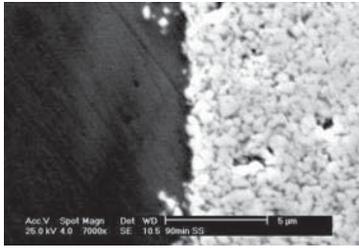
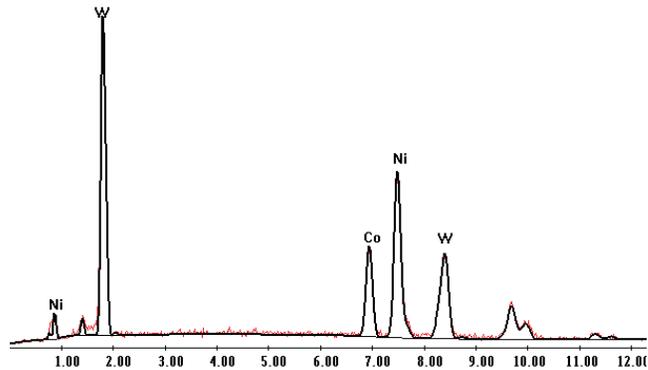


Imagen de la unión a 1000° C
Por 90 minutos, Ni/ WC-Co a 7000x.

Cobalto

Níquel



b) Interfase Ni / WC-Co

Figura 4.21 Mapeo de la unión de AISI 304 / Ni / WC-Co unida a 1000° C por 90 minutos,
a) Interfase AISI 304 / Ni y b) Interfase Ni / WC- Co

Como se puede apreciar, a un tiempo de 90 minutos el comportamiento de la difusión de los elementos es semejante al señalado por la literatura ⁽²⁹⁾.

Para tiempos menores como 15 y 45 minutos, el desarrollo de la interdifusion es menor como era de esperarse en comparación con el tiempo de 90 minutos, ver figura 4.22, esto debido a la falta de tiempo para lograr un perfil de migración de los átomos más profundo, por lo que la resistencia de la interfase formada deberá de ir aumentando en proporción al tiempo de unión.

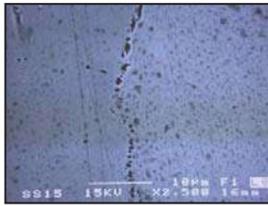
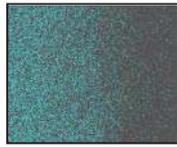


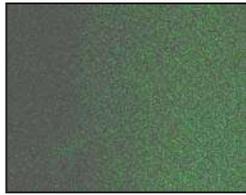
Imagen a 1000° C
Por 15 min., AISI 304/Ni a 2500x.



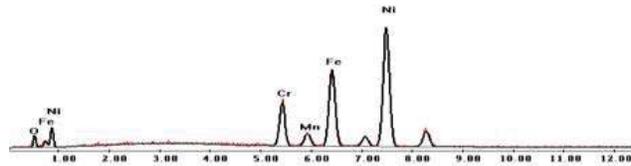
Cromo



Hierro



Níquel



a) Interfase AISI 304 / Ni

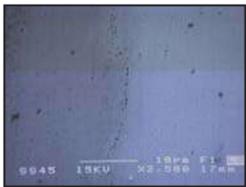


Imagen a 1000° C
Por 45 min., AISI 304/Ni



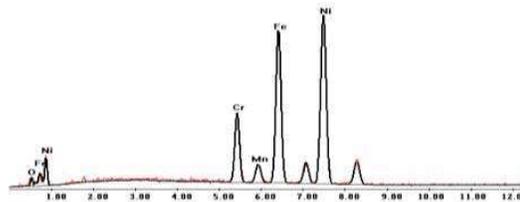
Cromo



Hierro



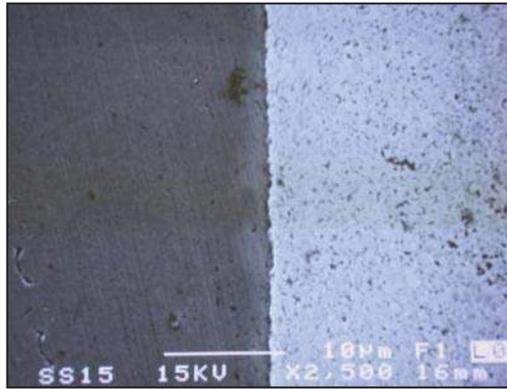
Níquel



b) Interfase AISI 304 / Ni

Figura 4.22 Mapeo de la unión de AISI 304 / Ni / WC-Co unida a 1000° C por 15 y 45 minutos, a) Interfase AISI 304 / Ni por 15 min., y b) Interfase AISI 304/ Ni por 45 min.

El análisis de la interfase Ni / WC-6%Co se muestra a continuación en la Figura 4.23 en muestras unidas por 15, 45, 60 y 90 minutos.



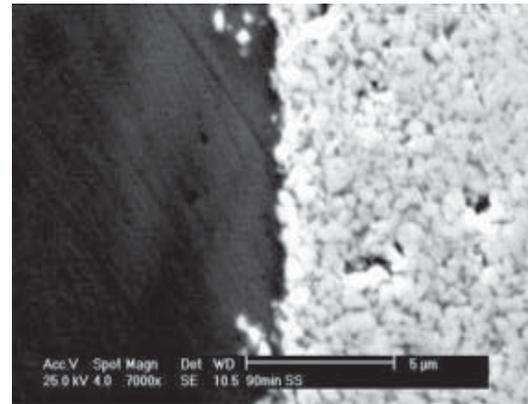
15 minutos



45 minutos



60 minutos



90 minutos

Figura 4.23 Interfase a 1000° C en diferentes tiempos de la interfase Ni/ WC-Co, de la configuración cermet-intercapa-acero inoxidable. A 2500x para los 15, 30 y 45 min. y 7000X para 90.

Para esta interfase podemos observar que el límite de la intercapa de Ni es marcado por una línea de unión uniforme en el periodo más corto, sin embargo, esta interfase se va deformando a medida que incrementa el tiempo de proceso, recordemos que no toda la superficie del material compuesto esta constituida solamente de Co, podemos imaginar entonces, la presencia de partículas fracturadas y no, a lo largo de está, en conjunción con la fase continua de cobalto lo cual es diferente a la

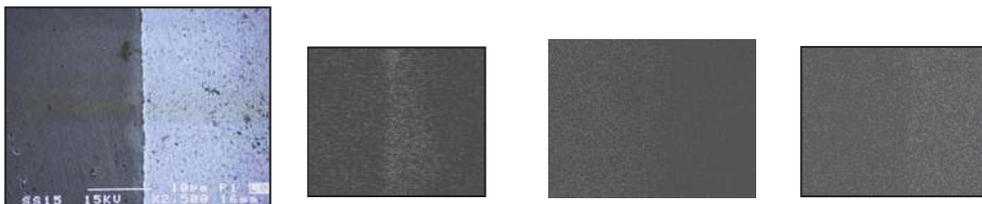
interfase metal/metal formada entre el acero AISI 304 y la intercapa Ni, donde el contacto es directamente entre los componentes metálicos que los constituyen, por lo que se presentan áreas en la cuales se observa una mayor penetración del Ni en el material compuesto WC-6%Co así como un desprendimiento de partículas de lo que vendría siendo el componente cerámico (WC) del material compuesto, esto es, por la interdifusión del Ni rodeando las partículas de WC, teniendo caminos ya trazados debido a el contenido de cobalto que estaba presente en esos trazos anteriormente, así también el cobalto difunde hacia el níquel sin formar alguna fase adicional.

Por lo que la superficie del compuesto WC-6%Co se va empobreciendo de Co, el cual se queda en la interfase, pero enriqueciendo de Ni.

La figura 4.24 muestra la interacción entre el Ni y el material WC-6%Co, podemos observar el comportamiento de estos componentes a través de la interfase de unión, se observa también la difusión del W hacia la lamina de níquel lo cual no se esperaba de acuerdo a la estabilidad del WC.

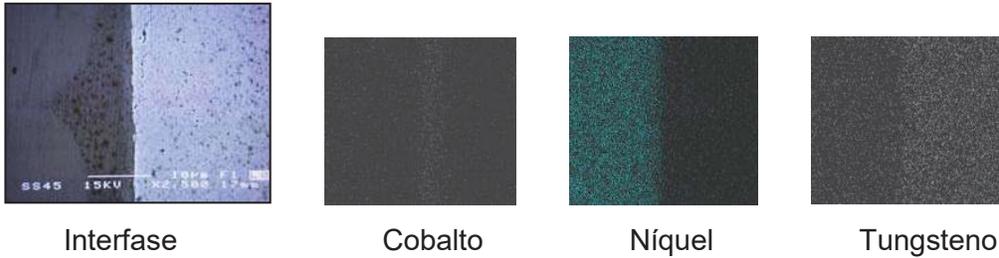
A estas temperaturas la disolución de estas partículas no se lograba sino hasta temperaturas mucho más elevadas que los 1000°C por lo que resulta un poco extraño, sin embargo, no se detecta la formación de algún compuesto intermetálico durante el proceso.

La figura 4.24 muestra los resultados del análisis de los mapeos por área dentro de la interfase formada así como a sus costados en las uniones a 15 y 45 minutos.



a) Interfase Ni/WC-Co Cobalto Níquel Tungsteno

A 1000° C por 15 min. A 2500x.



b) Interfase Ni/WC-Co a 1000° C por 45 min. A 2500x.

Figura 4.24 Distribución atómica en la interfase Ni / WC-Co unida a 1000° C por diferentes tiempos: a) 15 minutos, b) 45 minutos.

El tiempo de 90 min. Fue analizado anteriormente en la figura 4.21.

4.4.2 Unión del sistema WC – 6%Co / Ni / AISI 1018

Los experimentos para este sistema se llevaron a cabo bajo las mismas condiciones que en la configuración anterior. Los componentes se cortaron transversalmente para su caracterización. Para este sistema recordemos que debido a la composición del acero, en su mayor parte hierro, la interacción presente en la interfase AISI 1018 / Intercapa se espera que sea en forma de una aleación Fe – Ni (solución sólida del tipo sustitucional). La interdifusión entre estos componentes se espera que tenga una gran resistencia debido a la formación de una línea de unión libre de defectos, cabe mencionar que el acero al carbono tiene un menor coeficiente de expansión térmica que el acero inoxidable, por lo que el efecto negativo de la diferencia de este con respecto al del Ni es menor, esto aunado a que también tiene un menor modulo de elasticidad lo cual también nos permite tener una interfase con una menor cantidad de esfuerzos de origen térmicos y mecánicos involucrados originados por las

condiciones del proceso y las propiedades de los materiales en estudio y que podrían afectar las características y propiedades de dicha interfase.

Por lo que la evaluación final del componente se basará en las características y propiedades de la interfase Acero AISI 1018 / Ni más que en la interfase formada por el Ni / WC-6%Co que ya se estudio anteriormente con la configuración que incluye al AISI 304.

La diferencia entonces en la interfase AISI 1018 / Ni de este sistema en comparación con el sistema AISI 304 / Ni radica en la concentración del hierro en los materiales y la difusión de este hacia el elemento de unión. Como se observo anteriormente, la presencia de otros componentes en el acero como el Ni y el Cr, afectan el intercambio atómico entre el Fe y la intercapa de unión. Además las diferencias entre las propiedades térmicas y mecánicas y sus efectos al momento de llevar a cabo los experimentos de unión, afectan de manera radical la resistencia de la unión, la interfase formada entre el acero inoxidable 304 y la intercapa (ver Figura 4.18) presenta una gran cantidad de defectos en forma de porosidades o cavidades, lo cual no se observa para el sistema AISI 1018 como se puede corroborar en la figura 4.25 para las muestras AISI 1018 / Ni unidas a 1000° C y tiempo de 15.

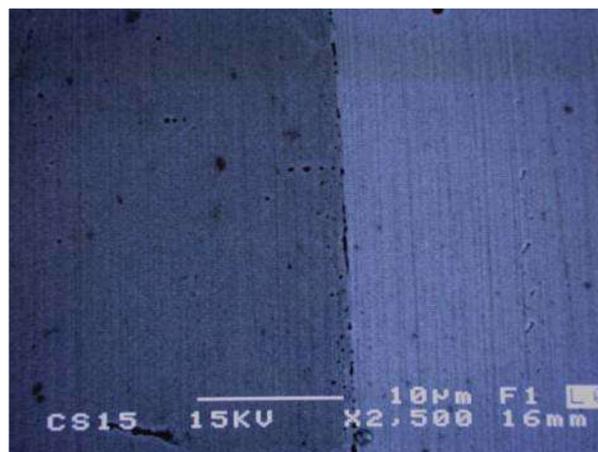
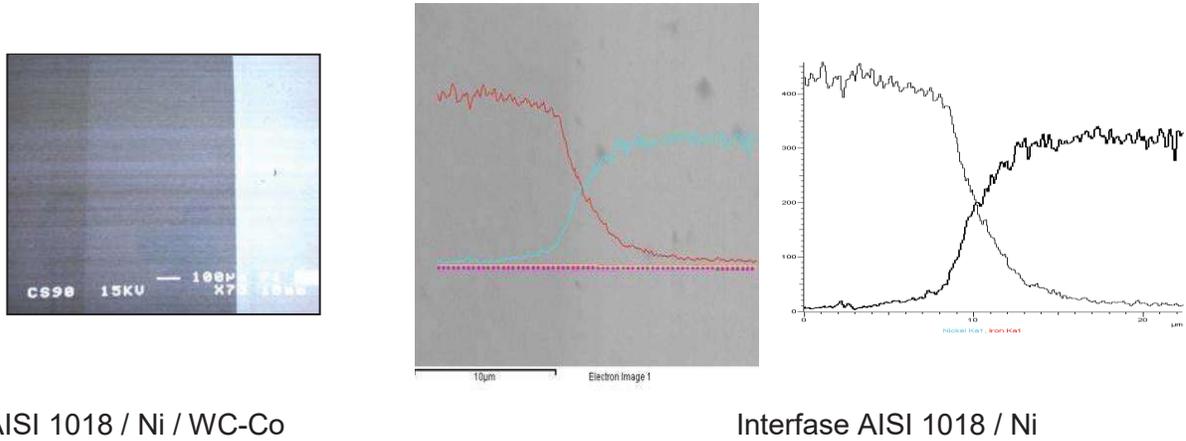


Figura 4.25 Sección transversal de la interfase AISI 1018 / Ni a un tiempo de unión de 15 minutos.

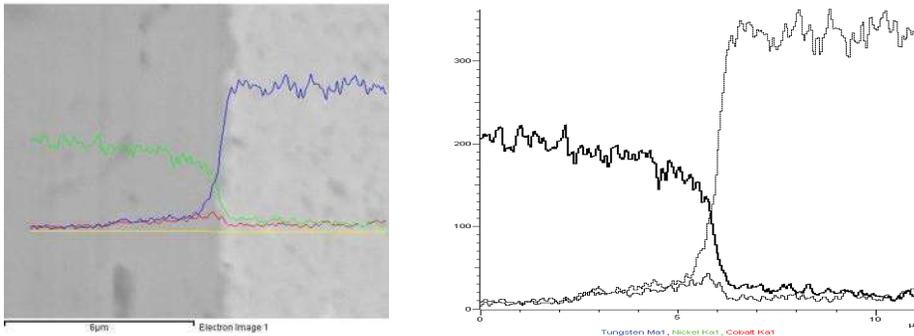
Podemos notar la disminución de defectos en la interfase, también la línea de unión se observa más uniforme que para el caso del acero AISI 304. Se espera entonces que la resistencia de esta interfase en comparación con la misma pero de la configuración que incluye al AISI 304 sea mayor.



AISI 1018 / Ni / WC-Co

Interfase AISI 1018 / Ni

La línea roja corresponde al Hierro y la línea turquesa al Ni.



Interfase Ni/ WC-Co. Las línea azul corresponde al W, verde – Ni y roja – Co.

Figura 4.26 Análisis químico en línea de las interacciones en el sistema AISI 1018 / Ni / WC-Co a 90 min.

Se llevaron a cabo análisis por EPMA – EDS para conocer el comportamiento de la interacción entre los componentes así como la intensidad de la misma a lo largo de una línea de análisis.

En la Figura 4.26 se presentan los resultados por la unión producida a 1000° C por 90 minutos donde se puede apreciar que la interacción Fe-Ni es de mayores proporciones, esto es debido al mayor contenido de Fe en el acero.

La Figura anterior muestra los mapeos por área para la interdifusión Fe-Ni en la interfase acero AISI 1018 / Ni en la muestra unida a mayor tiempo, como era de esperarse el contenido de Ni que difunde hacia el acero AISI 1018 es mayor que el obtenido para la misma interfase formada pero en el sistema que emplea al AISI 304 a los mismos aumentos y por una distancia semejante.

El contenido de Fe en la interfase también aumento, sin embargo el efecto más significativo es la difusión del Ni, la formación de una interfase rica de este elemento aunado a una disminución de defectos en la línea de unión, se espera que otorguen una mayor resistencia mecánica al momento de la aplicación de carga sobre el componente.

Cabe mencionar que la apreciación de la amplitud del área de difusión es difícil de apreciarse y medirse, depende entonces más de la habilidad y experiencia del técnico que realiza el análisis que de la mera observación personal, la falta de una diferencia en color o intensidad representa un reto para lograr la distinción de la línea de unión a grandes aumentos. Para la interfase Ni / WC-6%Co se llevaron a cabo los mismos análisis y caracterización que para la interfase AISI 1018 / Ni, mediante la observación por microscopía electrónica de barrido, no se apreció ningún cambio relevante en la línea de unión ni la formación de alguna fase discontinua como se puede ver en la figura 4.27 para la muestra unida a 1000° C por 60 minutos.

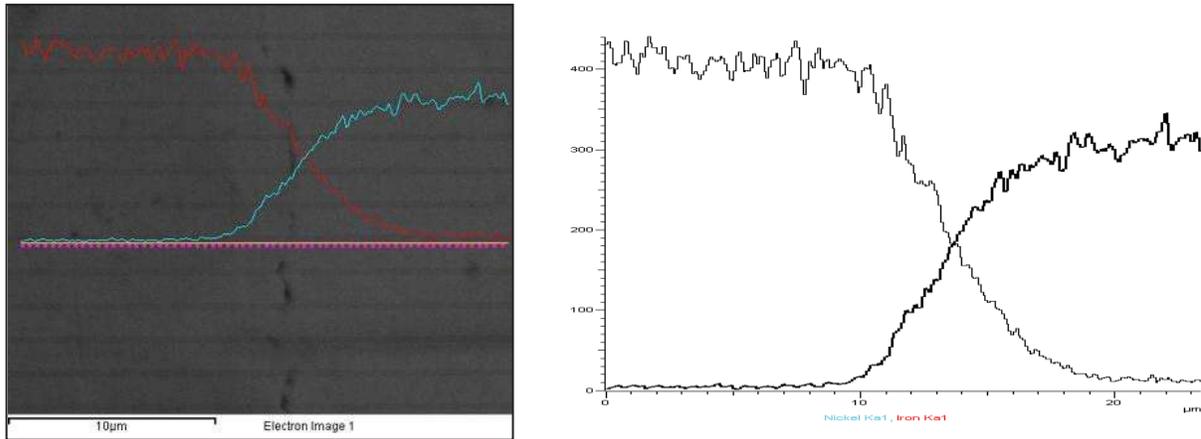


Figura 4.27 Interfase Ni/WC a 1000° C por 60 minutos para la interfase cermet/intercapa en el sistema AISI 1018 / Ni / WC-6%Co. Línea roja – Fe y turquesa – Ni.

Una vez realizados los análisis por EPMA se puede corroborar un comportamiento similar al presentado anteriormente, donde existe interdifusión entre el Co contenido en el material WC-6%Co y el Ni utilizado como intercapa, sin embargo, también se presentó la difusión del W hacia la misma.

Los mapeos llevados a cabo muestran esta migración de átomos de W hacia el cuerpo de la intercapa como se muestra en la figura 4.28 en el experimento unido a 1000° C por 90 minutos.

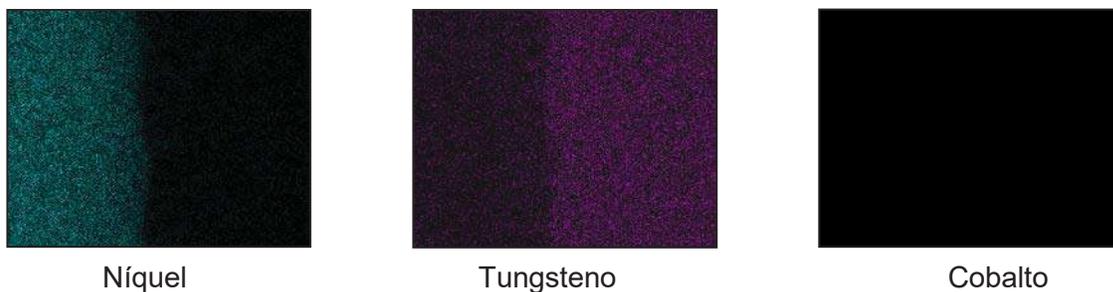


Figura 4.28 Mapeo de la interfase Ni/ WC-Co en el sistema AISI 1018/ Ni/ Cermet a 1000° C por 90 minutos.

De la figura 4.28 se puede ver el comportamiento de los materiales al momento de interactuar durante el proceso de unión. La difusión del W sigue siendo un fenómeno extraño, también se puede apreciar el enriquecimiento del contenido de Co de la interfase formada.

4.5 EVALUACIÓN MECÁNICA DE LAS UNIONES

El comportamiento mecánico de las configuraciones Cermet / Ni / AISI 304 y AISI 1018 unidas depende de la interacción entre sus componentes. Las muestras utilizadas para la evaluación de la resistencia de la unión fueron de $50 \pm .7$ mm., de longitud y pasaron por el mismo procesamiento superficial que las utilizadas para la caracterización.

La naturaleza y microestructura de las interfases formadas, en especial con el sustrato metálico (aceros) juegan un papel importante en el desempeño de las muestras bajo la aplicación de una carga, a medida que el tiempo de enlace se incrementa se presenta un continuo crecimiento en la zona de interacción entre los materiales y la disminución de defectos estructurales, por lo que el efecto que causan las condiciones de unión sobre las propiedades mecánicas puede ser investigado incrementando el tamaño de las muestras de acuerdo a un estándar. Aunque no hay en la literatura una norma que estandarice una prueba mecánica para uniones de este tipo, nos basamos en la prueba estandarizada por la ASTM designada C 1161 – 94 que se encuentra en el volumen 15.01 y que se refiere a la medición de la resistencia a la flexión de materiales cerámicos avanzados a temperatura ambiente. La anterior se toma solo como referencia. De tal forma que para establecer la evaluación mecánica de las uniones en ambos sistemas fue necesario unir una serie de muestras para ser fracturadas por el ensayo de flexión por cuatro puntos a temperatura ambiente.

Las muestras utilizadas tienen una longitud de 50 mm aprox. y un diámetro de 6.35 mm o $\frac{1}{4}$ de pulgada, estas fueron producidas por la técnica de unión por difusión en fase sólida a partir de una muestra de carburo cementado de 25 mm de largo unida al elemento utilizado como intercapa y este a su vez a una muestra de 25 mm de largo constituida de acero AISI 304 o AISI 1018, esquematizada en la Figura 4.29.

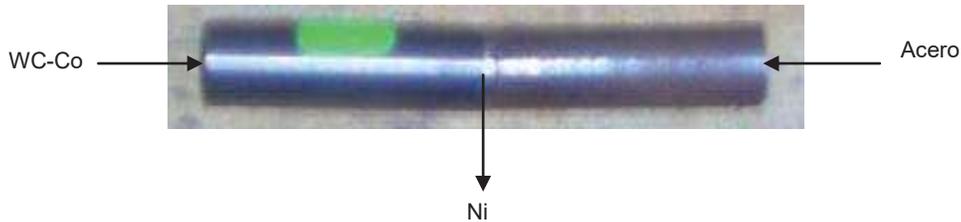


Figura 4.29 Ensamble para ensayo mecánico de una muestra cermet / níquel / acero.

El arreglo de la muestra para su ensayo en un equipo INSTRON, se esquematiza en la figura 4.30, donde se puede observar a su vez el dado utilizado para montar la muestra.

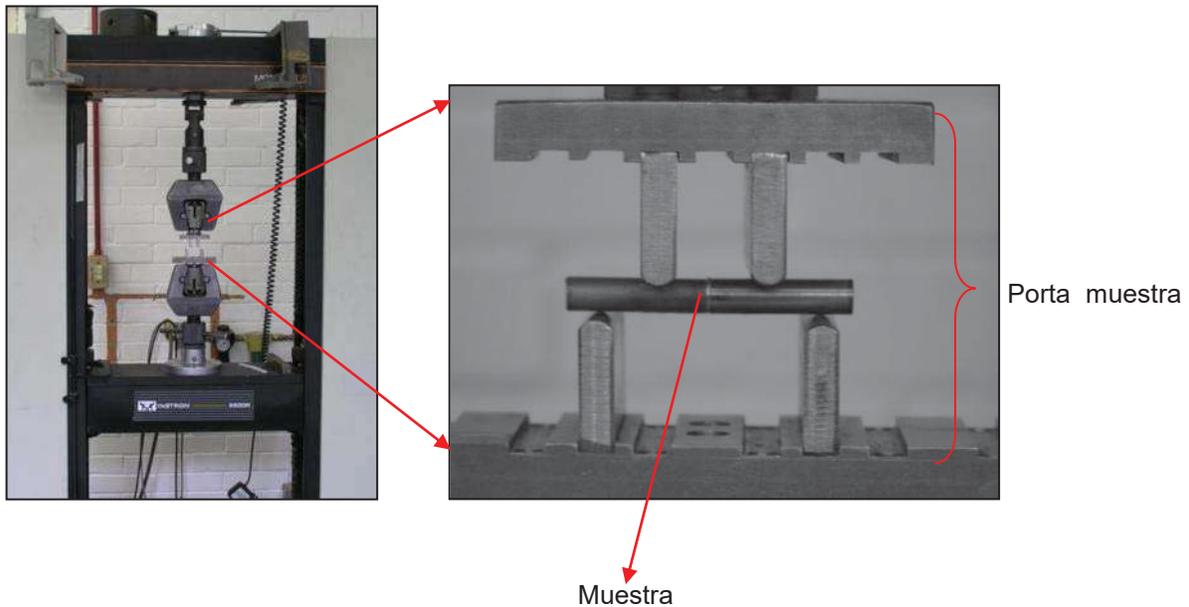


Figura 4.30 Esquema del ensayo de flexión a cuatro puntos sobre el componente final.

La resistencia a la ruptura por flexión fue calculada para ambos sistemas en muestras unidas a 1000° C por tiempos de 15, 30, 45, 60 y 90 minutos respectivamente, evaluándose 3 muestras por cada grupo de condiciones de temperatura y tiempo. Los resultados obtenidos para el sistema WC-6%Co / Ni / AISI 304 se muestran en la tabla 4.3:

Tabla 4.3 Tabla de resultados obtenidos para la resistencia a la flexión, modulo de ruptura (MOR) en diferentes muestras para el sistema WC-6%Co / Ni / AISI 304.

Sistema WC-6%Co / Ni / AISI 304					
Tiempo (min.)	15	30	45	60	90
Carga Aplicada a la Fractura (N)	454	934	967	1060	906
Resistencia a la flexión MOR (MPa)	621	1272	1230	1093	1353
	788	1610	1493	1126	1801
	123.582	253.134	244.776	217.512	269.253

Como podemos observar la resistencia se incrementa hasta valores promedio máximos de 269 MPa para los periodos de unión a 90 minutos, sin embargo se puede apreciar que a un tiempo de 15 minutos la resistencia promedio sobrepasa los 100 MPa lo cual cumple con las expectativas propuesta por diversos autores ⁽⁵⁸⁾ donde se coincide que las uniones de materiales disímiles evaluadas por medio de la prueba de flexión a cuatro puntos que obtuvieran resultados mayores a los 100 MPa son de “*resistencia considerable*” o aceptable para aplicaciones estructurales.

Los resultados obtenidos a mayores tiempos se relacionan directamente con el crecimiento de la capa de difusión que se presenta debido a la interacción de los elementos que componen dichos materiales, pero podemos apreciar que a tiempos de 30 minutos se presentan resultados semejantes a los obtenidos por las muestras de 90 minutos lo cual nos indica que aunque el crecimiento de la capa de difusión en relación al tiempo se supone es proporcional, puede llegar un momento donde esta

empieza a disminuir su velocidad de crecimiento con respecto al periodo de proceso, esto debido a que los átomos de los elementos tiene que cruzan una mayor distancia para situarse al frente de la capa en crecimiento y por tanto la velocidad del proceso de difusión se ve disminuida considerablemente, los átomos además tienen que sortear las partículas del material cerámico situadas en la superficie (de la interfase Ni / Cermet, por ejemplo) para poder introducirse a mayor escala en el cuerpo del material compuesto siendo este también un impedimento para el desarrollo de la difusión de una manera uniforme.

Por otro lado, el efecto negativo de los esfuerzos residuales de origen térmico sobre la interfase de unión entre el Ni y el cermet por la diferencia en sus coeficientes de expansión térmica se hace presente debido a la elevada temperatura empleada, siendo este efecto, una razón más para la separación de las muestras.

Por lo tanto, podemos asumir que los valores de resistencia para este sistema a tiempos mayores a los 30 minutos se mantienen sin grandes variaciones debido al efecto del crecimiento de la capa de difusión antes mencionado por lo que si se deseara incrementar dichos valores seria necesario otorgar mayores tiempos de proceso a los diferentes sistemas, sin embargo, este acción incrementaría de manera considerable el costo de producción del componente, haciéndolo un proceso prolongado y poco factible o económicamente no atractivo, además de que se a reportado un punto crítico donde la resistencia cae debido al incremento excesivo de la interfase de unión fragilizando esta zona⁽⁵⁸⁾.

El efecto de la difusión de diversos componentes presentes en el acero inoxidable, también se hace evidente, ya que la diferencia en las características de cada uno de los elementos y las interacciones entre los mismos restan energía a una interdifusión homogénea, esto aunado al carácter de inoxidable del material por un capa de oxido formada sobre la superficie del mismo que impide el libre paso de los átomos y la formación de una interfase libre de defectos.

Cabe mencionar que para este arreglo de materiales todos los especímenes que se ensayaron se lograron llevar a la falla, lo cual no ocurre para el caso que involucra al AISI 1018, además de que la misma se origina en la interfase Acero / Ni siendo este un tema que se analizara posteriormente.

En la figura 4.31 se presentan los resultados en forma gráfica donde se aprecia el efecto del tiempo de unión a 1000°C.

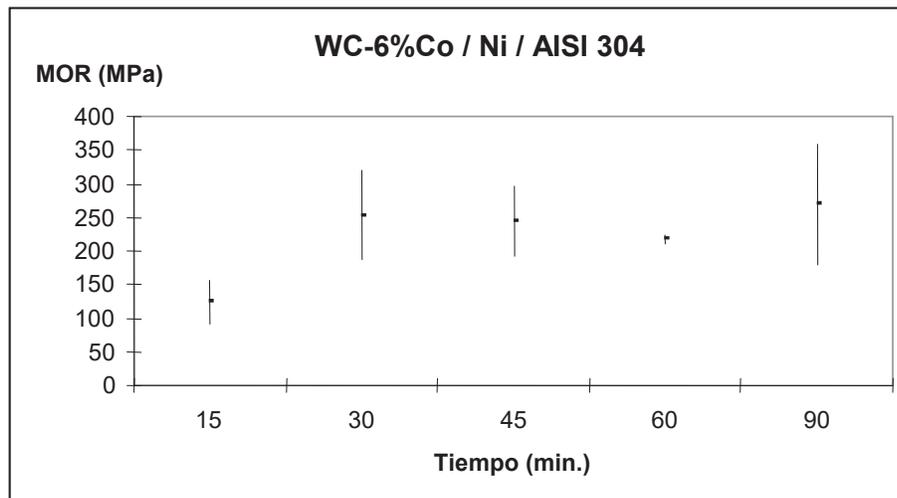


Figura 4.31 Efecto del tiempo de unión utilizado sobre la resistencia mecánica del sistema WC-6%Co / Ni / Acero AISI 304.

De la figura anterior podemos establecer que para el tiempo de 60 minutos los resultados obtenidos varían en un rango muy pequeño, marcando de esta manera una condiciones de unión con resultados bastante reproducibles, lo cual no es perceptible en el tiempo de 30 o 90 minutos, donde los valores varían considerablemente otorgándole un carácter de poca confiabilidad a los resultados obtenidos bajo estos periodos.

Por otro lado, los resultados para el sistema WC-6%Co / Ni / AISI 1018 se presentan en la tabla 4.4.

Tabla 4.3 Tabla de resultados obtenidos para el modulo de ruptura (MOR) en diferentes muestras para el sistema WC-6%Co / Ni / AISI 1018.

Sistema WC- 6%Co / Ni / AISI 1018					
Tiempo (min)	15	30	45	60	90
Carga Aplicada a la Fractura (N)	609	954	1511	1596	1608
Resistencia a la flexión (MPa)	890	1169	2273	2190	2291
	1171	1384	3035	2784	2974
	177.114	232.636	452.331	435.821	455.921

En esta configuración se presentan buenos resultados desde los 15 minutos, teniendo valores promedio que alcanzan los 177 MPa hasta los 455 MPa para el tiempo de 90 minutos, siendo estos últimos resultados comparativos con los valores de resistencia presentados por los materiales de inicio (acero y níquel) de forma monolítica, representando esto un buen resultado ya que se desea que la unión de un material alcance valores que representen el obtenido por el material base en su forma monolítica.

Debemos considerar que para este sistema la interacción de los componentes acero – Ni, se produce solamente entre dos elementos Fe y Ni, cuya interacción se analizó en el diagrama de equilibrio de dicha aleación, donde debido a las características y propiedades de este tipo de aleaciones se puede fundamentar la mayor resistencia de interfase formada en comparación con el caso del acero inoxidable como material base. Otro factor importante se atribuye a que el efecto negativo de los esfuerzos térmicos no es de la misma magnitud que para el caso del acero inoxidable ya que el acero AISI 1018 presenta un coeficiente de expansión térmica menor que el correspondiente al AISI 304 representando un menor efecto térmico en su estructura. La figura 4.32 presenta los resultados en forma gráfica.

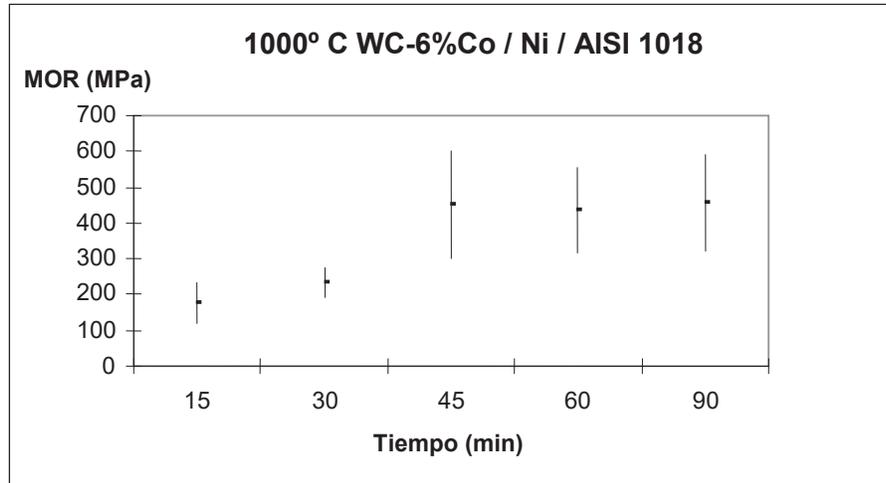


Figura 4.32 Efecto del tiempo de unión utilizado sobre la resistencia mecánica del sistema WC-6%Co / Ni / Acero AISI 304.

Podemos observar de la figura 4.32 que la gran variación de los resultados obtenidos a mayores tiempos hace que la reproducibilidad de los mismos sea poca, no siendo el caso de los presentados en tiempos menores como 15 y 30 minutos.

Las muestras preparadas para la evaluación mecánica de la unión para este arreglo no fracturaron para todas las configuraciones de los parámetros de unión, mostrando una deformación del acero y no presentaron una falla en la interfase. Este efecto se presentó en algunos especímenes en las condiciones de 45 y 60 minutos, como se muestra en la figura 4.33.

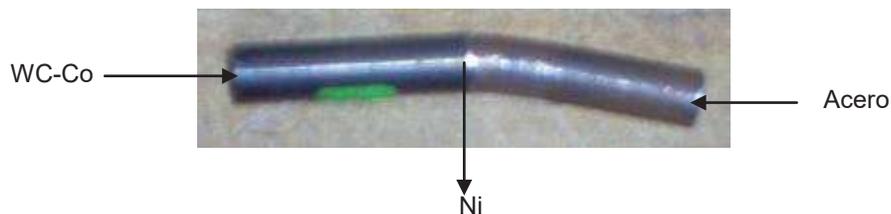


Figura 4.33 Muestra sin fracturar.

Sin embargo, parte de estos resultados, así como el efecto de la carga aplicada, se podría quedar reflejada en el cuerpo del metal más que en la evaluación de la resistencia mecánica de las interfases formadas, esto debido al área comprendida por el esfuerzo aplicado sobre las muestras por el ensayo de flexión utilizado y su diagrama de esfuerzo flexionante visto en el capítulo anterior.

A continuación se presenta en la figura 4.34 una comparación de los resultados de resistencia obtenidos en ambos sistemas a los diferentes tiempos de unión, donde podemos ver que el comportamiento de los 2 sistemas es similar, se llega a un punto máximo y posteriormente los valores se mantienen:

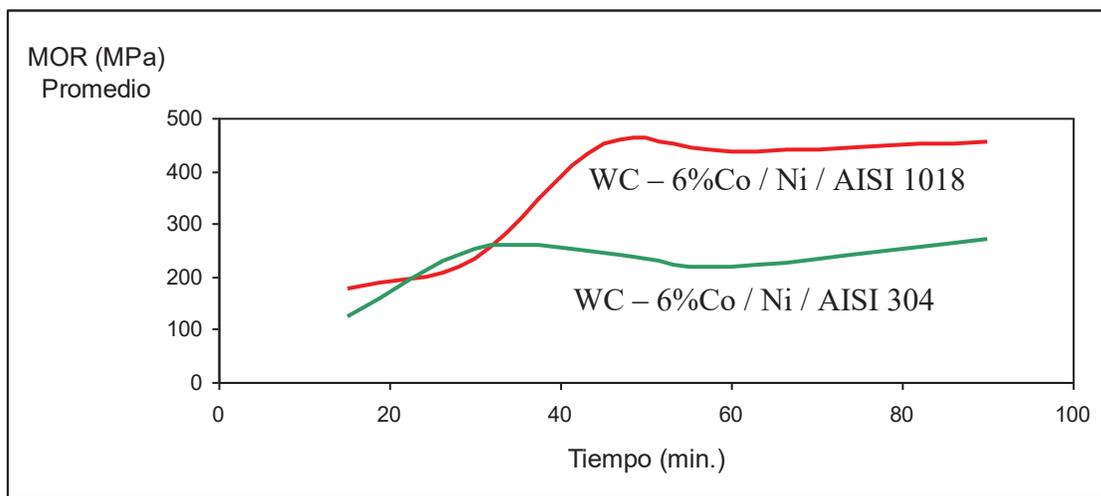


Figura 4.34 Valores de MOR a diferentes tiempos para ambos sistemas.

La tabla 4.5 presenta los resultados para diversos sistemas que utilizaron un cermet de WC para realizar uniones con otros materiales. Los resultados que obtuvimos son del mismo orden e incluso, el promedio de las resistencias de unión observadas en ambos sistemas es mayor que en la mayoría de los casos. Debe remarcarse que en las uniones de este material compuesto con otros materiales, generalmente se han utilizado procesos en una atmósfera de vacío, lo cual, nos proporciona por lo general mejores resultados que utilizando una atmósfera inerte.

También algunos de ellos utilizan equipos con un prensado en caliente, el cual utiliza una fuerza externa que proporciona una mayor presión sobre los materiales a unir y un contacto más íntimo entre las superficies durante todo el proceso, proporcionando mejores resultados finales.

Tabla 4.5 Tabla que muestra los diferentes valores obtenidos para diversos sistemas de unión a un cermet de WC.

Materiales unidos	Temperatura (°C)	Tiempo (minutos)	Intercapa de unión	Atmósfera	Resistencia (MPa)	Referencia
Cermet/Ni ₃ Si ₂	1050 - 1100	180 - 360	Fe-Ni-Cr	Vació	>90	10
Cermet/Sialon	1100	30	Fe-Ni-Cr	Vació	150	10
Cermet/Ni ₃ Si ₂	610	30	Al	Vació	208	57

4.5.1 Caracterización de la falla

Se llevó a cabo una caracterización de las superficies obtenidas al momento de presentarse la falla a raíz de la aplicación de carga por medio del ensayo por cuatro puntos utilizando la técnica de MEB-EDS.

Para la configuración WC-6%Co / Ni / AISI 1018 no todas las muestras la presentaron, algunas de ellas soportaron el esfuerzo de carga, y se observó que las que si se lograron separar lo hicieron en la interfase Ni / WC-6%Co quedando la lámina que compone a la intercapa adherida al AISI 1018 y otras en la interfase acero / níquel quedándose la intercapa adherida al material compuesto.

Para el periodo de 15 minutos todas las muestras fallaron sin embargo, en una de ellas, la falla se presento en la interfase níquel – material compuesto por lo que el elemento utilizado como intercapa quedo adherido al acero, para el periodo comprendido por 30 minutos, las muestras no se lograron separar, y para los 45 minutos, solo en dos ocasiones la muestra fallo y lo hizo en la interfase níquel – material compuesto, en el lapso de 60 y 90 minutos todas las muestras se separaron en sus interfases acero – níquel correspondientes. El análisis por EDS-RX se realizó entonces sobre las nuevas superficies formadas producidas para la muestra a 90 minutos ya que es el periodo de tiempo en el cual se obtuvieron los más altos resultados de resistencia.

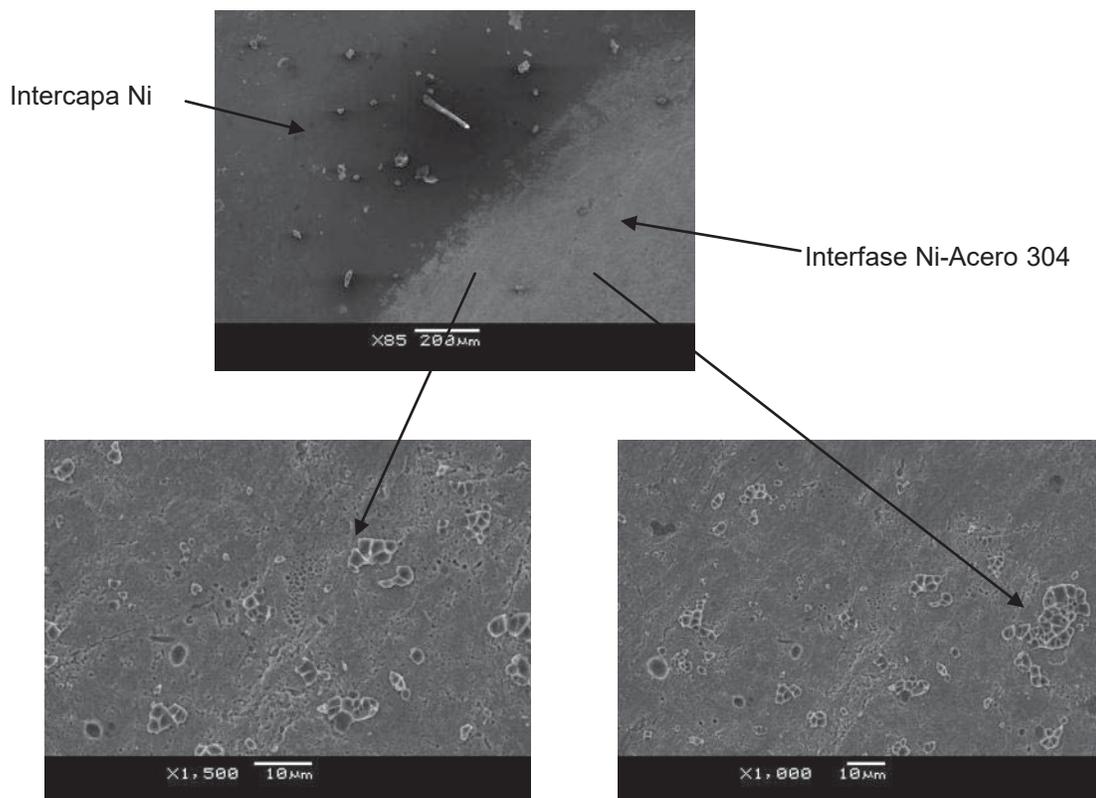
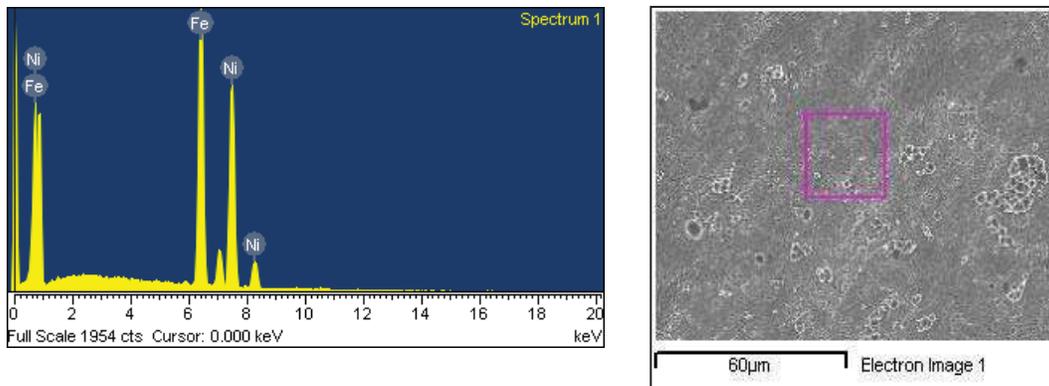


Figura 4.35 Imágenes de las diferentes características presentes en la zona de falla sobre la nueva superficie de la intercapa de Ni puro. Muestra a 90 minutos. Por diferentes aumentos, 85, 1000 y 1500x.

En las imágenes de la figura 4.35 se puede notar masa de níquel que fue desprendida al momento de la falla y que se encontrara seguramente sobre la superficie del acero, esto debido a la gran ductilidad y baja resistencia de material utilizado como intercapa aunado a la fuerte interacción presente en esta interfase, el enlace formado entre el acero y el Ni en algunas zonas tuvo gran resistencia al esfuerzo aplicado, por lo que el material se desprende y no se queda en su forma monolítica.

Los análisis por EDS mostraron la presencia solamente de Fe y Ni sobre la superficie de la intercapa, el cual se presenta en la figura 4.36:



Elemento	% En peso
Fe K	45.41
Ni K	54.59
Total	100.00

Figura 4.36 Análisis químico semicuantitativo de la nueva superficie formada sobre la intercapa de Ni al momento de la falla. Muestra a 90 min.

Por otro lado esta la superficie formada en el acero AISI 1018, donde se puede observar el área de contacto con la intercapa y cúmulos de granos desprendidos de la misma comprendidos sobre la superficie del acero, como se muestra en la figura 4.37.

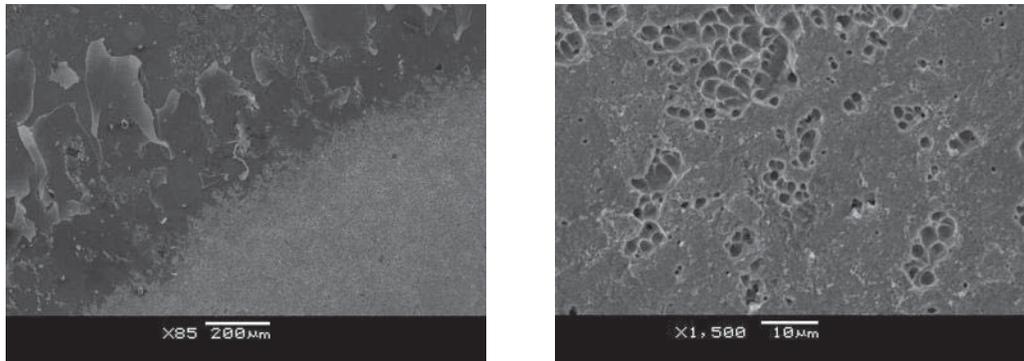


Figura 4.37 Nueva superficie en el acero 1018 a raíz de la falla, interfase Ni / Acero a un tiempo de 90 minutos.

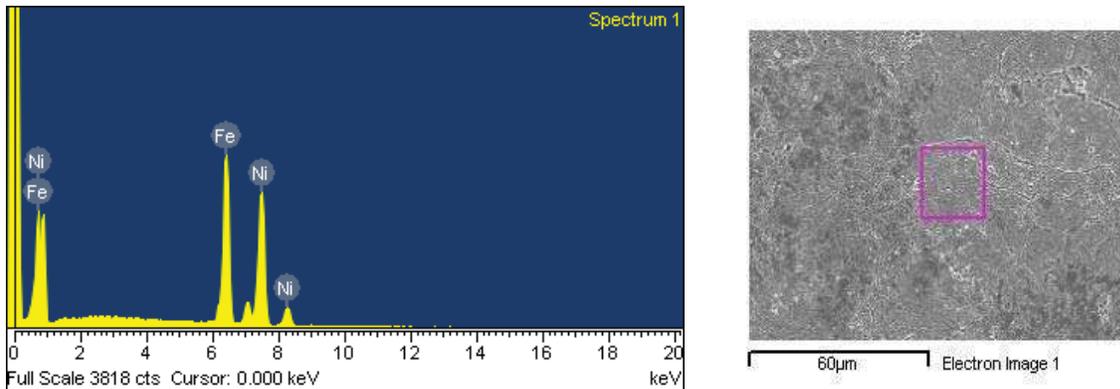


Figura 4.38 Análisis de elementos sobre la nueva superficie formada en el acero por la falla en la interfase Ni / Acero a un tiempo de 90 minutos. Para este análisis se registraron valores de 42.59% en peso de Fe y 57.41% peso de Ni respectivamente.

Se debe hacer notar que el área de contacto entre las superficies acero – níquel no es en la totalidad del área de la superficie de la muestra, esto debido a la preparación superficial y a la geometría de las piezas, podemos ver que parte del material usado como intercapa quedo incrustado en el acero, suponemos entonces que en esas áreas la interacción fue mayor y por consiguiente está no es uniforme en lo que comprende a toda el área de contacto entre los componentes.

En el arreglo WC – 6%Co / Ni / AISI 304, todas las muestras fracturaron, lo hicieron en la interfase acero – níquel, quedándose la lamina que compone a la intercapa adherida al material compuesto. Nuevamente el análisis por EDS se llevo a cabo en la muestra a 90 minutos, la presencia de un camino de porosidades a lo largo de esta interfase de unión representa un patrón de falla presente a mayor o menor escala en todos los periodos de tiempo evaluados para este sistema.

Esto aunado al efecto negativo de la diferencia de coeficientes de expansión térmica entre los componentes. En la Figura 4.39 se presenta la zona del análisis.

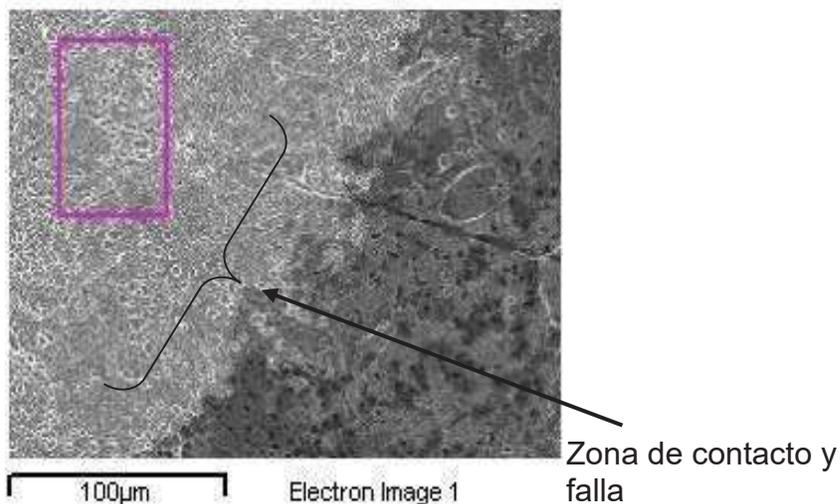


Figura 4.39 Superficie formada sobre el acero 304 mostrando el área real de contacto entre los materiales.

Se presentan entonces dos superficies, una sobre el Ni puro la cual nos denota un intercambio de elementos de la siguiente forma; Cr en un 9.44%, Fe 34.31% y Ni 48.47% en peso respectivamente, así como un contenido de 7.11% de C.

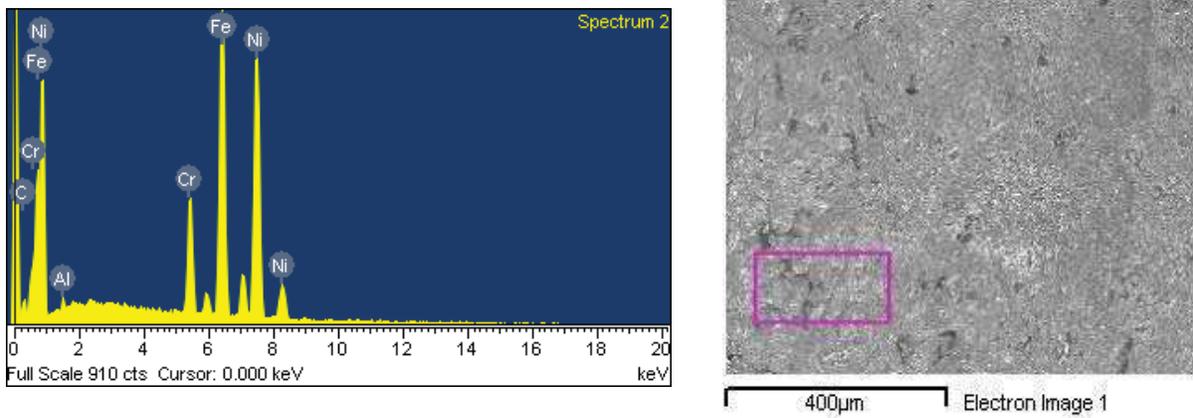


Figura 4.40 Análisis de elementos sobre la nueva superficie formada en la intercapa en la falla de la interfase Ni / Acero a un tiempo de 90 minutos.

Y otra sobre la superficie del acero 304, donde el análisis nos señala valores de 9.13% en peso para el Cr, 32.88% Fe y 57.20% Ni.

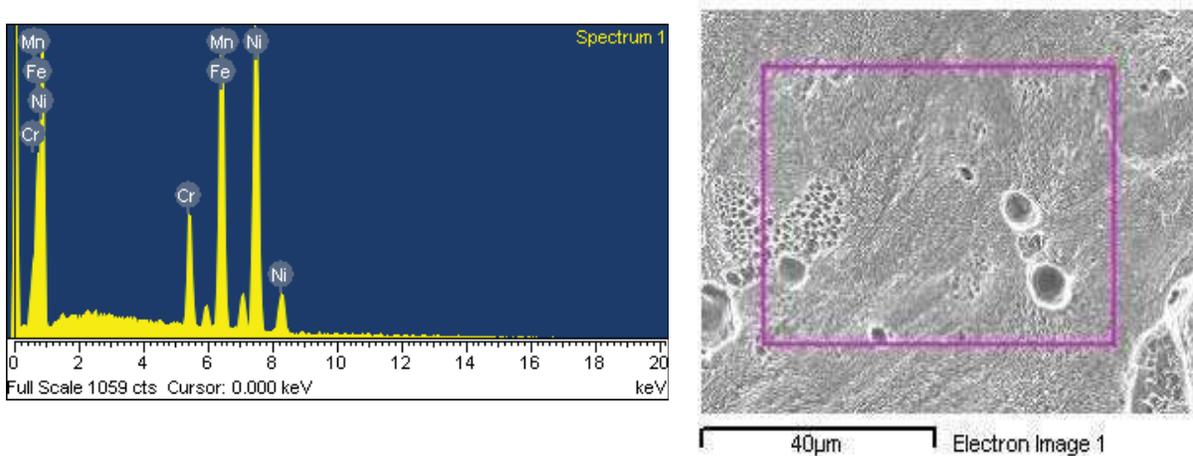


Figura 4.41 Análisis de elementos sobre la nueva superficie formada en el acero 304 de la falla en la interfase Ni / Acero a un tiempo de 90 minutos.

Estos últimos resultados de los análisis nos confirman la interdifusión de las especies en estudio, mostrando un falla que corre a lo largo de la interfase formada de menor resistencia mecánica, cuyo comportamiento es de tipo dúctil ya que no muestra indicios estructurales de una zona de fractura frágil por la formación de algún compuesto o aleación que fragilicé dicha zona de interacción.

BIBLIOGRAFÍA

1. J. A. Fernie, A. J. Sturgeon, *“Joining Ceramic Materials”*, TWI Abington, Cambridge CBI GAL, UK, 1997.
2. O. M. Akselsen, *“Diffusion bonding of ceramics”* J. Mater. Sci., Vol. 27, No. 3, 1992, Pag. 569 – 579.
3. Mikell P. Grover, *“Fundamentos de manufactura moderna”*, Materiales, Procesos y Sistemas, Prentice Hall, 1997.
4. Mel M. Schwart, *“Ceramic Joining”*, American Society for Metal International, Materials Park, USA. 1990.
5. ASM International *“Engineering materials handbook Vol. 1 Composites”* Metal Park, Ohio, 1989.
6. D. Lewis, *“Metal matrix composites: Processing and interfaces”*, Academic Press, New York, USA, 1987.
7. Sydney H. Avner, *“Introducción a la metalurgia física”*, McGraw Hill, segunda edición, USA 1974.
8. <http://www.carbideprocessor.com>
9. James F. Shakelford, *“Ciencia de materiales para ingenieros”*, Prentice Hall, 3ª Edición, 1992.

10. Metal Handbook, 10^a Ed., Vol. 1, "*Properties and Selection: Iron, Steels, and High Performance Alloys*", American Society of Metals, Metals Park, Ohio, 1990.
11. William F. Smith, "*Fundamentos de la ciencia e ingeniería de los materiales*", Tercera Edición, McGraw Hill 1998.
12. L. H. Van Vlack, "*Tecnología de materiales*", Alfaomega S.A. de C.V., México 1996.
13. Ceja Cárdenas Leonel, "*Estudio Interfacial y Evaluación Mecánica durante la Unión de Carburo de Tungsteno y Níquel empleando una Aleación de Cobre*", Instituto de Investigaciones Metalúrgicas – UMSNH, Tesis Maestría, México, 2005.
14. J. A. Schey, "*Procesos de manufactura*", Tercera edición, McGraw Hill, España 1999.
15. M. Cardellach, "*Desgaste de carburos cementados*", Tesis de licenciatura. Departamento de ciencias de los materiales, Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, España.
16. Brown, Le May, Bursten, "*Química; La ciencia central*", Quinta Edición, Prentice Hall, México, 1991.
17. J. Apraiz Barreiro, "*Aceros especiales y otras aleaciones*", Quinta edición, España 1982, Págs. 423-497.
18. R. Colomber, J. Hockmann, "*Aceros inoxidables, aceros refractarios*", Ediciones Urmo, España 1968, Págs. 422-509.
19. Metals Handbook, Novena Edición. Vol. 3 ASM, Metal Park Ohio, 1980.

20. J.A. Fernie, A.J. Sturgeon, Joining ceramic materials, *Bonding & Joining, Metals and Materials*, April 1992, p. 212-217.
21. A.E. Martinelli, R. A. L. Drew, "A review on joining non-oxide ceramics to metals", *Journal of the Canadian ceramic society*, Vol. 66 No. 4, Nov. 1997, Pags. 276 – 283.
22. E. P. DeGarmo, "Materiales y procesos de fabricación", Segunda edición, Editorial Reverte S.A. España, 1994.
23. J.M. Howe, "Bonding, structure and properties of metal/ceramic interfaces", *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, Vol. 314, 1993, p. 27-37.
24. K. Suganuma, T. Okamoto, "Method for preventing thermal expansion mismatch effect in ceramic-metal joining", *Journal of material science letters*. Vol. 4 1985. Pags. 648-650.
25. S. D. Peteves, G. Ceccone, M. Paulasto, V. Stamos and P. Yvon, "Joining silicon nitride to itself and to metals", *JOM*, January 1996, p. 48-52.
26. M. G. Nicholas, R. M. Crispin, "Diffusion bonding stainless steel to Alumina using Al interlayers", *J. Mater. Sci.* Vol. 17 1982, Pag. 3347-3360.
27. D. Treheux, P. Lourdin, B. Mongo, "Metal/ceramic solid state bonding: Mechanisms and mechanics", *Scripta Metall. Et Mater.* Vol. 31 No. 8 1994 Pags. 1055-1060.
28. S. D. Peteves, M. G. Nicholas, "Materials factors affecting joining of silicon nitride ceramics", *Metal Ceramic Joining. The Minerals, Metals and Mater. Soc.* 1992 Pag. 43-65.
29. William D. Callister, "Materials science and engineering, An Introduction", John Wiley and Sons, inc. Pg. 92-112. Quinta Edition, 1999.

30. Verhoeven, John D., *"Fundamentos de metalurgia física"*, Editorial Limusa, 1987.
31. Guy A.G., *"Elementos de metalurgia física"*, Editorial Addison Wesley, 1974.
32. P.G. Shewman, *"Transformations in metals"*, Editorial McGraw Hill, 1969.
33. J. L. Ruiz, *"Diffusion bonding of silicon nitride to titanium"* Tesis Doctoral, Department of Mining and Metallurgical Engineering, McGill University, Montreal, Canada. 2000.
34. D.A. Porter, K. E. Easterling, *"Phase transformations in metals and alloys"*, Editorial Chapman Hall 1994.
35. S. Elliot, I. A. Bucklow, E. R. Wallach, *"An examination of diffusion bonded interfaces in a mild steel"*, J. Mater. Sci. Vol. 15, 1980. Pag. 2823-2833.
36. E. A. Almond, A.M. Cottenden, *"Metallurgy of interfaces in hardmetal/metal diffusion bonds"*, Metals Sci. Vol. 17, 1983. Pag. 153-158.
37. W. Chen, A.S. Argon, *"Diffusive growth of grain-boundary cavities"*, Acta Metall., Vol. 29. 1981 Pags. 1759-1768.
38. B. Derby, E.R. Wallach, *"Diffusion bonds in iron and low-alloy steel"*, J. Mater. Sci. Vol. 19 1984 Pags. 3149-3158.
39. A. Hill, E.R. Wallach, *"Modeling solid-state diffusion bonding"*, Acta Metall, Vol. 37 No. 9 1989. Pags. 2425-2437.
40. B. Derby, E. R. Wallach, *"Theoretical model for diffusion bonding"*, Metal Sci. Vol. 16 January, 1982. Pag. 49-56.

41. Katsuaki, Suganuma, "*Joining non-oxide ceramic*", Department of material science and engineering, Japan 1989.
42. A. P. Tomsia, R. E. Loehman, "*Reactions and microstructure at selected ceramic/metal interfaces*", Materials and manufacturing processes. Vol 9 No. 3 1994 Pags. 547-561.
43. B. J. Dalgleish, E. saiz, A. P. Tomsia, "*Interface formation and strength in ceramic/metal systems*", Scripta Metallurgia et Materialia Vol. 31 No. 8 1994 Pags. 1109-1114.
44. D. Brandon, W.D. Kaplan, "*Joining process, an Introduction*", John Wiley and sons, New York 1997.
45. K. Suganuma, T Okamoto, M. Koizumi, "*Effect of interlayers in ceramic-metal joints with thermal expansion mismatches*", Communications of the American ceramic society, 1984, 256-257.
46. G. Cam, K. H. Bohm, "*The fracture behavior of diffusion bonding duplex gamma TiAl*", JOM November 1996. Pags. 66-68.
47. G. D. Quinn, "*Strength and proof testing*", Engineered materials handbook. Vol. 4 USA 1991. Pags. 585-598.
48. M. G. Bassin. "*Static's and strength of materials*", Gregg Division, McGraw Hill NY 1988
49. D. W. Richerson, "*Modern ceramic engineering*", Second edition, New York, 1992M.
50. R. L Mott, "*Resistencia de materials aplicada*", Prentice Hall Hispanoamericana S.A. Mexico, 1996.

51. Peng He, J. Zhang, R. Zhou, *"Diffusion bonding technology of a titanium alloy to a stainless steel web with an Ni interlayer"*, Materials Characterization, Vol. 43, Pag. 287-292, 1999.
52. J. Feng, L. Zhang, *"Interface structure and mechanical property of the brazed joint of TiC cermet and steel"*, Journal of the European ceramic society, 2005.
53. B. V. Cockeram, *"Flexural strength and shear strength os SiC to SiC joints fabricated by a Molybdenum diffusion bonding technique"*, J. Am. Ceram. Soc. No. 88, Pag. 1892-1899, 2005.
54. Won-Bae Lee, B. Kwon, S. Jung, *"Effects of the Cr₃C₂ on the microstructure and mechanical properties of the brazed joints between WC-Co and carbon steel"*, International journal of refractory metal and hard materials, 2005.
55. <http://www.fisica.uh.cu/bibvirtual>
56. Dialog on Disc Books 3.11.1, *"Alloy phase diagrams Vol. 3"*, ASM international alloy phase diagram and the handbook committees, 1992.
57. Flores López José Germán, *"Unión de nitruro de silicio a titanio empleando una aleación de cobre"*, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas – UMSNH, Tesis Maestría, México, 2006.
58. G. Elssner, G. Petzow, *Metal / Ceramic Joining*, ISIJ International, Vol. 30, No. 12, 1990, p. 1011-1032.

CAPÍTULO: 5

CONCLUSIONES

A continuación se presentan las conclusiones que se han obtenido de la unión de los sistemas WC-6%Co / Ni / Acero AISI 304 y AISI 1018 mediante el uso de la técnica de difusión en fase sólida bajo una atmósfera de argón, en una temperatura de 1000° C. Estas conclusiones se basan en la caracterización interfacial y de las superficies fracturadas, así como en los valores obtenidos en la evaluación mecánica.

- Si es posible producir uniones entre estos materiales por los diferentes tiempos utilizados (15 hasta 90 minutos) en una temperatura de 1000° C, bajo una atmósfera de argón.
- La unión entre los materiales se produce por la formación de una zona de interacción entre los componentes de los distintos materiales.
- La zona de interacción esta constituida por la interdifusión entre los elementos comprendidos en la composición de los aceros (Fe, Cr) y la intercapa de unión Ni, así como entre la intercapa y los componentes del material compuesto (W,

C y Co) donde la longitud de la interdifusión se incrementa en forma proporcional con el tiempo de unión utilizado.

- La zona de difusión no presenta indicios de formación de nuevas fases o intermetálicos y se caracteriza por estar libre de porosidades, grietas o defectos sobre la estructura de los materiales en la combinación a mayor tiempo para ambos sistemas. Debido al poco contraste de la zona de difusión dentro de cada uno de los componentes, la medición del espesor de la misma no se pudo llevar a cabo con exactitud.
- Se observó también la difusión del tungsteno hacia la intercapa de unión, lo cual es extraño debido a la gran estabilidad de las partículas de WC a temperaturas mucho mayores que la utilizada en el proceso.
- Las máximas resistencias de unión en ambos sistemas fueron obtenidas a tiempo de 90 minutos, sin embargo a partir de los 30 y 45 minutos se obtuvieron valores promedio con poco margen de diferencia, asociado a la disminución en la velocidad de crecimiento de la capa de difusión.
- El valor promedio máximo obtenido para el sistema WC-6%Co / Ni / Acero AISI 304 es de 270 MPa, sin embargo a un tiempo de 30 minutos se obtuvo un valor promedio de 253 MPa lo cual comprueba lo establecido anteriormente. En el caso de la configuración con acero AISI 1018 se presenta un valor de 455 MPa para el tiempo de 90 minutos, aunque, en el periodo de 45 minutos se tiene un promedio de 452 MPa.
- La interacción a mayor escala entre el Fe contenido en el acero 1018 y el Ni de la intercapa nos resulta en mayores valores de resistencia de unión para la interfase formada en este sistema, esto debido a que el Ni forma aleaciones sólidas de alta tenacidad aunado a que sus propiedades mecánicas se

mantienen aun a temperaturas como los 1100°C y son semejantes a las de los aceros al carbono.

- La fractura de los componentes nos presenta un carácter dúctil, esto debido a las propiedades y características del material utilizado como intercapa, la falla se presenta en la interfase acero / Ni de la mayoría de las muestras, como se a reportado por distintos autores (referencia numero 51) y por lo que la adhesión del níquel al carburo cementado resultó ser de mayor resistencia que la misma pero en la interfase metal / metal formada entre el acero y el Ni.
- Debido a la falta de tiempo y disponibilidad de equipo no se logro evaluar el efecto de la formación de carburos debido a la temperatura de proceso utilizada sobre la constitución de la interfase acero inox. / Ni y su resistencia mecánica en el caso de la configuración que comprende al acero 304, así como el análisis de los esfuerzos residuales en las interfases comprendidas en el componente final para ambos sistemas, estos últimos estudios representan una recomendación a tomarse en cuenta para trabajos posteriores.