



UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES
PROGRAMA DE MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**PRODUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ENSAMBLES HÍBRIDOS
ALÚMINA/ACERO AISI 410S POR EL MÉTODO *BRAZING***

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN METALURGIA Y CIENCIAS DE
LOS MATERIALES PRESENTA:

ING. ARMANDO CARRILLO LÓPEZ

ASESOR DE TESIS

Ph.D. JOSÉ LEMUS RUIZ

Morelia, Michoacán. Julio de 2015.

CONTENIDO

ÍNDICE.....	2
ÍNDICE DE FIGURAS.....	4
ÍNDICE DE TABLAS.....	7
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN.....	11
1.1 JUSTIFICACIÓN.	17
1.2 OBJETIVOS.	18
1.2.1 Objetivo general.	18
1.2.2 Objetivos particulares.	18
1.3 HIPÓTESIS.	19
CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	20
2.1 ANTECEDENTES DE LOS MATERIALES DE INICIO.	20
2.1.1 Alúmina.	20
2.1.2 Aleación cobre-zinc.	24
2.1.3 Niobio.	27
2.1.4 Plata.	28
2.1.5 Acero inoxidable AISI 410S.	30
2.2 MÉTODOS DE UNIÓN DE MATERIALES.	32
2.3 EL MÉTODO DE SOLDADURA FUERTE O <i>BRAZING</i>	33
2.4 VENTAJAS DEL MÉTODO <i>BRAZING</i>	37
2.5 MECANISMOS DE DIFUSIÓN.	38
2.6 PROBLEMAS A RESOLVER DURANTE LA UNIÓN METAL/CERÁMICO.....	43
2.7 MECANISMOS DE FRACTURA DE LA UNIÓN METAL/CERÁMICO.....	45
CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	48
3.1 MATERIALES DE INICIO.	49
3.2 ENSAMBLES DE UNIÓN TIPO SÁNDWICH.	51
3.3 ESTUDIO TERMODINÁMICO DE LOS DIAGRAMAS DE FASES.....	53
3.4 UNIÓN POR EL MÉTODO <i>BRAZING</i>	54
3.5 ANÁLISIS METALOGRAFICO DE LAS UNIONES.	57
3.6 EVALUACIÓN MECÁNICA DE LAS UNIONES.	57
CAPÍTULO 4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	60
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES DE INICIO.	60
4.1.1 Alúmina (Al_2O_3).....	60
4.1.2 Acero AISI 410S.	63
4.1.3 Aleación base cobre.....	64

4.1.4 Lámina de Niobio.	65
4.2 ANÁLISIS DE LOS DIAGRAMAS DE FASE.	68
4.3 RESULTADOS DE LA UNIÓN.	72
4.3.1 Temperatura de unión de 950°C.	73
4.3.2 Temperatura de unión de 980°C.	78
4.3.3 Temperatura de unión de 1010°C.	91
4.4 ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS DE LA UNIÓN.	98
4.5 EVALUACIÓN MECÁNICA DE LOS ENSAMBLES UNIDOS.	100
4.6 ANÁLISIS DE LA FRACTURA.	104
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES.	109
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	111

ÍNDICE DE FIGURAS

Capítulo 1. Introducción.

Figura 1.1 Segmentos de mercado para aplicaciones de cerámicos avanzados en 1995 [1].	11
--	----

Capítulo 2. Revisión bibliográfica.

Figura 2. 1 Clasificación de los materiales cerámicos de acuerdo a su aplicación.	21
Figura 2.2 Esquema de la estructura cristalina de la alúmina [25].	24
Figura 2.3 Diagrama de fase Cu- Zn [27].	25
Figura 2.4 Procesos de unión de cerámicos.	32
Figura 2.5 Secuencia de eventos durante la difusión en estado líquido.	35
Figura 2.6 Fuerzas superficiales actuando entre un líquido en equilibrio y descansando sobre un sólido [12].	35
Figura 2.7 Condiciones de: (a) no mojado, y (b) mojado; en un sistema metal/cerámico.	36
Figura 2.8 Mecanismos de difusión: (a) por vacantes; (b) intersticial.	39
Figura 2.9 Gradiente de concentración para la difusión [5].	40
Figura 2.10 Problemas presentes en la interfase de unión metal/cerámico [12].	44
Figura 2.11 Esquema de esfuerzos residuales presentes durante el enfriamiento [12].	46
Figura 2.12 Esquema del uso de metales dúctiles para la reducción de esfuerzos residuales. ..	47

Capítulo 3. Desarrollo experimental.

Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental.	48
Figura 3.2 Dispositivo para la medición de la densidad de un cuerpo por el método de Arquímedes.	51
Figura 3.3 Ensamblajes del sistema: (a) Cu-Zn y (b) Cu-Zn-Ag.	52
Figura 3.4 Metalizado de plata.	52
Figura 3.5 Portamuestras de grafito.	54
Figura 3.6 Esquema representativo del acomodo de componentes en el portamuestras.	55
Figura 3.7 Esquema del horno de cámara tubular.	55
Figura 3.8 Ciclo de calentamiento del proceso de unión metal/cerámico.	56
Figura 3.9 (a) Cortadora de baja velocidad; (b) Corte transversal de la muestra.	57
Figura 3.10 Máquina Zuick Roell Z100 y dispositivo de pruebas de corte.	58
Figura 3.11 Esquema de funcionamiento del dispositivo de pruebas de corte.	58

Capítulo 4. Análisis y discusión de resultados.

Figura 4.1 Distribución del tamaño de partícula de la alúmina.	61
Figura 4.2 Difractograma por rayos X de los polvos de α -alúmina.	61
Figura 4.3 Morfología de los polvos de alúmina a: (a) 2000X; (b) 5000X.	62
Figura 4.4 Difractograma de rayos X de la pastilla α -alúmina sinterizada a 1500°C por 2 horas en aire.	62
Figura 4.5 Microestructura a 3000X de una pastilla de alúmina sinterizada: (a) superficie de sinterización; (b) superficie de fractura.	63
Figura 4.6 Análisis del acero AISI 410S: (a) Difractograma por rayos X; (b) Análisis por EDS-SEM.	64
Figura 4.7 Análisis de la aleación base cobre: (a) Difractograma por rayos X; (b) Análisis por EDS-SEM.	65
Figura 4.8 Análisis de la lámina de niobio: (a) Difractograma por rayos X; (b) Análisis por EDS-SEM.	65
Figura 4.9 Muestreo de la rugosidad inicial del acero AISI 410S.	67
Figura 4.10 Muestreo de la rugosidad inicial de la alúmina.	67
Figura 4.11 Diagrama de fase Cu-Al [24].	69
Figura 4.12 Diagramas de fases: (a) Ag-Nb [45] y (b) Ag-Cu [46].	69
Figura 4.13 Diagramas de fases: (a) Cu-O [47] y (b) Cu-Nb [48].	70
Figura 4.14 Diagramas de fases: (a) Cu-Fe [49] y (b) Cu-Cr [50].	71
Figura 4.15 Diagrama de fases Fe-Nb [51].	71
Figura 4.16 Muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 950°C y tiempo de 15 minutos a: (a) 200X y (b) 500X.	74
Figura 4.17 Análisis químico de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 950°C y tiempo de 15 minutos.	75
Figura 4.18 Mapeo de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 950°C y tiempo de 15 minutos.	76
Figura 4.19 Interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 950°C y tiempo de 15 minutos.	77
Figura 4.20 Muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 5 minutos a: (a) 200X; (b) 500X.	79
Figura 4.21 Análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.	79
Figura 4.22 Análisis puntuales de la interfase Nb/Al ₂ O ₃ de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.	80
Figura 4.23 Análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.	82
Figura 4.24 Análisis puntuales de la interfase Nb/Al ₂ O ₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.	83

Figura 4.25 Análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos.	85
Figura 4.26 Análisis puntuales de la interfase Nb/Al ₂ O ₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos.	86
Figura 4.27 Análisis químico de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 35 minutos.	88
Figura 4.28 Mapeo de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 35 minutos.	89
Figura 4.29 Muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de: (a) 25 minutos y (b) 35 minutos.	90
Figura 4.30 Interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de: (a) 15 minutos, (b) 25 minutos y (c) 35 minutos.	91
Figura 4.31 Análisis puntual de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.	92
Figura 4.32 Mapeo de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.	93
Figura 4.33 Análisis químico de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.	94
Figura 4.34 Análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.	95
Figura 4.35 Análisis puntuales de la interfase Nb/Al ₂ O ₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.	96
Figura 4.36 Arreglo alternativo de pruebas de corte.	103
Figura 4.37 Fragmento del extremo cerámico después del ensayo de resistencia mecánica. .	104
Figura 4.38 Difractograma de rayos X del extremo cerámico fracturado después del ensayo de resistencia mecánica.	105
Figura 4.39 Fragmento del extremo metálico después del ensayo de resistencia mecánica. .	106
Figura 4.40 Difractograma de rayos X del extremo metálico fracturado después del ensayo de resistencia mecánica.	107

ÍNDICE DE TABLAS

Capítulo 1. Introducción.

Tabla I.1 Propiedades físicas y mecánicas de algunos materiales cerámicos y metales.	12
---	----

Capítulo 2. Revisión bibliográfica.

Tabla II.1 Usos más comunes de los cerámicos avanzados [5].	21
Tabla II.2 Propiedades físicas y químicas de α -alúmina [1].	23
Tabla II.3 Porcentaje de carácter iónico y covalente del enlace para algunos materiales cerámicos [23].	23
Tabla II.4 Composiciones y fases presentes en las aleaciones Cu-Zn.	25
Tabla II.5 Efecto del zinc sobre las propiedades de las aleaciones de cobre.	26
Tabla II.6 Características físicas de los elementos de la aleación base cobre [4, 5].	27
Tabla II.7 Propiedades físicas y químicas del niobio [1, 5].	28
Tabla II.8 Propiedades físicas y químicas de la plata [1, 5].	29
Tabla II.9 Composición química del acero AISI 410S [29].	31
Tabla II.10 Propiedades físicas y químicas del acero AISI 410S [29, 30].	31

Capítulo 3. Desarrollo experimental.

Tabla III.1 Dimensiones de los componentes de la unión.	49
Tabla III.2 Características físicas y químicas de los elementos de unión [1, 4, 5].	53

Capítulo 4. Análisis y discusión de resultados.

Tabla IV.1 Resultados de unión a la temperatura de 950°C.	73
Tabla IV.2 Resultados de unión para la temperatura de 980°C.	78
Tabla IV.3 Resultados de análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.	80
Tabla IV.4 Resultados de análisis puntuales de la interfase Nb/Al ₂ O ₃ de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.	81
Tabla IV.5 Resultados de análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.	82

Tabla IV.6 Resultados de análisis puntuales de la interfase Nb/Al ₂ O ₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.	84
Tabla IV.7 Resultados de análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos.	86
Tabla IV.8 Resultados de análisis puntuales de la interfase Nb/Al ₂ O ₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos.	87
Tabla IV.9 Resultados de unión para la temperatura de 1010°C.	91
Tabla IV.10 Análisis puntuales de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.	93
Tabla IV.11 Resultados de análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.	96
Tabla IV.12 Resultados de análisis puntuales de la interfase Nb/Al ₂ O ₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.	97
Tabla IV.13 Evaluación mecánica de las uniones metal/cerámico: Pruebas de corte.	102
Tabla IV.14 Resultados de análisis de las zonas del extremo cerámico después del ensayo de resistencia mecánica.	105
Tabla IV.15 Resultados de análisis de las zonas del extremo metálico después del ensayo de resistencia mecánica.	107

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se realizó la unión disímil alúmina/acero AISI 410S por el método de soldadura fuerte, *brazing*, utilizando una aleación 70Cu-30Zn % peso como elemento de unión y una lámina de niobio como intercapa de unión; el proceso de unión se llevó a cabo en una atmósfera controlada de gas argón. Las variables de proceso fueron la temperatura y el tiempo de unión. Se utilizaron configuraciones tipo sándwich integradas por alúmina/Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/Acero AISI 410S en dos sistemas: con y sin metalizado de plata de las superficies a unir.

Se realizaron las uniones metal/cerámico controlando las variables de proceso, para posteriormente ser cortadas de forma transversal. Se utilizó microscopía electrónica de barrido a fin de observar el comportamiento en la formación de la interfase, empleando las técnicas de análisis lineales y mapeos atómicos de los componentes. El uso de la intercapa de niobio representó un factor determinante en el control del crecimiento de la interfase. Se obtuvieron uniones exitosas a las temperaturas de 950, 980 y 1010°C, y diferentes tiempos de unión, en las que se pudo observar la formación de interfases homogéneas tanto entre el metal y el niobio, así como entre el niobio y el cerámico.

Es importante notar el comportamiento de las uniones de acuerdo a las variables de proceso: a mayor temperatura de unión, se reduce la cantidad de tiempo de unión requerido, esto debido a que los mecanismos de difusión presentan incrementos en función de la temperatura. Se observó además, la presencia de diferentes fases en la zona de unión formadas a partir de la interacción de los elementos. El uso del niobio como barrera de unión y su efecto en la resistencia de los ensambles híbridos fue evaluado por el método de corte, obteniéndose valores de resistencia de 24.15 MPa en condiciones de proceso de 980°C y 25 minutos, así como de 37.75 MPa para 1010°C y 15 minutos.

Palabras clave: unión disímil, alúmina, interfase de unión, intercapa de niobio, *brazing*.

ABSTRACT

In this work alumina was brazed to AISI 410S stainless steel using a 70Cu-30Zn wt.% alloy as joining element and a niobium plate as interlayer. The joining process was carried out at constant temperature of 950, 980 and 1010°C, varying the joining time between 5 and 35 minutes, under controlled atmosphere of argon gas. A sandwich type assembly $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/AISI 410S}$ was used, with and without a silver plating.

After the joining process, the samples were cut transversely. The joining interlayer was observed by scanning electronic microscope techniques such as EDS and line scan. The aim was to use the niobium plate, a stable element, as a joining interlayer which was going to be a determinant factor in the interface growth control. The results showed that it was possible joining alumina to AISI 410S stainless steel in the described process, with successful joints at 950, 980 and 1010°C, and different joining times observing the formation of homogeneous diffusion zones.

According to the process variables, it was observed that the higher the temperature, the lesser the joining time because the diffusion mechanisms were temperature dependent. The joint was carried out by the inter-diffusion of the elements at the interface. The niobium plate as joining interlayer and its effect in the bond strength was evaluated by shear strength test, getting strength values of 24.15 MPa under process conditions of 980°C and joining time of 15 minutes; and 37.75 MPa at 1010°C and joining time of 25 minutes.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN.

Los materiales cerámicos fueron utilizados en la antigüedad antes de la llegada y desarrollo de las técnicas de metalurgia. Actualmente, todavía son utilizados de forma amplia en utensilios domésticos y en las artes, aunque están tomando un lugar primordial como materiales de ingeniería. En este sentido, los cerámicos avanzados son reconocidos como materiales fantásticos a pesar de que los desarrolladores de materiales e ingenieros aún no han aprendido a trabajar con ellos en plenitud, siendo una de las mayores razones la diferencia de propiedades, como ductilidad y fragilidad, presente entre metales y cerámicos. De todos los materiales sintéticos, los cerámicos tradicionales son los que tienen mayor historia. Tradicionalmente, los materiales cerámicos han sido basados en arcillas con o sin la adición de otros minerales [1]. Sin embargo, el uso del término cerámico avanzado ha entrado en la denominación hace apenas unos sesenta años, para designar materiales no basados en arcillas sino mas bien en óxidos, carburos, nitruros o boruros, mediante enlaces iónicos o covalentes, con características mecánicas mayores debido a su tamaño de grano fino y elevada densidad. Los segmentos de mercado de los materiales cerámicos avanzados se aprecian en la Figura 1.1.

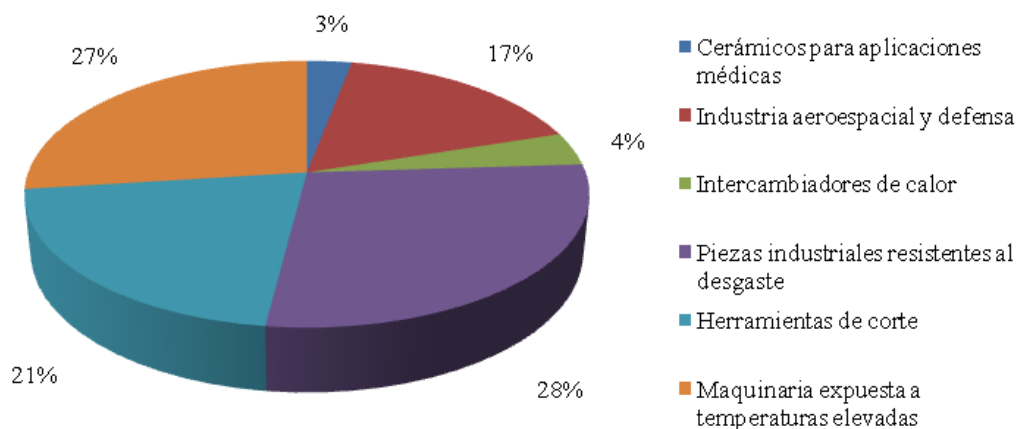


Figura 1.1 Segmentos de mercado para aplicaciones de cerámicos avanzados en 1995 [1].

A fin de obtener resultados favorables en la unión de materiales se requiere de información característica de cada material como: coeficiente de expansión térmica, módulo elástico, resistencia a la fractura, entre otros, lo cual permitirá hacer un análisis de las uniones y poder establecer el alcance de las mismas [2]. La Tabla I.1 muestra algunas propiedades características de los cerámicos y metales donde se puede observar las marcadas diferencias que existen entre ambos [1, 3-5].

Tabla I.1 Propiedades físicas y mecánicas de algunos materiales cerámicos y metales.

Material	Temperatura de fusión (°C)	Densidad teórica (g/cm ³)	Coeficiente de expansión térmica (10 ⁻⁶ /°K)	Cedencia máxima (MPa)	Módulo elástico (GPa)
WC	2800	15.8	5.2	600	700
SiC	2700*	3.2	4.5	650	430
Si ₃ N ₄	1900*	3.14	3.1	700-1000	310
ZrO ₂	2960	5.6	7.5	180	140
Al₂O₃	2050	3.96	4.6	550	380
Al	660	2.7	22.4	200	70
Cu	1083	9.0	16.4	220	130
Aleación Cu-Zn	950	8.4-8.9	19.9	325-525	100
Ag	962	10.49	19.7	170	87
Nb	2468	8.5	7.1	240-550	104
Fe	1536	7.9	12.6	260	210

*Descomposición.

Las técnicas y métodos de unión han sido desarrollados durante muchos años tanto en uniones metal/cerámico como en uniones cerámico/cerámico. En la actualidad, estas técnicas de unión aunadas a las características especiales de los materiales cerámicos avanzados como son estabilidad dimensional, alta resistencia, buen comportamiento al desgaste, etc., han logrado extender su uso reemplazando materiales existentes y haciendo de los cerámicos avanzados una opción interesante para un número de aplicaciones ingenieriles dentro del sector industrial, como son:

- a) **Industria automotriz:** A pesar de que las aplicaciones de materiales cerámicos han sido utilizados por muchos años en la industria automotriz, se continúan desarrollando para su empleo en válvulas de motores diesel o discos de carbón cerámico para

sistemas de frenado debido a las ventajas de coeficiente de dilatación, fricción y a la reducción de las fuerzas de inercia [1, 2].

- b) **Industria aeroespacial:** Los cerámicos avanzados han sido utilizados en estructuras espaciales, componentes de propulsión de cohetes, aviones y helicópteros, así como recubrimiento para aislamiento térmico; se pueden encontrar también componentes de Si_3N_4 en turbocargadores y de SiC en turbinas de gas [1, 2].
- c) **Industria nuclear:** Debido a las propiedades inertes que presentan los materiales cerámicos se potencializa su uso en reactores nucleares y otras aplicaciones que involucran altas temperaturas y medios corrosivos [1, 2, 6].
- d) **Industria electrónica:** Se han presentado logros debido a la disponibilidad de materiales cerámicos avanzados como óxidos puros y mezclados para componentes electrónicos, así como el uso de técnicas de unión tipo soldadura de ola, *soldering* y/o *brazing* para la producción de empaquetamientos de multicapas, sustratos y metalizado de superficies [1, 2].
- e) **Aplicaciones médicas:** Los materiales cerámicos avanzados son utilizados en prótesis dentales, óseas, partes de marcapasos y válvulas debido a la ventaja de biocompatibilidad que aportan frente a los materiales tradicionales [1].
- f) **Intercambiadores de calor:** El uso en intercambiadores de calor se debe a la enorme estabilidad térmica y buena resistencia a la corrosión de estos materiales [1, 2, 6].
- g) **Aplicaciones de blindaje:** De forma general, se usan en forma de placas para protecciones de balística, debido a sus ventajas de densidad baja, resistencia elevada, gran dureza y módulo elástico [1, 6].
- h) **Herramientas de corte:** Los medios de corte han sido desarrollados por medio de la unión de pastillas de materiales cerámicos a portaherramientas. Este desarrollo se debe a la necesidad de trabajar en ambientes abrasivos, corrosivos y de temperaturas altas en la industria de la transformación, donde es muy común el uso de refrigerantes [1, 2, 6, 7].

El desarrollo de nuevas técnicas para la unión de materiales disímiles ofrece un amplio potencial de aplicaciones. Las características de los ensambles híbridos están siendo utilizadas dentro de las más diversas condiciones en la industria automotriz, aeronáutica, medicina, entre otras. Actualmente, el conocimiento de técnicas para producir uniones metal/cerámico está siendo ampliado por medio del desarrollo experimental, enfocando los esfuerzos de la investigación al conocimiento de las interacciones específicas entre las propiedades físico-químicas del material resultante de la unión y su posterior aplicación en campo.

La investigación de la unión de materiales ha llevado al desarrollo de metodologías tan variadas como exactas en diversas áreas de la ciencia, con una amplia gama de aplicaciones muy promisorias, tales como sellado de celdas de combustible, aplicaciones nucleares, herramientas de corte, así como también en aplicaciones médicas, donde se utilizan materiales con uniones metal/cerámico para la fabricación de dispositivos de grado quirúrgico, tales como implantes permanentes del sistema esquelético muscular, prótesis de córneas, capacitores en marcapasos e incluso implantes cosméticos maxilofaciales, entre otros [8, 9].

La tendencia a usar materiales compuestos estriba en la comprensión y el manejo de las características propias de cada componente; en este sentido, el arte radica en la conceptualización y fabricación de un material híbrido avanzado que presente las características óptimas para la aplicación específica. Los cerámicos son materiales ampliamente empleados en aplicaciones estructurales debido a sus excelentes propiedades como peso ligero, propiedades mecánicas excepcionales de dureza, módulo elástico y resistencia, bajo coeficiente de expansión térmica y notable resistencia a la oxidación. Actualmente, las partes cerámicas de tamaños pequeños y formas simples están disponibles de forma comercial, sin embargo al tratarse de componentes de tamaños mayores o formas complejas, los métodos de unión se perfilan como una opción viable.

Los procesos de unión facilitan el uso de los materiales mediante la fabricación de estructuras producidas por el acoplamiento de pequeñas piezas, a través de medios de unión adecuados [10]. La importancia de la unión de materiales radica en que permite incrementar el potencial práctico y funcional de los diferentes materiales, a fin de aprovechar las ventajas de superioridad tecnológica de los cerámicos, es necesario unirlos a partes metálicas, resultando en ensambles híbridos [11]. En la actualidad, existen muchos factores para buscar unir materiales disímiles, sin embargo, los motivos están asociados, en su mayoría, al diseño,

manufactura o factores económicos. Sin tomar en cuenta el método de unión empleado, la producción de una unión exitosa depende principalmente de tres factores:

- a) El establecimiento de un contacto íntimo entre las piezas a unir.
- b) La conversión de ese contacto superficial en un área unida a nivel atómico.
- c) La habilidad de las interfases de unión de acomodar los esfuerzos residuales producidos por la diferencia en los coeficientes de expansión térmica generados durante el enfriamiento después de la fabricación o por los cambios de temperatura en las condiciones de operación [12].

El incremento en el uso de cerámicos estructurales puede verse reflejado en muchas aplicaciones donde se requieren temperaturas de trabajo elevadas [8]. En general, la sustitución de aleaciones metálicas por materiales cerámicos, debido a un requerimiento crítico, requieren de un diseño nuevo que nos permita tomar ventaja de las propiedades del cerámico y compensar sus limitaciones de fragilidad y costo. Los materiales avanzados poseen características únicas que son deseadas en diferentes áreas de aplicación, como son:

- a) Retención de propiedades a elevadas temperaturas.
- b) Bajo coeficiente de fricción.
- c) Resistencia a la corrosión.
- d) Densidad baja.
- e) Aislamiento térmico y eléctrico.
- f) Bajo coeficiente de expansión térmica.

En gran parte de las aplicaciones de los materiales cerámicos, éstos no son empleados solos, sino como componentes que forman parte de un ensamble, por tanto el material cerámico debe ser unido a materiales convencionales para funcionar en forma adecuada. La

unión de cerámicos y aleaciones estructurales metálicas ha recibido bastante atención en los años recientes debido a sus propiedades potenciales y atractivas, así mismo por convertirse en una importante cuestión para aplicaciones diversas. Estos materiales pueden ser unidos por distintos procesos como son la unión por difusión, el uso de intercapas metálicas, el método de líquido en fase transitoria (*transient liquid phase, TLP*), el método de soldadura fuerte (*brazing*) y la unión por fricción [8, 13, 14]. Dentro de la gama de métodos de unión de materiales, el método por soldadura fuerte es considerado como una de las técnicas promisorias para la unión metal/cerámico o cerámico/cerámico, debido a su eficiencia y factibilidad.

Existen puntos relevantes a considerar en el presente trabajo, uno de ellos es la diferencia entre los coeficientes de expansión térmica (CET) de los elementos a unir, metal y cerámico. Dicha diferencia genera esfuerzos residuales durante el enfriamiento del proceso de unión; la reducción de los esfuerzos no es una tarea fácil y se realiza a través del control del enfriamiento del proceso, además de utilizar metales y la adición de aleaciones metálicas dúctiles [15]. Se pueden utilizar aleaciones comerciales que ayudan a formar una unión fuerte, mitigando la presencia de esfuerzos residuales en la zona de unión, que es un problema que afecta directamente la fiabilidad del producto durante el período de servicio o funcionamiento en campo [16].

Las propiedades de la interfase son sensibles a las variables del proceso y por lo tanto, es necesario un estricto control a altas temperaturas a fin de obtener uniones de calidad. Tradicionalmente, la calidad de la unión se juzga a partir del tamaño y continuidad de la misma, así como de los defectos presentes visibles en la zona de la unión, por lo cual se convierte en un proceso de optimización de ensayo y error, por medio de la selección de diferentes condiciones en la experimentación. Por otro lado, la calidad de las uniones metal/cerámico no sólo recae en lo anterior, existen otros factores como son: la capacidad de una unión química fuerte entre las interfases como consecuencia del comportamiento del mojado entre las superficies a unir; o el nivel de esfuerzos residuales en la zona de la unión, originados por la diferencia entre los coeficientes de expansión térmica característicos del cerámico y del metal.

De forma ideal, las aleaciones metálicas utilizadas como elementos de unión deberían tener una plasticidad alta y un coeficiente de expansión térmica intermedio entre el metal y el

cerámico, a fin de prevenir los gradientes de estrés en la zona de unión. Desafortunadamente, no siempre se cuenta con el elemento de unión ideal, por lo cual es necesario lidiar con las grandes diferencias entre los coeficientes de expansión térmica de los materiales base. Existen algunas estrategias para reducir los esfuerzos residuales que se presentan en la zona de unión, entre las cuales se encuentran:

- a) La aplicación de una o varias capas de metalización de los elementos base.
- b) La colocación de varias intercapas metálicas con diferentes coeficientes de expansión térmica que generen un puente gradual entre los elementos base.
- c) El uso de capas de unión de materiales compuestos (por ejemplo, refuerzos de partículas cerámicas). [17]

En el presente trabajo, alúmina y acero AISI 410S son unidos por el método *brazing* utilizando una intercapa metálica de niobio y una aleación base cobre como elemento de unión. La zona de integración de los materiales disímiles es caracterizada a fin de ampliar el conocimiento del proceso de unión, misma que es desarrollada a diferentes condiciones experimentales de temperatura y tiempo de unión.

1.1 Justificación.

El estudio del proceso de uniones disímiles metal/cerámico conlleva de forma intrínseca la necesidad de desarrollar formas simples que puedan ser ensambladas para formar dispositivos o piezas de mayor complejidad. Dentro del ámbito de las uniones de materiales, es conocido que se busca aprovechar las propiedades particulares de cada componente a fin de obtener aplicaciones prácticas de las uniones generadas. El propósito es emplear materiales disímiles en la producción de uniones que generen materiales complejos y competitivos mediante la unión de piezas simples; el arte radica en el aprovechamiento de las ventajas tecnológicas de cada uno de los materiales base para obtener un producto que ofrezca las ventajas competitivas consecuentes por la hibridación de tales materiales.

Las características propias de cada uno de los elementos de la unión se deberán ver reflejadas en el ensamble resultante: se utiliza alúmina por ser un cerámico estructural y aislante; se agregan las capas intermetálicas como elemento de unión ya que presentan mojabilidad en el cerámico, además de ser dúctiles; y se utiliza la aleación de acero AISI 410S debido a su composición química que lo hace inoxidable, además de ser de uso comercial.

El perfeccionamiento de una unión que permita, por un lado, tener las bondades metálicas como ductilidad y tenacidad, y por otro, la fiabilidad cerámica de elevada temperatura de trabajo, resistencia, además de ser inerte y aislante, es el mayor reto en el desarrollo del presente proyecto de investigación.

1.2 Objetivos.

1.2.1 Objetivo general.

El objetivo principal del presente proyecto de investigación está dirigido a la producción, caracterización y evaluación mecánica de ensambles de alúmina/acero AISI 410S empleando el método *brazing* e intercapas metálicas como barrera de unión.

1.2.2 Objetivos particulares.

- ❖ Producir muestras cilíndricas densas mediante la sinterización de polvos comerciales de alúmina (Al_2O_3) para realizar la unión disímil cerámico/metal.
- ❖ Encontrar las condiciones de temperatura y tiempo de unión viables para producir ensambles híbridos Al_2O_3 /AISI 410S, por el método *brazing*, empleando una aleación base cobre como elemento de unión.
- ❖ Estudiar el efecto de la incorporación de una intercapa de niobio como barrera en el crecimiento de la interfase de unión.

- ❖ Producir ensambles tipo sándwich $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/AISI 410S}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu-Zn-Ag/Nb/Cu-Zn-Ag/AISI 410S}$, variando la temperatura y el tiempo de unión.
- ❖ Caracterizar la interfase de unión en los ensambles a fin de conocer la interacción de los elementos en el proceso de unión.
- ❖ Evaluar la resistencia interfacial de la unión por el método de corte, para obtener información de acuerdo a los parámetros de proceso.
- ❖ Comparar los resultados de la extensión de la interfase y de la resistencia de unión, en función de los parámetros experimentales.

1.3 Hipótesis.

El método de unión por *brazing* está sustentado, entre otros factores, por el mojado de las superficies a unir y la temperatura de unión; el uso de láminas metálicas como elemento de unión asegura el mojado, así mismo, al utilizar intercapas metálicas se controla el crecimiento de la interfase relacionado con las propiedades mecánicas resultantes.

Al estudiar el proceso de unión alúmina/acero AISI 410S por el método *brazing*, se espera que con el uso de la aleación base cobre se asegure la integración de los componentes a unir; por otro lado, al utilizar una lámina de niobio, se espera que el crecimiento de la interfase generada por la difusión afecte la resistencia de unión, a evaluar por el método de corte.

CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

2.1 Antecedentes de los materiales de inicio.

2.1.1 Alúmina.

Los materiales cerámicos son compuestos químicos o soluciones complejas que contienen elementos metálicos y no metálicos. Se caracterizan por tener una amplia gama de propiedades físicas y mecánicas entre las que destacan ser buenos aislantes, tener una temperatura de fusión y resistencia muy elevada, módulo de Young elevado, así como resistencia a la compresión, además de tener un modo de rotura frágil. En la mayoría de las aplicaciones de los materiales cerámicos el producto tiene una propiedad esencial o una combinación especial de propiedades que no es obtenida con ningún otro material [5].

En la estructura cristalina de los materiales cerámicos, los iones de las celdas unitarias ocupan sitios en la red que proporcionan una coordinación adecuada y aseguran la obtención del equilibrio de las cargas. Muchos materiales cerámicos presentan estructuras conocidas del tipo blenda de zinc (ZnS), cloruro de sodio (NaCl) o fluorita (CaF_2), sin embargo también presentan estructuras más complicadas como son la perovskita (BaTiO_3), el corindón (Al_2O_3), de espinela (MgAl_2O_4) y del grafito, que tiene una estructura hexagonal por capas [18].

Los materiales cerámicos pueden clasificarse de acuerdo a sus aplicaciones, como se muestra en la Figura 2.1, donde se puede observar que la mayor parte está representado por las cerámicas tradicionales [19]. Los materiales cerámicos avanzados ocupan un lugar de mayor desarrollo e incluyen carburos, nitruros, boruros y óxidos con características excepcionales de alta resistencia, refractariedad y resistencia al desgaste.

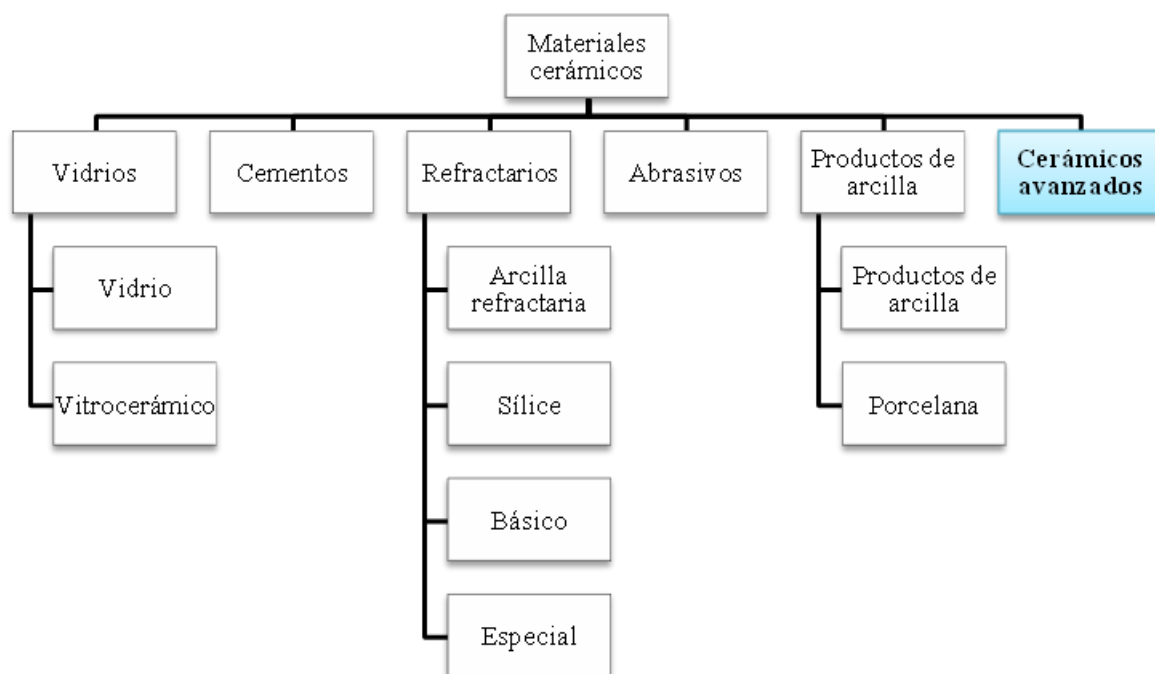


Figura 2. 1 Clasificación de los materiales cerámicos de acuerdo a su aplicación.

Los materiales cerámicos avanzados tienen usos en aplicaciones especiales de acuerdo a las características de los mismos, como se muestra en la Tabla II.1.

Tabla II.1 Usos más comunes de los cerámicos avanzados [5].

Material	Fórmula	Usos
Nitruro de aluminio	AlN	Aislante eléctrico.
Carburo de boro	B ₄ C	Blindaje nuclear, abrasivo.
Carburo de silicio	SiC	Recubrimiento en metales a altas temperaturas, refuerzo de materiales compuestos.
Alúmina	Al₂O₃	Bujías, implantes ortopédicos, crisoles, tubos de lámparas de vapor de sodio, componentes refractarios, aislantes de vacío.
Nitruro de silicio	Si ₃ N ₄	Componentes de turbinas de gas y motores de autos.
Sialón	Si ₆₋₇ Al ₂ O ₇ N ₈₋₇	Componentes sometidos a condiciones severas de desgaste.
Boruro de titanio	TiB ₂	Producción de blindajes.
Urania	UO ₂	Combustible de reactores nucleares.

Los materiales cerámicos a partir de óxidos presentan una metaestabilidad que afecta directamente la etapa de consolidación de los polvos. El óxido de aluminio o alúmina (Al_2O_3) es un material cerámico que ha tenido un importante desarrollo, tanto por sus numerosas aplicaciones como por sus variadas propiedades físicas. La alúmina es utilizada principalmente para la obtención de aluminio metálico, por lo cual debe ajustarse a ciertas normatividad de pureza con propiedades físicas adecuadas para la reducción electrolítica. La bauxita es la principal sustancia comercial para la producción de alúmina y posteriormente aluminio, debido a la gran proporción que contiene de ésta [20]. La alúmina tiene la particularidad de existir en una variedad de estructuras metaestables, denominadas alúminas de transición o fases β , γ , Θ , δ , Υ , así como su fase estable α - Al_2O_3 . Este polimorfismo puede ser clasificado en términos de la estructura y la distribución del oxígeno y del aluminio en los sitios octaédricos. Por medio del calentamiento alrededor de 1250°C de las alúminas hidratadas puras, conocidas como γ -alúmina, se produce la fase más estable de la alúmina: la α -alúmina. La principal fuente de α -alúmina son el corindón y la producción de derivados de la fabricación de bauxita. Los métodos principales de preparación de α -alúmina son la calcinación de hidróxidos y la transición desde otras fases de alúmina partiendo de sales de aluminio y la solidificación a partir de material fundido. La α -alúmina puede ser preparada con una amplia gama de propiedades, las cuales son afectadas a medida que el tamaño de cristal y pureza van variando. Una de las características más notables de la α -alúmina es su dureza de 9 en la escala de Mohs, de manera que puede ser utilizada como abrasivo; aunque también tiene otras aplicaciones como su empleo para lechos en el tratamiento de aceros de aleación, como soporte de catalizador, como fundente en la fusión de aceros especiales, en la fabricación de dispositivos electrónicos, como componente de vidrios de baja dilatación térmica y de vidriados para porcelana, como una barrera de protección contra la corrosión, como materia prima en la fabricación de porcelanas dentales, como un material de corte o como alternativa de un material quirúrgico para implantes debido a sus propiedades superiores respecto a los demás óxidos, polímeros u otros metales; sin mencionar su bajo costo y su presencia abundante en la naturaleza [21, 22]. La Tabla II.2 muestra algunas características físicas y químicas de la α -alúmina.

Tabla II.2 Propiedades físicas y químicas de α -alúmina [1].

Propiedades físicas y químicas	α -alúmina (Al_2O_3)
Estructura cristalina	HCP
Punto de fusión ($^{\circ}\text{C}$)	2050
CET ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	4.6
Densidad (g/cm^3)	3.96
Dureza (Mohs)	9

Algunas de las propiedades excepcionales de la alúmina, y de los materiales cerámicos en general, se deben a que presentan enlaces iónicos y covalentes, de acuerdo con Pauling, el enlace que predomina en un material cerámico, o porcentaje de carácter iónico, puede calcularse por medio de la ecuación:

$$\% \text{ Carácter iónico} = 100\{1 - \exp[1/4(X_a - X_b)^2]\} \quad \text{Ecuación (2.1)}$$

donde X_a y X_b son los valores de electronegatividad en la escala de Pauling para cada átomo del enlace analizado, en este caso aluminio y oxígeno. Aunque los materiales cerámicos presentan enlaces iónicos como sus enlaces principales, también pueden presentar enlaces del tipo covalente. El carácter iónico del enlace aumenta con la diferencia de electronegatividad de los átomos unidos. Los valores de porcentajes de carácter iónico y covalente de algunos materiales cerámicos son mostrados en la Tabla II.3.

Tabla II.3 Porcentaje de carácter iónico y covalente del enlace para algunos materiales cerámicos [23].

Material cerámico	Átomos enlazados	$X_a - X_b$	% Carácter iónico	% Carácter covalente
MgO	Mg-O	2.3	73	27
Al_2O_3	Al-O	2.0	63	37
SiO_2	Si-O	1.7	51	49
Si_3N_4	Si-N	1.2	30	70
SiC	Si-C	0.7	11	89

La estructura de la alúmina es un empaquetamiento de iones y cationes en posiciones de red definidas e intersticios, donde los átomos tienden a empaquetarse de manera densa a fin de disminuir la energía total. Así, a la alúmina le corresponde la estructura tipo corindón, que está compuesta por una estructura cristalina hexagonal compacta HCP de oxígeno (O^{2-}) y aluminio (Al^{3+}) en posiciones octaédricas, completando un índice de coordinación 6 [24]. La estructura cristalina de la alúmina se muestra de forma esquemática en la Figura 2.2.

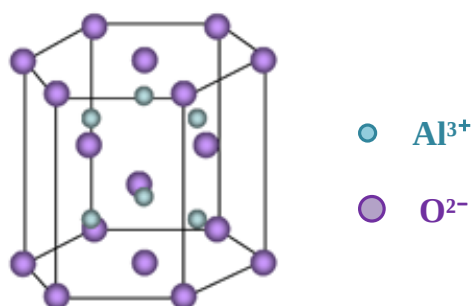


Figura 2.2 Esquema de la estructura cristalina de la alúmina [25].

2.1.2 Aleación cobre-zinc.

El cobre forma parte de una enorme cantidad de aleaciones que presentan mejores propiedades mecánicas que el material base, aunque tienen una conductividad eléctrica menor. Las aleaciones de cobre más importantes son conocidas como bronce y latón. El latón es una aleación de cobre con zinc en proporciones variables de entre 5 y 40 por ciento en peso de zinc, para producir un rango amplio de productos, algunos de los cuales poseen cantidades pequeñas de otros elementos como plomo, estaño o aluminio. Las variaciones en composición dan como resultado las características de resistencia, color, ductilidad, maquinabilidad, resistencia a la corrosión o una combinación de dichas propiedades. De acuerdo al diagrama de fase Cu-Zn de la Figura 2.3, el cobre forma soluciones sólidas de sustitución con el zinc hasta alrededor del 35% en peso de zinc, localizándose completamente dentro de la fase alfa; con porcentajes de zinc de 40% aproximadamente, se forman aleaciones con dos fases: alfa y beta [26].

De acuerdo al diagrama de fase Cu-Zn y al tipo de trabajado, el latón comercial se divide en dos grupos:

- a) **Latón para trabajo en frío o latón α .** Usualmente contiene 70% de cobre y 30% de zinc en peso; con este tipo de aleación trabajada en frío se pueden obtener piezas de formas complicadas sin dejar de lado una buena resistencia a la corrosión [25, 27].
- b) **Latón para trabajado en caliente o latón $\alpha+\beta$.** Generalmente contiene 60% de cobre y 40% zinc en peso; es producido por rolado en caliente, estampado en caliente y vaciado; siendo fácil de maquinar, con buen acabado superficial y resistencia a la corrosión [25, 27].

En la mayoría de los casos, la adición de elementos de solución sólida tiende a presentar un comportamiento por el cual disminuye la ductilidad conforme aumenta la resistencia; en el caso de los latones se cuenta con una excepción, ya que la adición de zinc en cobre incrementa la ductilidad junto con la resistencia. Como se muestra en la Tabla II.5, la combinación que arroja mejores resultados de resistencia y ductilidad se obtiene en un latón Cu70-Zn30 % peso [25].

Tabla II.5 Efecto del zinc sobre las propiedades de las aleaciones de cobre.

% peso Zn	Resistencia a la tensión (MPa)	Elongación (% en 5.8mm)	Dureza (BHN) 10mm. 500kg.
0	220	46	38
5	248	49	49
10	283	52	54
15	290	56	58
20	296	59	56
25	310	62	54
30	317	65	55
35	317	60	55
40(+ β_1)	372	45	75

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

La aleación 70Cu-30Zn es un latón muy blando y dúctil que se usa en forma de tubos, tiras y láminas delgadas. Al variar las condiciones de temperatura durante la manufactura del producto, se pueden producir en tres clases: suave, medio duro y duro. Este tipo de latones pueden ser ablandados al ser calentados a temperatura de 600°C y luego enfriados, pero no pueden ser endurecidos por tratamiento térmico [2]. El calentamiento a temperaturas mayores de 750°C tiende a hacerlo quebradizo, lo cual ocasionará una falla por fractura; esto ocurre generalmente, cuando el latón es trabajado en frío hasta el exceso. Los esfuerzos internos en el metal se manifiestan en medios corrosivos, agua de mar o atmósferas ácidas por medio de la aparición de grietas; de forma preventiva, la aleación se sujeta a liberación de esfuerzos por medio de procesos térmicos a baja temperatura, en dicho proceso las partes son calentadas a 240°C y enfriadas en aire, sin afectar la dureza original del latón. Para mejorar la resistencia a la corrosión de la aleación, se pueden adicionar cantidades pequeñas de níquel [27]. Algunas características físicas de los elementos de la aleación base cobre se muestran en la Tabla II.6.

Tabla II.6 Características físicas de los elementos de la aleación base cobre [4, 5].

Elemento	Punto de fusión (°C)	Punto de ebullición (°C)
Cobre (Cu)	1083	2562
Zinc (Zn)	420	907
Aleación Cu-Zn	950	---

2.1.3 Niobio.

El niobio (Nb), conocido también como columbio, es un elemento químico del grupo 5 de la tabla periódica cuyo número atómico es 41. El niobio es un metal de transición dúctil, gris brillante y paramagnético, que adquiere una coloración azul cuando permanece en contacto con el aire a temperatura ambiente durante un periodo largo. Cuando se procesa, incluso a temperaturas moderadas, debe hacerse en atmósfera inerte ya que el metal comienza a oxidarse en presencia de aire a 200°C. Sus estados de oxidación más comunes son +2, +3, +5. El elemento no se encuentra en estado nativo sino en minerales como la niobita, niobita-tantalita, piroclore y euxenita; con frecuencia en dichos minerales también se encuentra tantalio. El niobio es uno de los metales refractarios junto con el tungsteno, molibdeno y

tantalio, que presentan temperaturas de fusión excepcionalmente altas y por lo tanto, gran potencial para servicio a temperaturas elevadas. Estos metales tienen aplicaciones diversas en componentes aeroespaciales electrónicos [5].

A pesar de que la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) adoptó oficialmente el nombre del niobium para el elemento 41 en 1950, el nombre original de columbio sigue siendo de uso regular en la metalurgia en Estados Unidos. Fue hasta el siglo XX que el niobio fue utilizado por primera vez en el mercado. Brasil es el principal productor de niobio y ferroniobio (una aleación de niobio y hierro). El niobio se utiliza sobre todo en aleaciones, la mayor parte en acero especial igual que el utilizado en tuberías de gas; aunque las aleaciones contienen sólo un máximo de 0.1%, este porcentaje de niobio mejora la resistencia del acero. Se emplean cantidades apreciables de niobio en superaleaciones de base níquel, cobalto y hierro para componentes de motores de aviación, cohetes y equipamiento refractario. El niobio se utiliza en diversos materiales superconductores; estas aleaciones superconductoras, que también contienen titanio y estaño, son ampliamente utilizados en los imanes superconductores de escáneres de resonancia magnética. Otras aplicaciones de niobio incluyen su uso en soldadura, industrias nucleares, electrónica, óptica, numismática y joyería [28]. Algunas características físicas y químicas de niobio son mostradas en la Tabla II.7.

Tabla II.7 Propiedades físicas y químicas del niobio [1, 5].

Propiedades	Niobio (Nb)
Estructura cristalina	BCC
Punto de fusión (°C)	2468
CET ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	7.1
Densidad (g/cm^3)	8.5
Dureza (Mohs)	6

2.1.4 Plata.

La plata (Ag) es un elemento químico de número atómico 47 situado en el grupo 11 de la tabla periódica de los elementos, es un metal de transición lustroso de color blanco-grisáceo, dúctil, maleable y con el mayor índice de reflexión; desde el punto de vista químico, es uno de los

metales pesados y nobles; desde el punto de vista comercial, es un metal precioso. Hay 25 isótopos de la plata. Sus masas atómicas fluctúan entre 102 y 117. La plata se encuentra nativa como elemento libre o combinada con azufre (argentita, Ag_2S), arsénico (proustita, Ag_3AsS_3), antimonio (pirargirita, Ag_3SbS_3) o con cloro (plata córnea, AgCl), formando un numeroso grupo de minerales de plata. El metal se obtiene principalmente de minas de cobre, cobre-níquel, oro, plomo y plomo-zinc de México, Canadá, Perú y Estados Unidos.

La plata posee la más alta conductividad eléctrica y térmica de todos los metales, pero su precio mayor ha impedido que se utilice de forma masiva en aplicaciones eléctricas. Sus usos más importantes son en la industria química, fotográfica, médica, y electrónica; algunos ejemplos son las baterías eléctricas de plata-zinc y plata-cadmio de alta capacidad, *aleaciones para soldadura*, contactos eléctricos, disipadores de calor de microprocesadores, amalgamas dentales y metales para cojinetes y pistones de motores, además de ser utilizada en joyería, platería y para la fabricación de monedas [1, 5].

Aunque la plata es el metal noble más activo químicamente, no es muy activa comparada con la mayoría de los otros metales. No se oxida fácilmente como el hierro pero reacciona con el azufre o el sulfuro de hidrógeno para formar la conocida plata deslustrada; esta decoloración puede prevenirse por medio del galvanizado de la plata con rodio. Como característica especial, la plata no se oxida cuando se calienta, se alea fácilmente con casi todos los metales, siendo el cobre el metal de aleación por excelencia, que endurece la plata si se añaden contenidos de hasta el 5%, aunque se han utilizado platas con contenidos mayores de cobre. La calidad de la plata, su pureza, se expresa como partes de plata pura por cada 1000 partes del metal total. La plata comercial tiene una pureza del 999, conocida como ley 0.999. La Tabla II.8 muestra algunas características físicas y químicas de la plata.

Tabla II.8 Propiedades físicas y químicas de la plata [1, 5].

Propiedades	Plata (Ag)
Estructura cristalina	FCC
Punto de fusión ($^{\circ}\text{C}$)	962
CET ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	19.7
Densidad (g/cm^3)	10.49
Dureza (Mohs)	2.5-3.0

2.1.5 Acero inoxidable AISI 410S.

En metalurgia, el acero inoxidable se define como una aleación de acero que contiene un mínimo de 12% en peso de cromo. Existen cuatro categorías de aceros inoxidables basadas en la estructura cristalina y el mecanismo de endurecimiento: austenítico, ferrítico, martensítico y de endurecimiento por precipitación. El efecto del cromo en el comportamiento de los aceros inoxidables depende de la cantidad que se utiliza en la aleación; las adiciones pequeñas de cromo causan contracción de la región austenítica, mientras que la región de ferrita incrementa su tamaño, por otro lado, para las composiciones de alto cromo y bajo carbono, la ferrita se encuentra presente como una sola fase por encima de la temperatura sólidos. El cromo es un elemento estabilizador de la ferrita. El acero inoxidable puede contener otros elementos como son molibdeno, níquel, niobio, titanio, fósforo, entre otros, que le darán características especiales de resistencia mecánica, maquinabilidad o tenacidad [5]. Existen diferentes grados y terminados de superficie de aceros inoxidables producidos para el ambiente específico en el que será implementado. El acero inoxidable es un acero de elevada resistencia a la corrosión, dado que el cromo y algunos de los otros metales aleantes que contiene, poseen gran afinidad por el oxígeno y reacciona con él formando una capa pasivadora, evitando así la corrosión del hierro, sin embargo, esta capa puede ser afectada por algunos ácidos, dando lugar a que el hierro sea atacado y oxidado por mecanismos intergranulares o picaduras generalizadas. Los metales que no reaccionan con oxígeno son oro y platino.

La aleación AISI 410S es una modificación con bajo contenido de carbono y no endurecida de la AISI 410, conocida también como UNS S41000 (Unified Numbering System), que es la propuesta martensítica general del acero inoxidable con un 12% de contenido en cromo y sin adición de níquel. El bajo carbono y la pequeña adición de otros elementos aleantes minimizan la formación de austenita a temperaturas altas, lo que restringe la característica de endurecimiento de la aleación. El acero AISI 410S permanece suave y dúctil incluso cuando se enfría rápidamente por encima de la temperatura crítica, esta característica de no endurecimiento ayuda a prevenir la rotura cuando la aleación está expuesta a temperaturas altas o a la soldadura. El acero AISI 410S es completamente ferrítico en su condición de recocido [29].

El acero AISI 410S resiste a la corrosión en condiciones atmosféricas, agua dulce, ácidos orgánicos y minerales, álcalis y algunos químicos. Su exposición a los cloruros en las

actividades del día a día es generalmente satisfactoria cuando se lleva a cabo una limpieza adecuada después del uso, presenta además buena resistencia a la oxidación. La composición química del acero AISI 410S se presenta en la Tabla II.9.

Tabla II.9 Composición química del acero AISI 410S [29].

Elemento	Símbolo	Contenido máximo (% peso)
Fierro	Fe	84-86
Carbono	C	0.08-0.15
Cromo	Cr	11.5-13.5
Manganeso	Mn	1.0
Silicio	Si	1.0
Fósforo	P	0.04
Azufre	S	0.03

Las aplicaciones principales del acero AISI 410S son en válvulas de compuerta y de presión, refinerías de petróleo y procesos petroquímicos, procesos térmicos, maquinaria para minas y procesamiento de minerales, fabricación de tuercas y tornillos, cojinetes, partes para bombas, partes para turbinas a gas o vapor, pernos, partes micrométricas, ejes, flechas, instrumental quirúrgico, etc. [30]. Algunas características físicas y químicas de acero inoxidable AISI 410S se muestran en la Tabla II.10.

Tabla II.10 Propiedades físicas y químicas del acero AISI 410S [29, 30].

Propiedades	Acero AISI 10S
Estructura cristalina	BCC
Punto de fusión (°C)	1530
CET ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	12-13
Densidad (g/cm^3)	7.6-7.7
Dureza (Mohs)	5-6

2.2 Métodos de unión de materiales.

Los métodos de unión de materiales disímiles metal/cerámico están evolucionando de manera significativa y vertiginosa debido a la necesidad de nuevas técnicas de unión para aplicaciones tan variadas como novedosas [17]. Sin embargo, el incremento en el uso actual de los materiales cerámicos obedece principalmente a:

- a) El perfeccionamiento de técnicas para el desarrollo de uniones metal/cerámico para aplicaciones estructurales donde la resistencia es un requisito primordial.
- b) La mayoría de los procesos fundamentales requieren del estudio de la formación interfacial.
- c) La producción de uniones de calidad, siendo menester realizar una selección adecuada del material cerámico que formará parte del sistema.

La clasificación de las técnicas de unión de materiales cerámicos es de alguna forma arbitraria y puede realizarse de las maneras más distintas. Existe una gran cantidad de procesos de unión como son la sujeción mecánica, la unión por adhesivos, la soldadura, el método *brazing*, las uniones en estado sólido, por mencionar algunas [12, 31]. Sin embargo, de forma general se pueden visualizar las categorías de procesos de uniones mostradas en la figura 2.4.

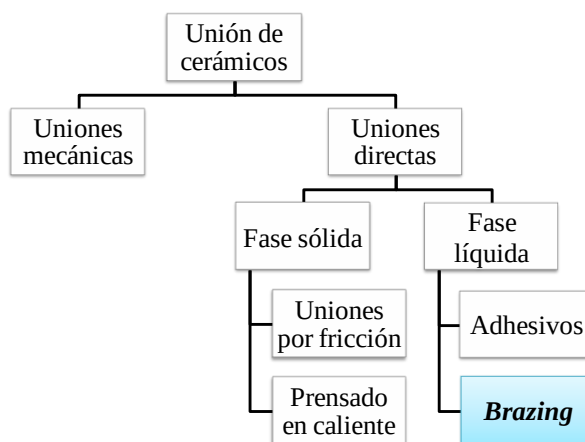


Figura 2.4 Procesos de unión de cerámicos.

De acuerdo a esta clasificación, las uniones mecánicas se alcanzan por medio de sujeciones mecánicas tales como tornillos, remaches, entre otras, sin fusionar las superficies de los componentes. La totalidad de estas uniones dependen del esfuerzo de tensión residual de las uniones manteniendo los componentes bajo compresión. A pesar de que los métodos de unión mecánica son de bajo costo, no son atractivos en el caso de uniones de cerámicos ya que se introducen esfuerzos debido a la necesidad de generar orificios.

En las uniones directas en fase sólida, la unión se genera por fricción, difusión en fase sólida o deformación plástica en el caso de metales. El contacto interfacial y el consecuente proceso de difusión se logran por medio de la aplicación de presión y temperatura entre los componentes. Estos procesos ofrecen la ventaja de ser procedimientos simples de fabricación ya que se generan uniones de alta calidad en pocos pasos, sin embargo, presentan un costo alto, una reducida posibilidad de geometrías planas debido a la aplicación de presión y la necesidad de usar atmósferas inertes o al vacío.

Los procesos de unión directa en fase líquida se caracterizan por utilizar un material o capa intermedia para unir los componentes, tales como adhesivos, metales o aleaciones líquidas, vidrios, láminas delgadas, etc., que en estado líquido fluyen hacia las irregularidades del sólido. Esta metodología es ampliamente utilizada en múltiples áreas de la industria ya que permite la unión de una gran diversidad de materiales para un rango amplio de aplicaciones.

2.3 El método de soldadura fuerte o *brazing*.

En el presente trabajo de investigación se desarrolló una unión disímil de tipo indirecta: la soldadura fuerte o *brazing*, por su nombre en inglés. El método *brazing* pertenece a la familia de los procedimientos de difusión en fase líquida. Existen varias tecnologías de difusión en fase líquida disponibles: adhesivos orgánicos, soldaduras metálicas, cerámicos vítreos y cerámicos adhesivos; de esta manera, las técnicas pueden describirse en términos del medio de unión. Una de las ventajas más importantes de las uniones en fase líquida es la capacidad de llenar completamente el espacio entre las superficies sin dejar porosidad, aún si las superficies

a unir son relativamente rugosas; en contraste con las uniones en fase sólida, donde su éxito depende en gran medida de una superficie libre de rugosidad. En general, las uniones en fase líquida son procesos más rápidos que los enlaces por difusión en fase sólida, pero la interfase creada es usualmente el enlace más débil en el componente. La clave para el éxito en uniones de fase líquida es la capacidad de mojado del elemento de unión con las superficies a unir [4].

En resumen, el método *brazing* es un proceso de unión térmica en el que el metal de aporte se calienta hasta su fusión fluyendo por capilaridad entre la holgura que existe entre los materiales a soldar y uniendo sus superficies por atracción atómica y difusión. El material de aporte tiene un punto de fusión por encima de los 450°C, pero siempre por debajo del punto de fusión de los componentes base de unión. A la técnica de unión de fase líquida cuando el punto de fusión se encuentra por debajo de los 450°C se le conoce como soldadura blanda o *soldering*, por su nombre en inglés [32]. El método *brazing* es un proceso capaz de producir uniones libres de defectos superficiales y microestructurales como micro grietas o poros, generando uniones herméticas a líquidos y gases industriales. Normalmente presentan buenas propiedades mecánicas de resistencia, ductilidad, tenacidad y resistencia a la fatiga siendo, además, procesos de bajo costo comparado con las uniones en fase sólida [1, 17].

El fenómeno que ocurre durante el proceso de unión por *brazing* es una secuencia simple de pasos que puede observarse en la Figura 2.5, y puede explicarse de la siguiente manera:

- a) Se coloca una intercapa metálica empalmada entre las dos superficies a unir; la intercapa presenta un coeficiente de expansión térmica intermedio al coeficiente de los materiales base.
- b) Al aumentar la temperatura, la intercapa metálica funde, mojando las superficies empalmadas y llenando los huecos y rugosidades.
- c) Al solidificar, se crea una interfase limpia, libre de defectos e identificable por medio de microscopía óptica o microscopía electrónica de barrido [18].

Los requerimientos básicos para lograr un ensamble resistente son los siguientes:

- a) Unión química.
- b) Una mínima diferencia de esfuerzos en la interfase con un gradiente de esfuerzos favorable en la zona interfacial [17].

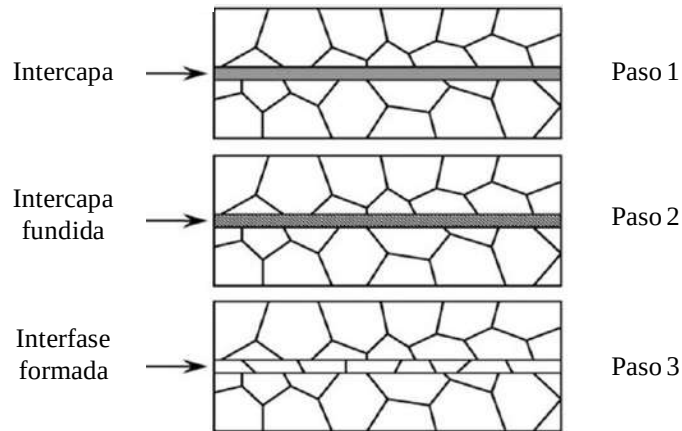


Figura 2.5 Secuencia de eventos durante la difusión en estado líquido.

La unión química se obtiene por medio de un contacto atómico íntimo en la interfase. En el método *brazing*, se establece una unión química a través del mojado entre el sólido y el líquido, es decir, a través de la penetración del líquido disperso en las irregularidades del sólido por reacción y/o presión. Se requiere, además, de una reacción para alcanzar el equilibrio químico en la interfase [33].

El fenómeno de mojado se lleva a cabo cuando un líquido puede dispersarse sobre una superficie sólida, y está indicado por el ángulo de contacto θ que se forma entre la gota líquida y el sustrato sólido, como se muestra en la Figura 2.6.

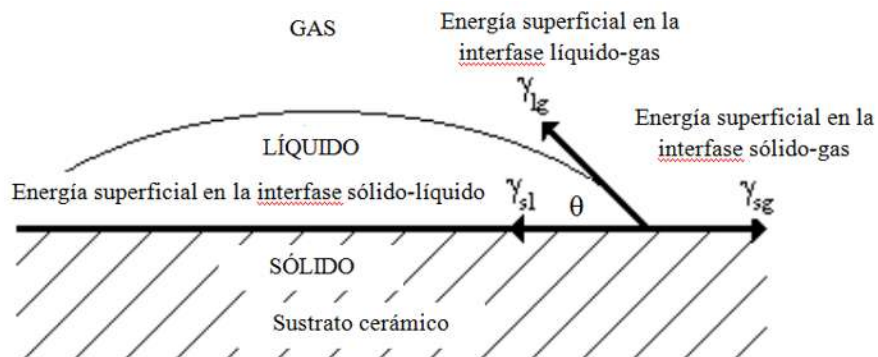


Figura 2.6 Fuerzas superficiales actuando entre un líquido en equilibrio y descansando sobre un sólido [12].

El ángulo θ está determinado por las fuerzas de energía superficial del sistema:

- a) Energía superficial en la interfase sólido-líquido (γ_{sl}).
- b) Energía superficial en la interfase sólido-gas (γ_{sg}).
- c) Energía superficial en la interfase líquido-gas (γ_{lg}).

Este balance de tensiones interfaciales caracteriza el equilibrio por medio de la ecuación de Young: [34]

$$\gamma_{sl} - \gamma_{sg} + \gamma_{lg} \cos \theta = 0 \quad \text{Ecuación (2.2)}$$

así:

$$\cos \theta = \frac{(\gamma_{sg} - \gamma_{sl})}{\gamma_{lg}} \quad \text{Ecuación (2.3)}$$

En base a la ecuación 2.2, el ángulo θ formado entre una gota líquida y la superficie sólida está relacionado con las tres energías superficiales, de esta manera se cumple que cuando:

- ❖ $\theta > 90^\circ$, el metal no moja al cerámico
- ❖ $\theta < 90^\circ$, el metal moja el cerámico.

La Figura 2.7 muestra el comportamiento del mojado de los metales fundidos sobre sustratos cerámicos, que es un aspecto fundamental para producir satisfactoriamente uniones metal/cerámico [34].

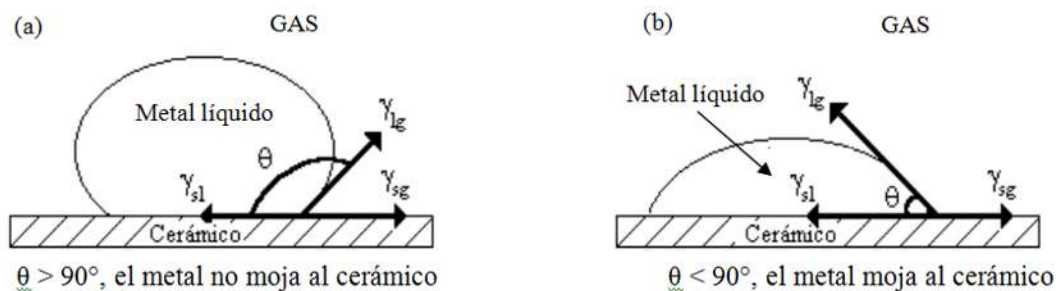


Figura 2.7 Condiciones de: (a) no mojado, y (b) mojado; en un sistema metal/cerámico.

Aunque la concentración de esfuerzos residuales en la unión está en función de la temperatura, el espesor de la zona de reacción es el efecto dominante en la resistencia final. Es conocido que las capas de reacción son generalmente frágiles, sin embargo existe un proceso que relaciona ambas características: si el espesor de la fase va en aumento, la resistencia de la unión se eleva hasta alcanzar un máximo, para posteriormente disminuir a medida que la interfase sigue creciendo. De este modo, el espesor de la capa de reacción debe ser controlada para mejorar la resistencia de la unión. Queda claro entonces que la cantidad de reacción interfacial desempeña un papel importante en la determinación de las propiedades mecánicas finales de las uniones. No existe un espesor específico general que describa la máxima resistencia de la unión; así, este valor depende tanto de las condiciones de unión como del sistema metal/cerámico involucrado [35].

Las propiedades mecánicas de una interfase metal/cerámico dependen de muchos factores tales como las propiedades elásticas del metal y el cerámico, el espesor de la capa de metal, la geometría del espécimen y el modo de carga. Podemos así concluir que las propiedades mecánicas de la unión como dureza, resistencia o capacidad de deformación dependen directamente del comportamiento de la zona interfacial y son resultantes de los cambios en el espesor de la interfase y del perfil de la zona de transición [36, 37].

2.4 Ventajas del método *brazing*.

El método *brazing*, o proceso de soldadura fuerte, es uno de los métodos más versátiles utilizados en la actualidad [38]. Las principales ventajas de esta metodología son:

- a) La soldadura por el método *brazing* produce uniones resistentes.
- b) Se puede realizar la unión de dos piezas con poca cantidad de aleación. Si se realiza de forma correcta, el método *brazing* es comparable a cualquier otro método de soldadura con la ventaja de un menor costo.
- c) El método *brazing* produce uniones dúctiles con capacidad de soportar vibraciones y choques considerables.
- d) Es un método capaz de unir metales cuyas secciones transversales difieren de forma notable.

- e) Realizado adecuadamente, el proceso *brazing* se puede desarrollar en un paso; no requiere de rectificado o de acabados mecánicos después de realizada la unión.
- f) Este proceso ofrece una buena conductividad eléctrica por lo cual es utilizado en aplicaciones donde esta propiedad es de mucha importancia.
- g) El método *brazing* es utilizado ampliamente en instalaciones de tuberías de líquidos y gases, debido a que impide la filtración de los mismos.
- h) Las uniones soldadas presentan una apariencia limpia y con bordes lisos.

2.5 Mecanismos de difusión.

Se conoce como difusión al movimiento de los átomos dentro de un material. Los átomos se mueven de manera ordenada tendiendo a eliminar las diferencias de concentración y producir una composición homogénea en el material. En los metales puros, los átomos se mueven de manera aleatoria sin necesidad de fuerzas externas o aunque no existan diferencias de concentración, a este fenómeno se le denomina autodifusión; en el resto de los casos, los átomos se pueden poner en movimiento por la aplicación de voltajes o fuerzas externas al material. La difusión interviene en la manufactura de cerámicos, el tratamiento térmico de metales, la fabricación de transistores y celdas solares, la solidificación de materiales, etc.

En los cerámicos y las aleaciones metálicas ocurre la difusión de átomos distintos. Si, por ejemplo, una lámina de cobre se une con una lámina de níquel, los átomos del níquel se difunden gradualmente dentro del cobre y los del cobre emigran al níquel; después de cierto tiempo, los átomos de ambos elementos estarán distribuidos de manera uniforme en todo el material presentando la misma concentración en cualquier parte del mismo.

Existen varios mecanismos por los cuales se difunden los átomos: en la difusión por vacantes, un átomo deja su lugar en la red para ocupar una vacante cercana, creando un nuevo sitio vacío en su posición original en la red; conforme prosigue la difusión, se presenta un reflujo de átomos y vacantes. En la difusión intersticial, un átomo se mueve de un intersticio a otro sin la necesidad de vacantes; este mecanismo tiene lugar por interdifusión de solutos tales como el hidrógeno, carbono, nitrógeno y oxígeno que tienen átomos pequeños, idóneos para ocupar posiciones intersticiales. En la mayoría de las aleaciones, la difusión intersticial ocurre

con mayor rapidez que la difusión por vacantes, ya que los átomos intersticiales son más pequeños y tienen mayor movilidad; aunado a esto, existen más posiciones intersticiales vacías que vacantes por lo que la probabilidad del movimiento atómico intersticial es mayor que la difusión por vacantes. Los átomos se mueven también mediante un mecanismo de intercambio simple o por mecanismos cíclicos de desplazamiento circular [5, 18, 26]. No obstante, las vacantes y los mecanismos intersticiales, mostrados en la Figura 2.8 originan la difusión en la mayoría de los casos.

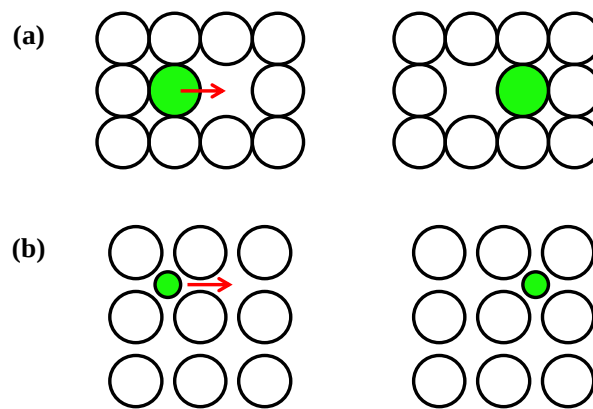


Figura 2.8 Mecanismos de difusión: (a) por vacantes; (b) intersticial.

Un átomo que se difunde debe escurrirse entre los átomos circundantes para ocupar su nueva posición. Dicho átomo está originalmente en un sitio de baja energía, relativamente estable. Para desplazarse a otro lugar, el átomo debe atravesar una barrera de energía potencial que requiere de cierta energía de activación, Q . La energía necesaria para vencer esta barrera es proporcionada al átomo por medio de calor. Normalmente se necesita menos energía para forzar un átomo intersticial a que pase entre los átomos circundantes; en consecuencia, la energía de activación es menor en la difusión intersticial que en la difusión por vacantes. Una energía de activación baja revela una difusión fácil.

La difusión es un proceso que depende del tiempo. La velocidad a la cual los átomos se difunden en un material se mide por la densidad de flujo, J , la cual se define como el número de átomos que pasa a través de un plano de área unitaria por unidad de tiempo. La *primera ley de Fick* determina el flujo neto de átomos por medio de la fórmula:

$$J = -D \frac{\Delta c}{\Delta x}$$

Ecuación (2.4)

donde: J es la densidad de flujo (átomos/cm²·s).

D es la difusividad o coeficiente de difusión (cm²/s).

$\Delta c/\Delta x$ es el gradiente de concentración (átomos/cm³·cm).

Existen diversos factores que afectan el flujo de átomos durante la difusión. El gradiente de concentración indica cómo varía la composición del material con la distancia; Δc es la diferencia de concentración a lo largo de la distancia Δx . Es necesario hacer notar que el flujo es inicialmente alto cuando el gradiente de concentración es alto, y decrece gradualmente conforme se reduce el gradiente. El signo negativo de la ecuación 2.4 indica que la dirección de flujo de difusión es contraria al gradiente de concentraciones ya que el flujo va en sentido de mayor a menor concentración. El gradiente de concentración para la difusión es mostrado en la Figura 2.9.

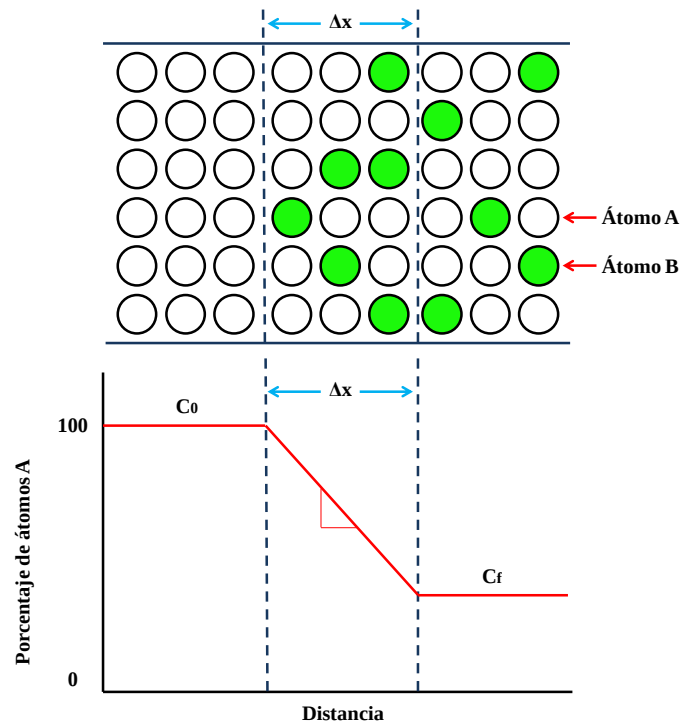


Figura 2.9 Gradiente de concentración para la difusión [5].

El coeficiente de difusión, D , se expresa en m/s^2 y está dado por la fórmula:

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Ecuación (2.5)}$$

donde: Q es la energía de activación (J).

R es la constante del gas ideal ($8.314 \text{ J/mol}\cdot^\circ\text{K}$).

T es la temperatura ($^\circ\text{K}$).

D_0 es una constante para un sistema de difusión dado.

Cuando se incrementa la temperatura de un material, el coeficiente de difusión y la densidad de flujo de átomos también se incrementan. A temperaturas mayores, la energía térmica proporcionada a los átomos que difunden les permite superar la barrera de energía de activación y poder desplazarse más fácilmente a otros sitios en la red cristalina. Debido a esto, los tratamientos térmicos de los metales y el procesamiento de los cerámicos se realizan a temperaturas elevadas, donde los átomos se mueven rápidamente para concluir las reacciones o alcanzar las condiciones de equilibrio.

El estado estacionario relaciona el proceso donde las condiciones permanecen invariables con el tiempo, sin embargo, en la mayoría de los casos la difusión se lleva a cabo en estado no estacionario en el cual la concentración de los átomos del soluto en cualquier punto del material cambia con el tiempo. Por lo tanto, para el estado no estacionario que es cuando la difusividad es independiente del tiempo, se aplica la *segunda ley de Fick* para la difusión, la cual establece que la velocidad de cambio de 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 descubierto en los metales por Ernest Kirkendall y Alice Smigelskas en 1947 cuando trabajaban con latón, 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 tipo de movimiento de volumen similar al movimiento de convección en los líquidos y debe ser tomado en cuenta al analizar los procesos de difusión.

El efecto kirkendall confirma el mecanismo de difusión por vacancias con diferentes velocidades de salto para los tipos de átomos. La formación de huecos tipo kirkendall se debe a la diferencia en la difusividad de los átomos en una solución binaria, uno de los componentes del par de difusión experimentará una pérdida de masa mientras que el otro componente ganará masa. Como resultado de la transferencia de masa ocurrirán tanto contracción como expansión dentro del sistema. De esta manera, se presenta un estado de tensión en la zona de difusión. La parte que sufre la pérdida de masa se ve afectada por una tensión de tracción de dos dimensiones, mientras que la parte que gana masa se verá sometida a un esfuerzo de compresión. Estos campos de esfuerzos pueden dar lugar a un flujo plástico. Las vacancias son creadas y aniquiladas en la interfase, fuentes y sumideros como dislocaciones o interfases internas. La combinación del flujo y la condensación de las vacancias en combinación con un estado de resistencia a la tensión que hace posible que los huecos se formen.

Los factores que influyen en los valores de los coeficientes de difusión dependen de variables tales como:

- a) Tipo de mecanismo de difusión.
- b) Temperatura.
- c) Tipo de estructura cristalina de la red matriz.
- d) Concentración de las especies que difunden.
- e) Tipo de imperfecciones cristalinas presentes.

La difusividad se incrementa cuando aumenta la temperatura del sistema. La estructura cristalina BCC con factor de empaquetamiento 0.68 ayuda a que la difusividad en la misma sea mayor que en una red FCC que posee un factor de empaquetamiento de 0.78. En metales y cerámicos, la difusión tiene lugar a lo largo de los límites de grano a mayor escala que en la matriz del mismo. Las vacantes en exceso incrementan las velocidades de difusión [18].

2.6 Problemas a resolver durante la unión metal/cerámico.

Uno de los principales problemas a resolver cuando se trata de materiales cerámicos es su enorme fragilidad debido a la alta dureza que presentan. Es sabido que las condiciones de procesamiento, temperatura, tiempo y presión de los materiales cerámicos dificultan la manufactura a gran escala, ya que se requieren equipos e instrumentos de costos elevados para la fabricación de monolitos cerámicos. Aunado a estas condiciones, cuando se trata de uniones disímiles es necesario considerar la posibilidad de ocurrencia de problemas en la interfase de unión durante el proceso, como son [12]:

- a) **Poros o islas sin unir.** Se forman por la presencia de gases atrapados durante el proceso de unión o por la falta de tiempo y/o temperatura para lograr la difusión por completo en la totalidad de la superficie.
- b) **Fracturas en la capa de reacción.** Los agrietamientos son producidos por la diferencia en los coeficientes de expansión térmica entre metal y cerámico, lo que conduce al desarrollo de esfuerzos internos localizados en la interfase de unión, llevando a la falla del material.
- c) **Daños en la superficie.** La superficie de los materiales a unir debe ser preparada para reducir su rugosidad; en ocasiones la fuerza empleada en la preparación es superior a la necesaria, provocando un daño superficial.
- d) **Inclusiones.** Son formadas por átomos del mismo material o de los gases presentes atrapados en la estructura.
- e) **Interfase plana.** Durante la preparación de las superficies se obtienen zonas planas en relieve que no entran en contacto con la superficie del otro material derivando en una falta de difusión en la zona.
- f) **Fractura del cerámico.** Los cerámicos son materiales de dureza y resistencia muy elevadas, consecuentemente presentan gran fragilidad, lo que los hace muy quebradizos durante la preparación de la superficie.
- g) **Bordes sin unir.** No todas las zonas de la pieza entran en contacto con los materiales de desbaste y pulido dando como resultado que algunos bordes no entren en contacto al unir los materiales.

Algunos de los problemas en las uniones metal/cerámico son ejemplificados en el esquema de la Figura 2.10. Las propiedades de la interfase se ven afectadas debido a la presencia de defectos que pueden conducir a la falla del material, por lo cual es menester considerar:

- a) El estado de las superficies de contacto.
- b) La formación de la unión en forma controlada por medio de la temperatura y el tiempo.
- c) Los esfuerzos residuales desarrollados en ambos materiales.
- d) Los cambios en las propiedades mecánicas cerca de la interfase.

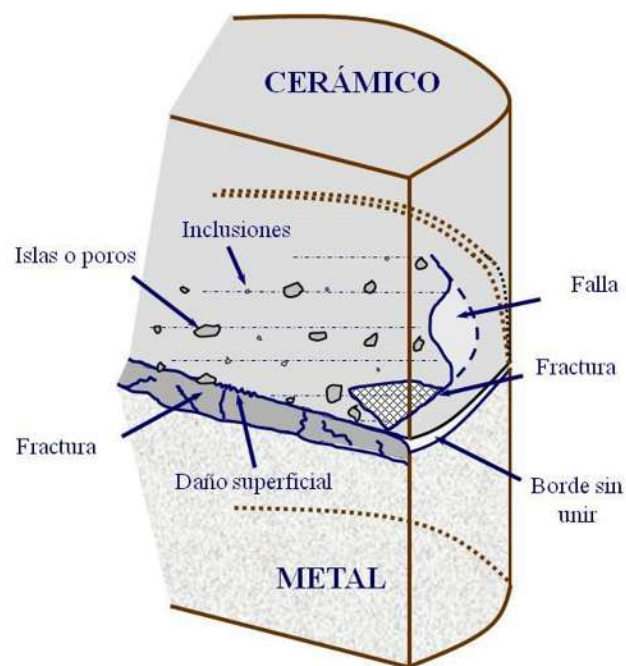


Figura 2.10 Problemas presentes en la interfase de unión metal/cerámico [12].

Cabe mencionar que en todas las técnicas de unión es necesario considerar la diferencia de los coeficientes de expansión térmica, CET, entre metal y cerámico. La diferencia en los valores del CET de los materiales a unir puede resultar en áreas de esfuerzos residuales en la interfase durante el proceso de enfriamiento [18].

2.7 Mecanismos de fractura de la unión metal/cerámico.

En el campo de la unión de materiales existen dos segmentos diferentes basados en las características de la interfase formada: por un lado, las uniones de materiales similares y, por otro lado, las uniones de materiales disímiles. En el caso de materiales disímiles es necesario considerar la compatibilidad mecánica, física y química entre ambos componentes. Uno de los puntos probables de incompatibilidad mecánica es la diferencia del módulo elástico, ya que se pueden concentrar esfuerzos en la interfase debido a que el componente con módulo mayor delimita la concentración del componente de módulo menor generando esfuerzos de corte en la interfase.

Un problema común en las uniones metal/cerámico es la diferencia en la expansión térmica, que representa una falta de compatibilidad física; en este caso, los esfuerzos térmicos tienden a ser localizados, reduciendo la capacidad de carga de la unión llevándola a fallar. La baja compatibilidad química está asociada a las reacciones químicas indeseables en la interfase que podría resultar en productos de reacción frágiles; además, las reacciones que conllevan cambios en volumen son generadores de esfuerzos locales que comprometen la integridad de la unión.

Los esfuerzos térmicos aumentan la dispersión de la fuerza de la unión debido a la presencia de defectos inducidos durante el proceso de unión, por lo cual es necesario insertar una intercapa de propiedades adecuadas para relajar los esfuerzos entre metal y cerámico. Los esfuerzos residuales en una unión son un factor importante ya que uno de los objetivos de estudio es establecer una técnica reproducible para la generación de una interfase unida, libre de defectos y con la capacidad de acomodar los esfuerzos residuales cuando el material es enfriado desde la temperatura de unión hasta temperatura ambiente.

La importancia de mitigar los esfuerzos térmicos radica en prevenir la reducción de la fuerza de enlace de la unión que causa fallas durante el proceso de unión. La Figura 2.11 muestra el esquema de esfuerzos residuales de tensión y compresión presentes durante el enfriamiento.

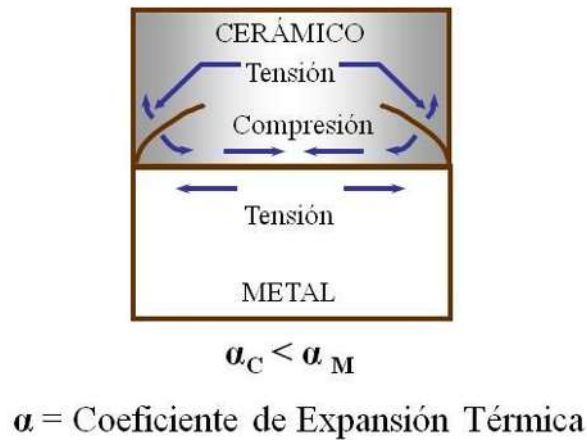


Figura 2.11 Esquema de esfuerzos residuales presentes durante el enfriamiento [12].

Normalmente el CET del material cerámico (α_C) es menor que el CET del metal (α_M), el cerámico está sujeto a esfuerzos de tensión, produciendo agrietamiento en los bordes. El contenido y la distribución de los esfuerzos residuales en uniones metal/cerámico dependen tanto del CET como del módulo elástico de los componentes de la misma. Otros factores que también tienen influencias importantes son la temperatura y geometría de la unión, así como el espesor de las capas de reacción [12].

La reducción de los esfuerzos residuales puede realizarse por dos medios: el primero es por medio de la inserción de un metal que tenga un CET cercano al CET del cerámico a fin de disminuir la magnitud del esfuerzo térmico generado; el segundo medio es el uso de un metal dúctil cuya deformación plástica mitigue los esfuerzos térmicos generados durante el enfriamiento. La elección de metal o metales dúctiles que se van a utilizar para este fin depende del sistema que se va a unir, así como de las propiedades de los componentes. La Figura 2.12 muestra de forma esquemática el uso de metales dúctiles para la reducción de esfuerzos residuales.

Las concentraciones de esfuerzos residuales se encuentran generalmente cerca de la interfase y/o en la superficie libre; si se considera una muestra de forma cilíndrica, la amplitud de los esfuerzos aumentará con el diámetro de la unión, mientras que para muestras de forma rectangular, la concentración de esfuerzos tenderá a presentarse en las esquinas de las caras unidas [18].

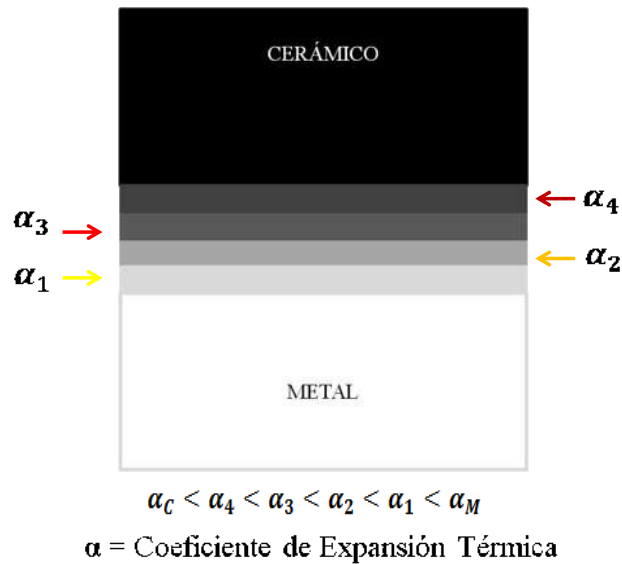


Figura 2.12 Esquema del uso de metales dúctiles para la reducción de esfuerzos residuales.

Los problemas críticos para aplicaciones estructurales son la fiabilidad, la resistencia a choques térmicos, la resistencia a la fractura, la fuerza y el tiempo de vida del producto, sin embargo, la importancia de las propiedades radica en la aplicación específica de la unión. Existen factores que tiene influencia considerable en la fuerza de la unión; algunos de estos factores son:

- a) La selección de los materiales y sus propiedades mecánicas individuales.
- b) Las diferencias en los coeficientes de expansión térmica de los materiales.
- c) La técnica de unión seleccionada.
- d) Las interfases generadas en el proceso de unión.
- e) El diseño de la geometría de la unión.

A pesar de que no se presentaran esfuerzos residuales en el proceso de unión, al tratarse de materiales disímiles, la diferencia de propiedades elásticas de los materiales conducirá a concentraciones de esfuerzos en la interfase [18].

CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

En este capítulo se presenta el procedimiento experimental para el proyecto de investigación propuesto, el cual incluye la descripción de los materiales utilizados, la producción de las uniones metal/cerámico, así como las técnicas empleadas en la caracterización y evaluación de los materiales unidos. El diagrama de flujo de la Figura 3.1 muestra las etapas seguidas en el desarrollo del presente trabajo de investigación.

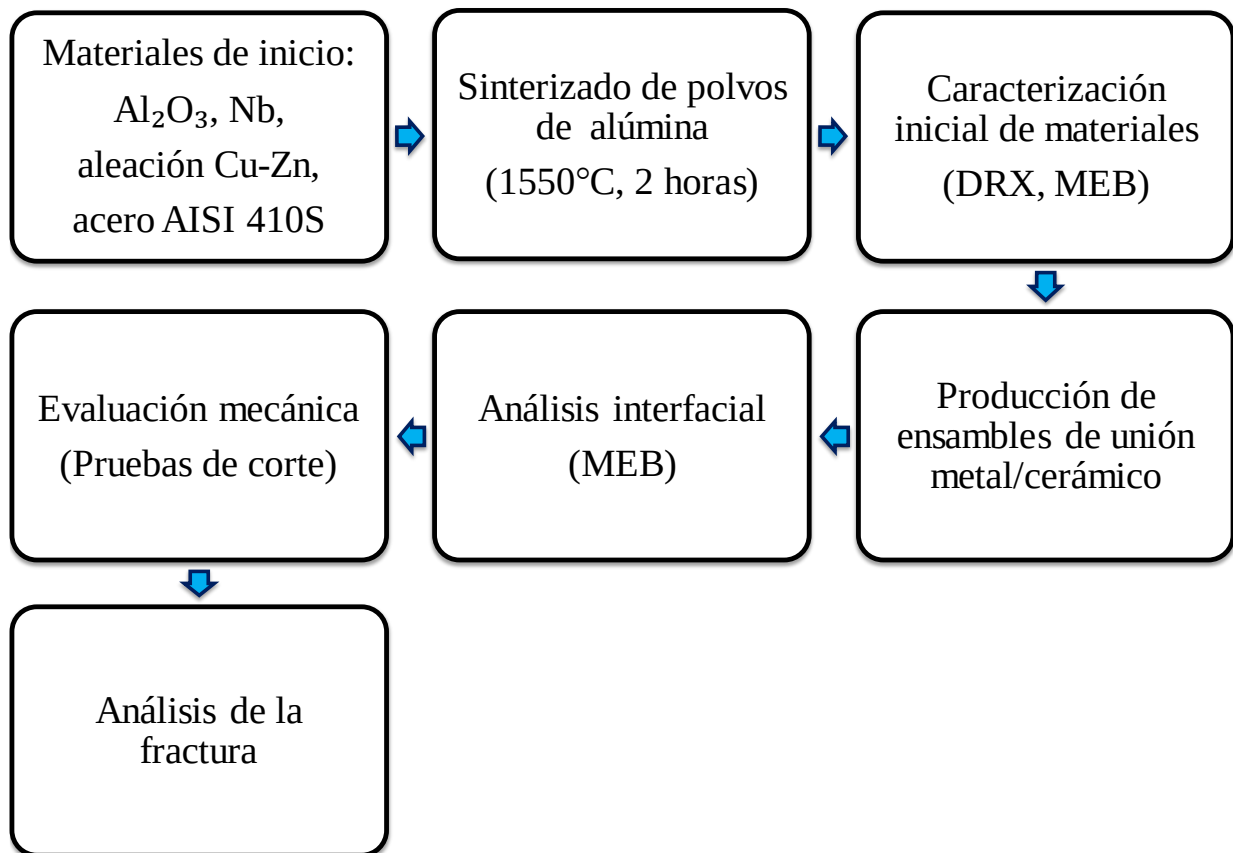


Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental.

3.1 Materiales de inicio.

En el presente trabajo se utilizó polvo comercial de óxido de aluminio de alta pureza (99.9 %), (*Alfa Aesar, VWR International S. de R.L. de C.V., México*) para la producción de las pastillas de alúmina, Al_2O_3 . El proceso se inició al comprimir en frío el polvo de alúmina a presión de 15 MPa, posteriormente se sinterizó a temperatura de 1550°C durante 2 horas, de acuerdo a las especificaciones de proceso de sinterización de alúmina [9, 24, 39]. Las pastillas son de forma cilíndrica con dimensiones nominales de 8 mm de diámetro y 3 mm de espesor. Las hojas delgadas de los elementos de unión de grado comercial: aleación base cobre (70Cu-30Zn % peso) y hoja de niobio (99.8%), (*Alfa Aesar, VWR International S. de R.L. de C.V., México*) se cortaron en secciones cuadradas con dimensiones nominales de 10x10 mm. El espesor nominal de la hoja de aleación de cobre es de 0.025 mm, mientras que el espesor nominal de la lámina de niobio es de 0.127 mm. La aleación de acero AISI 410S, número de colada 849049, (*Alfa Aesar, VWR International S. de R.L. de C.V., México*) tiene una composición química de Fe:84-86, Cr:11.5-13.5, C<0.15, Si:0.74 % peso como componentes principales de acuerdo al proveedor; para el proceso de unión fue cortada en trozos de 10x10 mm, siendo su espesor nominal de 3 mm.

La Tabla III.1 muestra las características dimensionales de cada uno de los componentes previo a la preparación para el proceso de unión.

Tabla III.1 Dimensiones de los componentes de la unión.

Material	Forma	Espesor (mm)	Dimensiones (mm)
Alúmina	Cilíndrica sólida	3	$\phi=8$
Niobio	Lámina	0.127	10x10
Aleación base cobre	Lámina	0.025	10x10
Acero AISI 410S	Lámina	3	10x10

Los materiales de inicio se caracterizaron por medio de diversos equipos y técnicas: se realizó la difracción de rayos X (DRX) utilizando un equipo SIEMENS D5000 para obtener los difractogramas correspondientes a las fases presentes antes del proceso de unión; así mismo, se utilizó un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7600F a fin de realizar

estudios de análisis químico por EDS de las láminas metálicas. Los polvos de alúmina se caracterizaron por medio de un determinador de tamaño de partícula COULTER LS100, a fin de conocer la distribución del tamaño de partícula del cerámico, así mismo, por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB) se caracterizó la morfología tanto de los polvos como de las pastillas de alúmina sinterizadas.

La densidad de las pastillas de alúmina sinterizadas se realizó por medio del método de Arquímedes. Esta metodología está ligada al principio por el cual “todo cuerpo sumergido en el seno de un fluido experimenta una fuerza ascendente o empuje, cuyo valor es igual al peso del fluido desalojado por el cuerpo”, perfeccionado por Arquímedes, de donde toma su nombre. La metodología para la medición comienza con el uso de una balanza analítica de alta sensibilidad en la cual se pesan las muestras en tres condiciones: en seco, bajo inmersión e impregnado. Si se tiene un vaso de precipitado con agua sobre una balanza, se sumerge el cuerpo en éste, el agua ejercerá una fuerza de empuje, E , sobre el cuerpo. De acuerdo con el principio de Arquímedes, el empuje E está representado por la ecuación 3.1.

$$E = V_{cuerpo} \cdot \rho_{agua} \cdot g = \frac{m_{cuerpo}}{\rho_{cuerpo}} \rho_{agua} \cdot g \quad (\text{Ecuación 3.1})$$

De acuerdo a la tercera ley de Newton, el cuerpo reaccionará sobre el agua con una fuerza de la misma magnitud y sentido opuesto; en otras palabras, al sumergir el cuerpo en el agua la balanza incrementará su valor en una magnitud igual al empuje del agua, m_E , representado por la ecuación 3.2.

$$m_E = \frac{E}{g} = V_{cuerpo} \cdot \rho_{agua} = \frac{m_{cuerpo}}{\rho_{cuerpo}} \cdot \rho_{agua} \quad (\text{Ecuación 3.2})$$

La medición de densidad por este método se puede realizar empleando diferentes líquidos para la inmersión del sólido como son agua, alcohol, etc. Es necesaria la medición de la temperatura al realizar el procedimiento ya que los valores de densidad de las sustancias para inmersión cambian respecto a la temperatura. El uso de este método aplica para el cálculo de densidad de materiales densos o porosos. El estándar para esta prueba está reglamentado en la

norma ASTM B962-14 [40]. La Figura 3.2 muestra el dispositivo utilizado para la medición de la densidad por el método de Arquímedes.

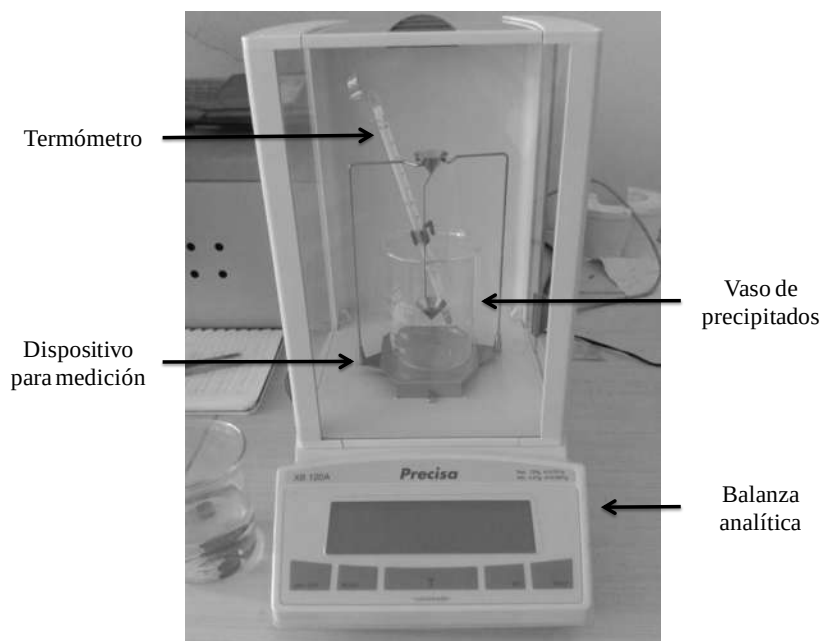


Figura 3.2 Dispositivo para la medición de la densidad de un cuerpo por el método de Arquímedes.

Una vez realizados los cálculos de densidad por el método de Arquímedes, se procedió al cálculo de la porosidad de las pastillas relacionando la densidad calculada con la densidad teórica; la diferencia de este resultado expresado en porcentaje, es el concepto que se conoce como porosidad del material. Esto se puede observar en la ecuación 3.3.

$$porosidad = 1 - \left[\frac{\rho}{\rho_{teórica}} \right] \quad (\text{Ecuación 3.3})$$

3.2 Ensamblajes de unión tipo sándwich.

Previo a realizar las uniones disímiles, se realizó un muestreo de las superficies terminadas después del proceso de desbaste por medio de microscopía de fuerza atómica (MFA), a fin de verificar la rugosidad inicial de las superficies de los componentes, tanto del acero AISI 410S como del cerámico. Para este propósito, se utilizó un microscopio de fuerza atómica JEOL

JSPM-5200, en modo de no-contacto. La finalidad de este muestreo es la verificación de la uniformidad relativa de las superficies de manera que el experimento se realice con la mayor reproducibilidad posible.

Una vez realizado el muestreo de rugosidad relativa inicial, se realizaron los ensambles de unión tipo sándwich, tomando como variable al elemento de unión. En la Figura 3.3(a) se presenta la configuración del sistema Cu-Zn compuesto por $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CuZn}/\text{Nb}/\text{CuZn}/\text{AISI 410S}$. La Figura 3.3(b) muestra la configuración del sistema Cu-Zn-Ag que está compuesto por $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CuZnAg}/\text{Nb}/\text{CuZnAg}/\text{AISI 410S}$.

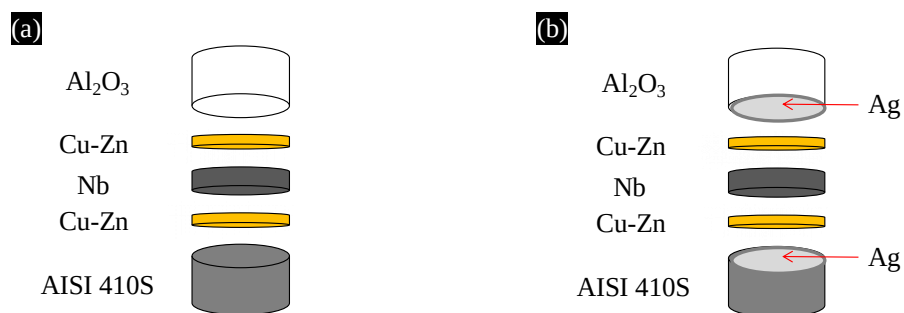


Figura 3.3 Ensambls del sistema: (a) Cu-Zn y (b) Cu-Zn-Ag.

Tanto la parte metálica como la parte cerámica de la configuración del sistema Cu-Zn-Ag, fueron metalizados con plata de alta pureza (*Alfa Aesar, VWR International S. de R.L. de C.V., México*) en su cara de contacto con el elemento de unión; esta condición se muestra en la Figura 3.4.



Figura 3.4 Metalizado de plata.

La Tabla III.2 muestra algunas características físicas y químicas de los elementos presentes en la unión, útiles para el desarrollo del proceso [1, 4, 5].

Tabla III.2 Características físicas y químicas de los elementos de unión [1, 4, 5].

Propiedades	Alúmina (Al₂O₃)	Aleación base cobre	Plata (Ag)	Niobio (Nb)	Acero AISI 410S
Estructura cristalina	HCP	FCC	FCC	BCC	BCC
Punto de fusión (°C)	2050	950	962	2468	1530
CET (10 ⁻⁶ /°C)	4.6	18	19.7	7.1	12-13
Densidad (g/cm ³)	3.96	8.4-8.9	10.49	8.5	7.6-7.7

3.3 Estudio termodinámico de los diagramas de fases.

Los ensambles metal/cerámico realizados en el presente proyecto de investigación están compuestos por dos interfases, las cuales son la base del estudio termodinámico. En primer lugar, se analizaron las reacciones que probablemente ocurrieron entre la alúmina, la aleación base cobre y la intercapa de niobio, posteriormente se hizo lo propio con la sección restante compuesta por la intercapa de niobio, la aleación base cobre y el acero inoxidable AISI 410S, considerando ambos sistemas: el sistema Cu-Zn y el sistema Cu-Zn-Ag; esta manera de realizar el estudio está basada en la hipótesis que la lámina de niobio tenga la función de introducir una barrera en la zona de unión que pueda apoyar en el control del crecimiento del espesor de la interfase; así mismo, el uso del metalizado de plata fue ideado para crear un contacto metal-metal entre la aleación base cobre y el cerámico.

Se realizaron cálculos termodinámicos usando el programa FACT (Facility for the Analysis of Chemical Thermodynamics) buscando predecir fases resultantes de la interacción de los elementos involucrados en el proceso de unión, sin embargo al finalizar el estudio preliminar no se encontraron fases nuevas, por lo que se procedió a revisar los diagramas de fases de los posibles sistemas formados a fin de identificar probables soluciones sólidas a las temperaturas de unión de 950, 980 y 1010°C.

3.4 Unión por el método *brazing*.

Con el propósito de tener reproducibilidad en las superficies de contacto durante la unión, se implementó el siguiente procedimiento en su preparación: inicialmente, las superficies de contacto de las pastillas de alúmina, de la lámina de niobio y del acero fueron desbastadas con hoja de papel de carburo de silicio de número 400, 600 y 1200, posteriormente, se finalizó con un desbaste grueso controlado con papel de carburo de silicio de número 280 que permitió reproducir, en la mayor forma posible, las superficies a unir [35]. La lámina de aleación base cobre se desbastó con papel de carburo de silicio de tamaño 1200 a fin de retirar posibles impurezas superficiales. Antes del proceso de unión, todos los componentes se limpiaron en alcohol etílico en una tina de ultrasonido durante cinco minutos, con el propósito de eliminar elementos superficiales contaminantes.

Los ensambles tipo sándwich fueron montados en un portamuestras de grafito e introducidos en un horno horizontal Carbolite STF 16/18, previamente calibrado, donde se llevaron a cabo los procesos de unión en una atmósfera controlada de gas argón. Se utilizó polvo de nitruro de boro, BN, (99.5%, *AESAR División Johnson and Matthey, Toronto, Canadá*) en el portamuestras con el propósito de reducir la contaminación con el ensamble metal/cerámico. En la Figura 3.5 se muestran dos vistas del portamuestras de grafito impregnado con nitruro de boro.

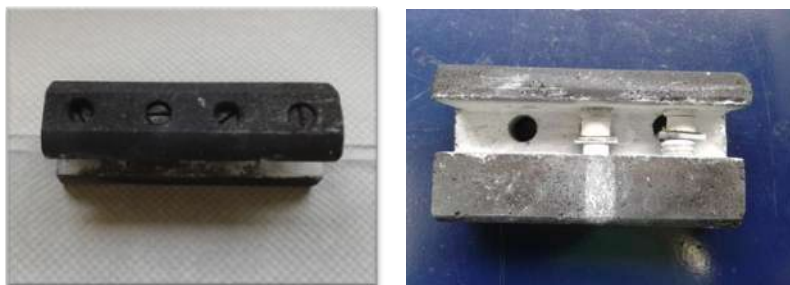


Figura 3.5 Portamuestras de grafito.

La Figura 3.6 muestra un esquema del acomodo de los componentes de la unión dentro del portamuestras de grafito antes de ser colocados en el horno.

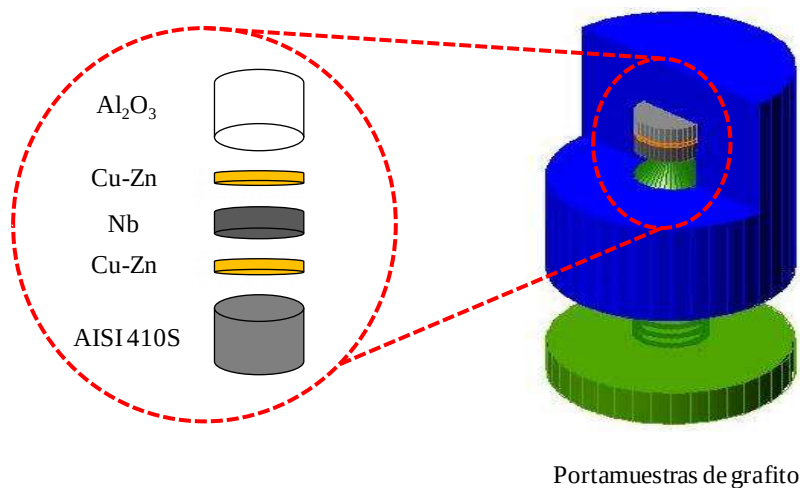


Figura 3.6 Esquema representativo del acomodo de componentes en el portamuestras.

El equipo utilizado para los experimentos consistió básicamente en un horno horizontal de resistencias de atmósfera controlada, con cámara tubular de 8 cm de diámetro y 80 cm de longitud. Una vez acomodados los componentes de la unión, se procedió a introducir el portamuestras dentro de la cámara del horno. Se realizó el sellado del equipo en ambos extremos y se suministró gas inerte argón (Ar) en forma continua durante el experimento. En la Figura 3.7 se muestra un esquema del horno de cámara tubular.

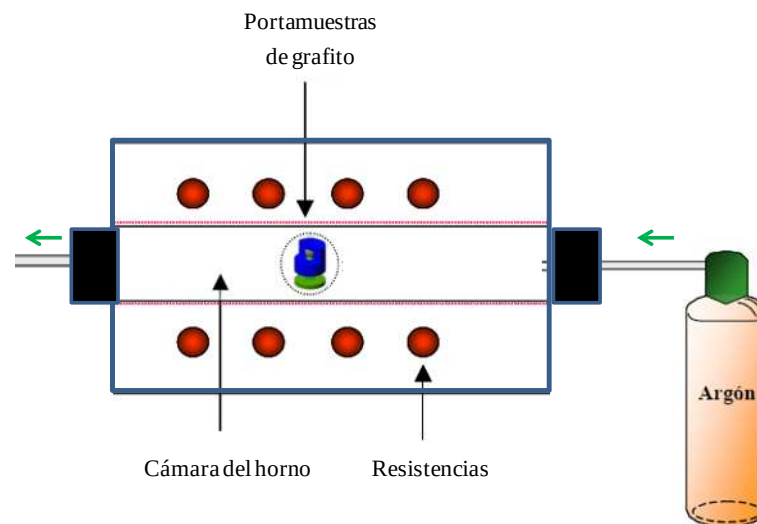


Figura 3.7 Esquema del horno de cámara tubular.

Se realizó la unión por el método *brazing* usando las siguientes variables:

- a) Temperatura de unión: 950, 980 y 1010°C.
- b) Tiempo de unión: 5, 15, 25 y 35 minutos.
- c) Atmósfera de gas argón.

Los ciclos de calentamiento del proceso de unión siguieron el patrón mostrado en la Figura 3.8. Las variables en el patrón son: temperatura de unión y tiempo de unión.

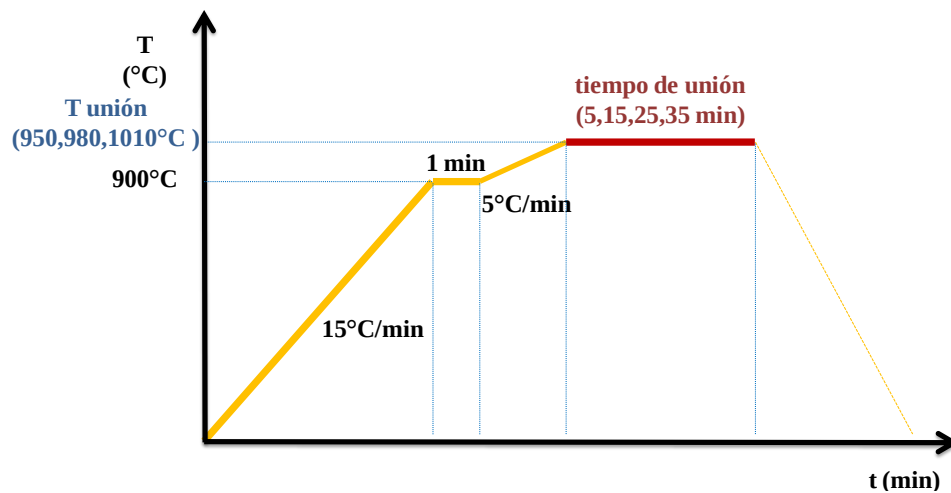


Figura 3.8 Ciclo de calentamiento del proceso de unión metal/cerámico.

Con el propósito de analizar comparativamente las distintas variables utilizadas, para los dos tipos de ensambles se utilizaron las mismas temperaturas y los distintos tiempos en el trabajo experimental. En el total de ensambles se realizó la caracterización interfacial determinando las variables que permitan producir ensambles viables para la evaluación mecánica de la unión, donde se requiere un mínimo de 3 muestras para cada grupo de variables de unión.

3.5 Análisis metalográfico de las uniones.

Con el fin de analizar la interfase de interacción en los ensambles unidos, éstos se cortaron de forma transversal a la unión por medio de una cortadora BUEHLER IsoMet de baja velocidad, como se muestra en la Figura 3.9, usando un disco con borde de diamante.

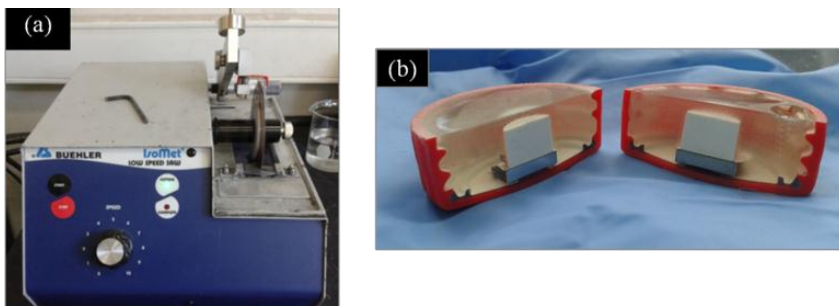


Figura 3.9 (a) Cortadora de baja velocidad; (b) Corte transversal de la muestra.

Después del corte, las uniones pasaron a un proceso de desbaste con papel de carburo de silicio de números 400, 600 y 1200; en seguida se realizó la limpieza de las mismas con alcohol etílico en una tina de ultrasonido durante cinco minutos. Posteriormente, se realizó el pulido de la sección transversal de la unión con el uso de un paño y una dispersión de polvo de alúmina de 1, 0.3 y 0.06 μm . Finalmente, se realizó nuevamente la limpieza de los ensambles metal/cerámico con alcohol etílico en una tina de ultrasonido durante cinco minutos.

La microestructura de la unión fue evaluada por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB), utilizándose un microscopio JEOL JSM-7600F para analizar la zona de la unión con el uso de las técnicas de análisis morfológico de la microestructura y análisis químico. Se realizaron, por tanto, análisis lineales y mapeos atómicos de componentes con el propósito de obtener datos tanto cualitativos como cuantitativos.

3.6 Evaluación mecánica de las uniones.

Las propiedades mecánicas de las uniones fueron evaluadas por medio de mediciones de resistencia al corte. Para esta prueba se utilizó un dispositivo montado en una máquina de pruebas universal Zuick Roell Z100, como se muestra en la Figura 3.10.

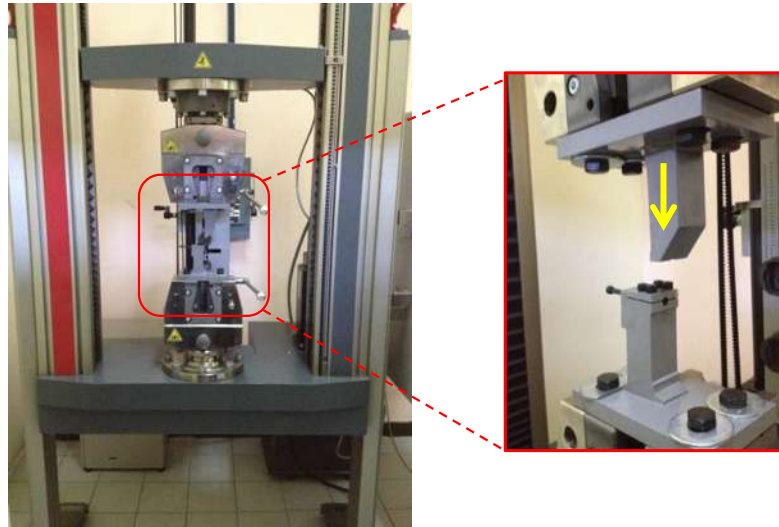


Figura 3.10 Máquina Zuick Roell Z100 y dispositivo de pruebas de corte.

En la prueba de corte es necesario tener presentes ciertas condiciones para asegurar la fiabilidad de la prueba así como de los resultados arrojados por la misma; en este sentido, es importante que la aplicación de la carga sea paralela a la interfase de unión y sea realizada a velocidad constante [13, 41, 42], para ello se utilizó un dispositivo que permite sostener la muestra en forma adecuada, evitando la aplicación errónea de la carga que fue a velocidad de 0.1 mm/min. Estas condiciones de prueba son mostradas esquemáticamente en la Figura 3.11.

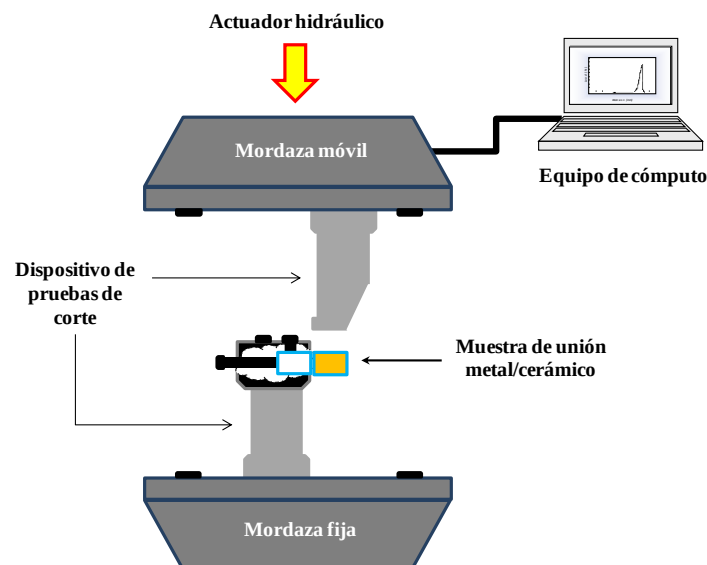


Figura 3.11 Esquema de funcionamiento del dispositivo de pruebas de corte.

Habiendo realizado los ensayos, se tomaron los valores obtenidos en la máquina de pruebas universal para calcular la resistencia al corte por medio de la fórmula [43, 44]:

$$\tau = \frac{P_{max}}{A} \quad \text{Ecuación (3.1)}$$

donde: τ es la resistencia al corte (Pa).

P_{max} es la carga de corte máxima (N).

A es el área de la sección transversal de la unión (m^2).

Las muestras para las pruebas de corte fueron preparadas y producidas bajo las mismas condiciones de proceso que las muestras que se utilizaron para estudiar las interfases, a excepción del corte transversal. Con el fin de asegurar la reproducibilidad de los resultados de las pruebas de corte, se produjeron tres muestras en idénticas condiciones de temperatura y tiempo de unión para promediar los resultados de las mismas.

Una vez evaluados mecánicamente los ensambles híbridos metal/cerámico, se analizó la fractura de las muestras con el objeto de determinar el inicio de la falla de la unión. Se utilizó un equipo de difracción de rayos X (BRUKER D8 Advance) para identificar los posibles fases formadas después del proceso de unión en cada uno de los extremos fracturados. Por otro lado, se practicaron análisis de las zonas expuestas después de la fractura por medio de microscopía electrónica de barrido para identificar elementos presentes, así como para revelar la morfología de las muestras después de la fractura.

CAPÍTULO 4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

Dentro del desarrollo del presente trabajo de investigación se siguieron varias etapas a fin de asegurar el éxito del mismo; los resultados son presentados de acuerdo a la secuencia seguida en la experimentación de manera lógica buscando reportar todos los aspectos involucrados, con la finalidad de ofrecer una visión tanto amplia como detallada de cada uno de los procesos ejecutados en el proyecto. Se comienza con la caracterización de los materiales iniciales utilizados en la producción de los ensambles metal/cerámico, se presentan los resultados de la unión así como un análisis termodinámico de la misma, posteriormente se revisa la resistencia de la interfase formada para finalizar con el análisis de la fractura.

4.1 Caracterización de los materiales de inicio.

Se apartaron muestras de cada uno de los componentes antes del proceso de unión para efectuar la caracterización inicial de los materiales, de manera que se pudieran asegurar las características iniciales del producto. Los resultados de la caracterización de los componentes se presentan a continuación:

4.1.1 Alúmina (Al_2O_3).

La medición del tamaño de partícula de los polvos de alúmina se realizó a una muestra del cerámico por medio de un determinador de tamaño de partícula. De acuerdo a los resultados obtenidos se pudo verificar que las partículas de alúmina están distribuidas de manera heterogénea, con tamaños que oscilan entre 5-30 μm de diámetro, encontrando un pico promedio al 50%, cercano a 10 μm de diámetro ($D_{50}=10 \mu m$). La gráfica de la distribución de tamaño de partícula del cerámico se muestra en la Figura 4.1.

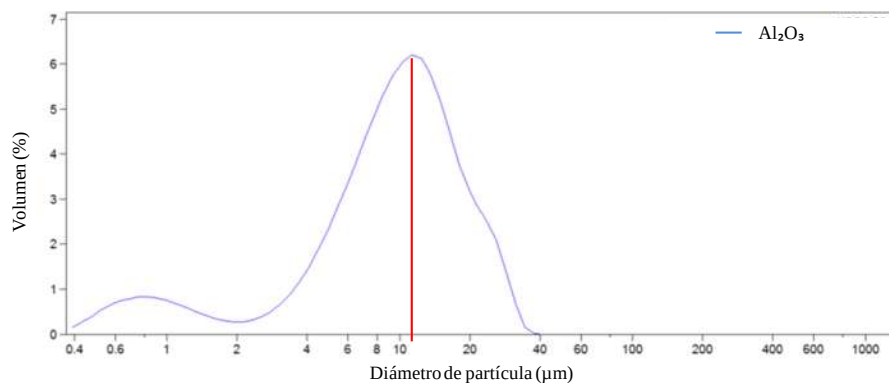


Figura 4.1 Distribución del tamaño de partícula de la alúmina.

Al realizar el análisis por difracción de rayos X se observaron los picos característicos de α -alúmina, que es la fase más estable de alúmina, como componente principal de la muestra de polvos de alúmina, de acuerdo con la tarjeta JCPDS #01-076-0144; los resultados se muestran en el difractograma de la Figura 4.2, los cuales corresponden a lo reportado por el proveedor de los polvos comerciales.

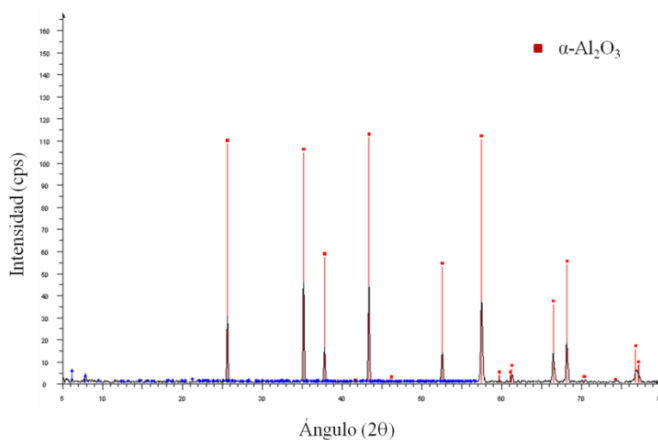


Figura 4.2 Difractograma por rayos X de los polvos de α -alúmina.

Por medio de microscopía electrónica de barrido se caracterizó la morfología de los polvos de alúmina. En la Figura 4.3 se observan los polvos iniciales de alúmina, donde es notorio que el cerámico presenta una distribución heterogénea con formas variadas apreciando la distribución de tamaños, como se mencionó en el cálculo de la distribución de tamaños de partícula.

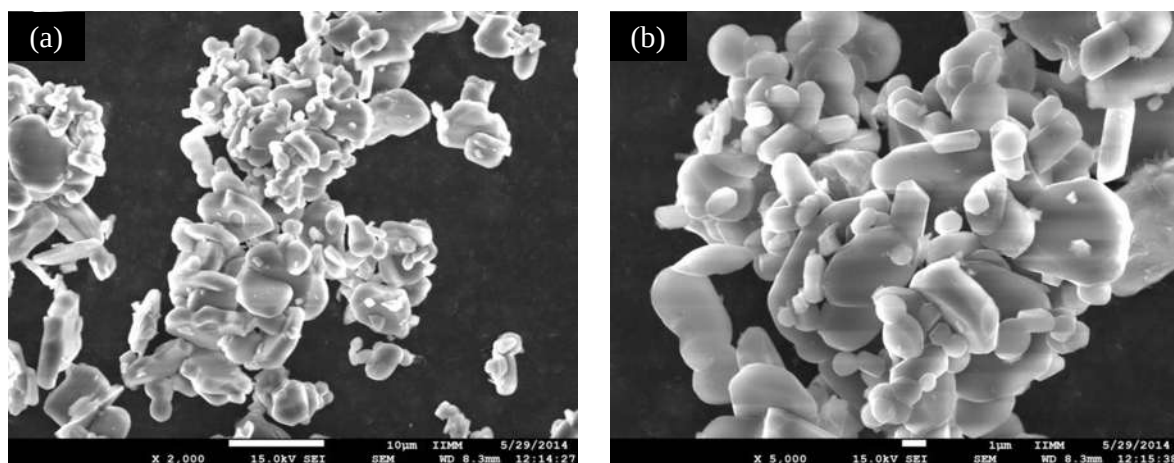


Figura 4.3 Morfología de los polvos de alúmina a: (a) 2000X; (b) 5000X.

Una vez sinterizadas las pastillas a 1550°C por 2 horas en aire, se procedió a realizar el análisis de las mismas. En la Figura 4.4 se muestra un difractograma de la pastilla sinterizada; se puede observar que los puntos característicos de la α -alúmina permanecen constantes, este comportamiento demuestra que no se presentaron cambios de fase en el material, lo cual es esperado ya que la fase α constituye la fase más estable de la alúmina [21, 39], y se busca para producir las pastillas destinadas a unir en la producción de ensambles metal/cerámico.

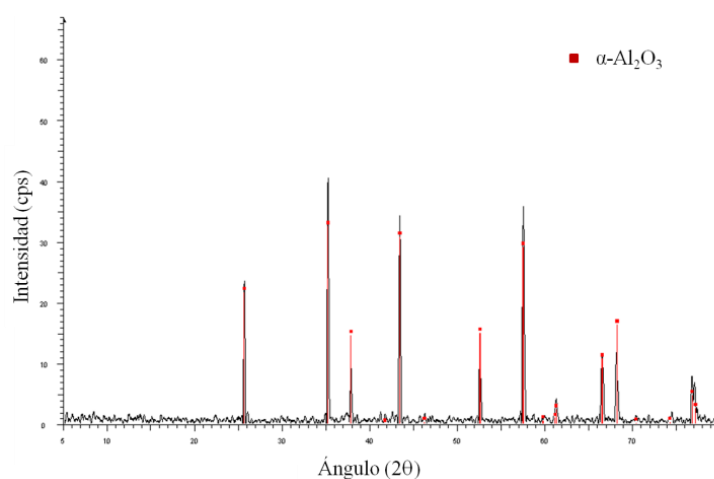


Figura 4.4 Difractograma de rayos X de la pastilla α -alúmina sinterizada a 1500°C por 2 horas en aire.

También se utilizó MEB para observar la microestructura de una pastilla de alúmina sinterizada, la cual fue fracturada para propósitos de la investigación. En la Figura 4.5 se

muestran las imágenes de la pastilla de alúmina sinterizada y fracturada; en las micrografías se nota una distribución heterogénea conservando las formas variadas, así mismo es notoria la sinterización de las partículas de alúmina acorde con los valores de densidad encontrados.

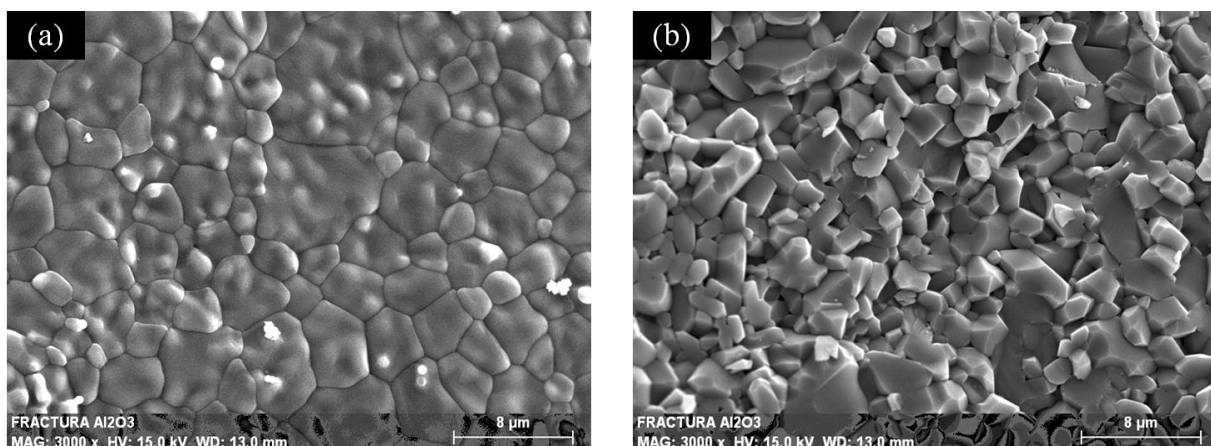


Figura 4.5 Microestructura a 3000X de una pastilla de alúmina sinterizada: (a) superficie de sinterización; (b) superficie de fractura.

Se realizó, además, la medición de densidad a tres muestras de pastillas de alúmina sinterizada. La densidad teórica se define como la relación entre masa y volumen de la celda cristalina del espécimen; en el caso de la alúmina, la densidad teórica reportada es de 3.96 g/cm^3 [1]; se realizaron las mediciones de densidad por el método de Arquímedes a las muestras sinterizadas obteniendo valores de porosidad promedio de 3.42%, lo que indica que fueron obtenidos compactos de 96.58% de la densidad teórica.

4.1.2 Acero AISI 410S.

En relación a la muestra metálica de acero inoxidable AISI 410S, se realizaron análisis por difracción de rayos X para la caracterización inicial del mismo; se compararon los resultados con la tarjeta JCPDS #00-054-0331 del sistema, resultando en el difractograma de la Figura 4.6(a), donde se pueden observar los picos principales del material. Es importante notar que no existen picos de intensidad elevada que den indicio de otras fases del material. Los resultados del análisis químico realizado en el material se muestran en el espectro de EDS de la Figura

4.6(b) obtenida en el microscopio electrónico de barrido, destacando los componentes principales presentes en la composición química del acero AISI 410S, que son: 85% Fe, 12% Cr, 3% C, 0.4% Si (% en peso).

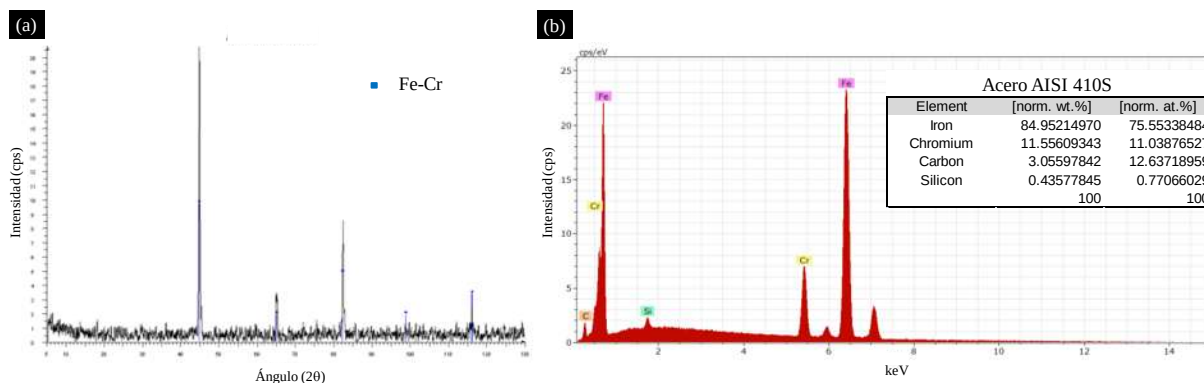


Figura 4.6 Análisis del acero AISI 410S: (a) Difractograma por rayos X; (b) Análisis por EDS-SEM.

De esta manera, se logró comparar la información proporcionada por el proveedor acerca del acero AISI 410S, correspondiente a uno de la serie 400, sin contenido de níquel.

4.1.3 Aleación base cobre.

Uno de los materiales más utilizados para la producción de uniones por el método *brazing* es el cobre puro; sin embargo, debido a su alto punto de fusión (1084°C) se opta por el uso de una aleación Cu-Zn, con punto de fusión más bajo (950°C). La aleación es dúctil, lo que permite el acomodo de esfuerzos residuales debido a la diferencia de coeficientes de expansión térmica que existe entre los materiales a unir [24].

Se realizó el análisis por difracción de rayos X a una muestra de la aleación base cobre. Se compararon los resultados con la tarjeta 03-065-9062 del sistema, resultando en el difractograma de la Figura 4.7(a), donde se observan los picos característicos de este material Cu-Zn. La composición de la aleación base cobre fue verificada por medio de análisis de EDS; el resultado es mostrado en la Figura 4.7(b) donde se observó que la aleación está compuesta por cobre y zinc, con un contenido de 70-30 % peso, acorde con la información de proveedor.

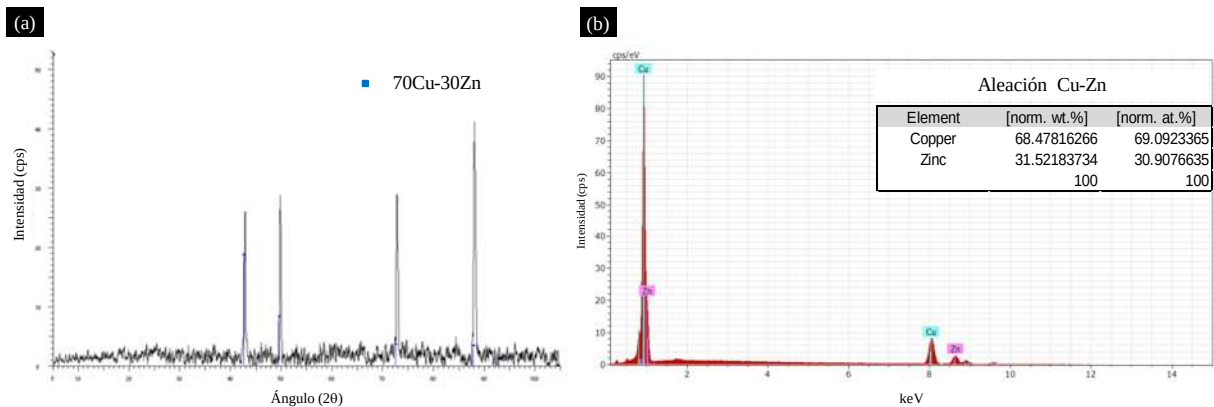


Figura 4.7 Análisis de la aleación base cobre: (a) Difractograma por rayos X; (b) Análisis por EDS-SEM.

4.1.4 Lámina de Niobio.

Dentro de la caracterización inicial de los componentes de la unión, se realizaron análisis por difracción de rayos X a una muestra de la lámina de niobio. Se compararon los resultados con la tarjeta 01-089-5008 del sistema, mismos que se muestran en la Figura 4.8(a) corroborando la estructura del metal, ya que no se presentan picos correspondientes a impurezas. El análisis químico mostrado en la Figura 4.8(b) corresponde en la composición química de la lámina de niobio, que tiene la función de barrera de unión, mostrando la pureza comercial del material.

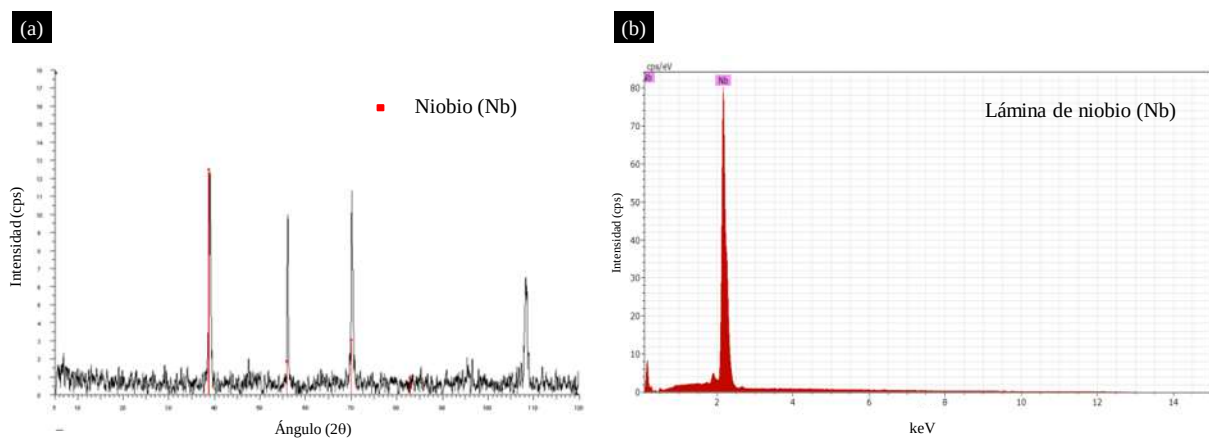


Figura 4.8 Análisis de la lámina de niobio: (a) Difractograma por rayos X; (b) Análisis por EDS-SEM.

Previo a la producción de las uniones disímiles, se realizó el muestreo de las superficies terminadas después del proceso de desbaste por medio de microscopía de fuerza atómica (MFA), a fin de verificar la rugosidad inicial de las superficies de los componentes, tanto del acero como del cerámico. Este muestreo ofrece una base de repetitividad del proceso de preparación en general, y de desbaste en particular, a fin de realizar los experimentos de la manera más parecida y reproducible posible.

El propósito principal del muestreo es conocer la rugosidad inicial de las caras de los componentes que estuvieron en contacto con la aleación base cobre. Este valor inicial fue diferente para el metal y para el cerámico ya que al utilizar el mismo procedimiento de desbaste y preparación en ambos materiales, el comportamiento de cada uno es diferente. En efecto, la parte cerámica presenta una dureza mayor que la parte metálica, mientras que la parte metálica es dúctil, por lo tanto los valores de rugosidad fueron mayores en el acero inoxidable que en la alúmina.

La Figura 4.9 muestra la gráfica y perfil de rugosidad superficial del acero inoxidable AISI 410S por medio de MFA. Los valores reportados promedian 51 nm de profundidad de acuerdo a la escala, sin embargo pudieron observarse también algunos picos o irregularidades mayores que alcanzaron valores de aproximadamente 75 nm. Estos valores iniciales de rugosidad son los que se esperó lograr en la superficie del acero al ser preparado de manera uniforme en la metodología de preparación superficial.

Para el caso de la alúmina, se realizó el mismo muestreo de la rugosidad inicial. En la Figura 4.10 son mostrados la gráfica y perfil de rugosidad superficial de la alúmina por medio de MFA, donde se observó que a pesar de que la profundidad promedio está alrededor de 49 nm, se notaron superficies mas uniformes con cambios menos abruptos que en el caso del metal. Este comportamiento fue atribuido a la dureza del material cerámico que soportó con mayor holgura el rayado final del proceso de preparación de las muestras, ya que al comparar los puntos máximos de profundidad de las huellas de carburo de silicio utilizado para el desbaste final, es notoria la diferencia entre el valor de aproximadamente 100 nm en el metal y de 67.9 nm en el cerámico. La propiedad de ductilidad del metal permitió una mayor deformación de la superficie mientras que la dureza del cerámico fue un factor relevante en las mediciones.

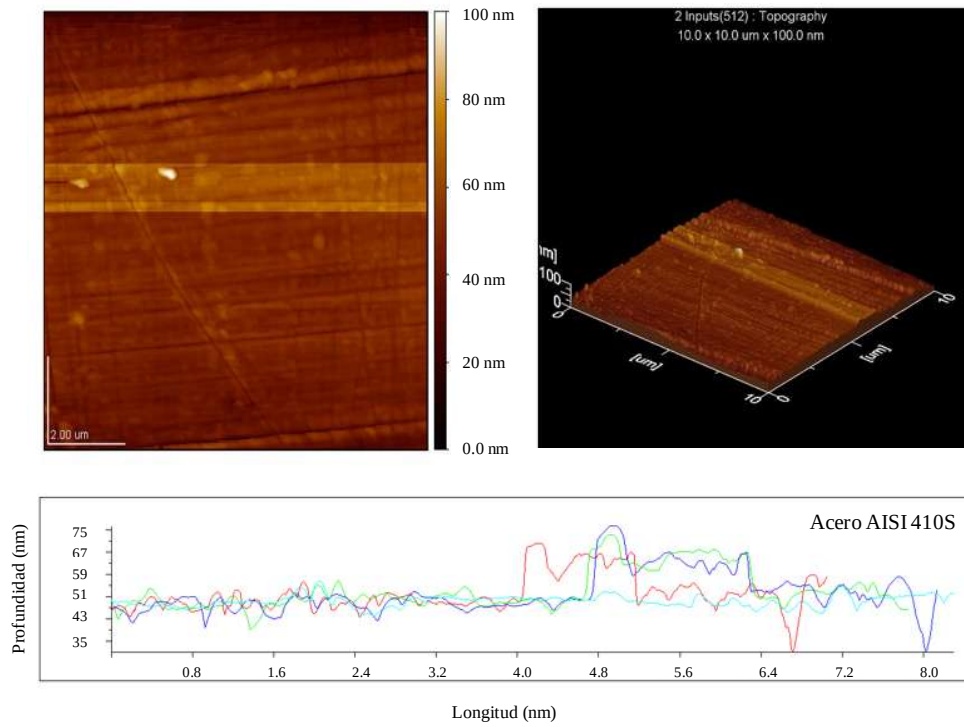


Figura 4.9 Muestreo de la rugosidad inicial del acero AISI 410S.

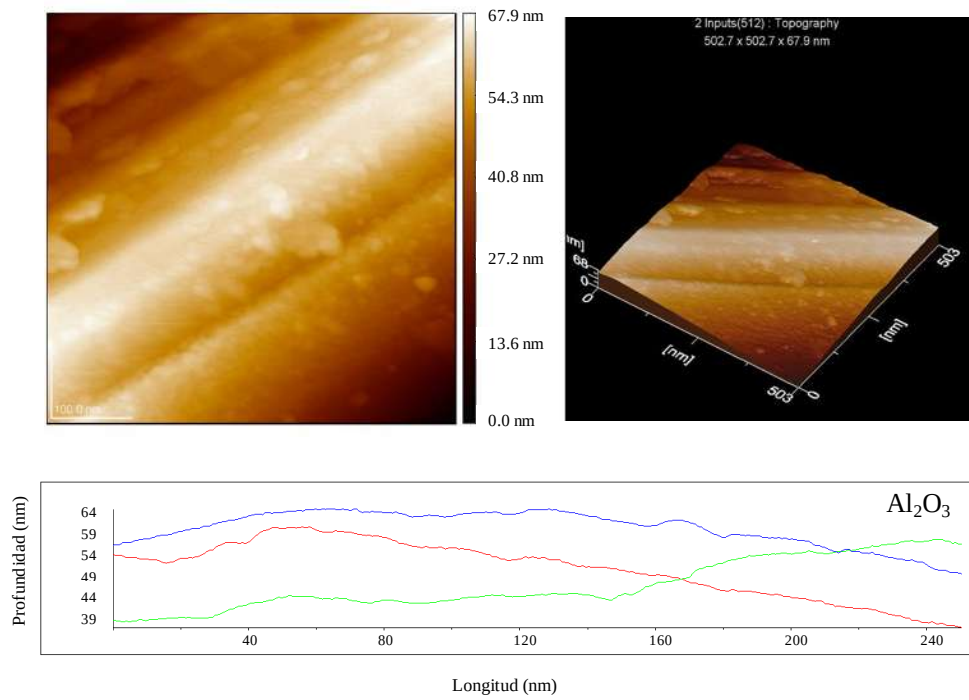


Figura 4.10 Muestreo de la rugosidad inicial de la alúmina.

Es menester recordar que éstas son las superficies que estuvieron en contacto con la aleación base cobre, que fungió como material de unión durante el proceso. La importancia de las irregularidades de estas superficies radica en que fueron el espacio de anclaje donde se alojó la aleación base cobre cuando pasó a estado líquido, durante el proceso de unión.

4.2 Análisis de los diagramas de fase.

Los ensambles metal/cerámico formaron dos interfases independientes a partir de los componentes de la unión; es decir, un extremo estuvo compuesto por *alúmina/aleación base cobre/niobio* y el otro por *niobio/aleación base cobre/acero AISI 410S*. Para comenzar el estudio, se realizaron cálculos termodinámicos en el apartado de “estado de equilibrio” del programa FACT, a fin de poder predecir fases resultantes de la interacción de los elementos involucrados en el proceso de unión en cada una de las interfases formadas. Una vez que se verificó que no se encontraron fases nuevas en este apartado, ni en la base de datos del programa, se procedió a revisar los diagramas de fases de los posibles sistemas formados con el propósito de identificar soluciones sólidas probablemente presentes después del proceso de unión.

En general, cuando un cerámico entra en contacto con un metal se espera que algo ocurra [9]; la interfase del lado del cerámico está compuesta por alúmina, cobre, zinc y niobio. Debido a las temperaturas de unión utilizadas en el proceso (950, 980 y 1010°C) se hizo la consideración de que el zinc se evaporó, por lo que el análisis se enfocó en las posibles reacciones químicas entre alúmina y cobre.

De acuerdo al diagrama Cu-Al de la Figura 4.11, con 70 a 100% de cobre en peso existen aleaciones ricas en cobre debido a la lentitud de la reacción eutéctica, la fase β puede ser retenida como metaestable. De esta manera, la termodinámica indica que la unión de estos materiales es viable, sin esperar de manera precisa la formación de fases que pudieran afectar el desempeño de la unión; no obstante, es necesario esperar a realizar la caracterización de las interfases de unión para poder interpretar el comportamiento de las mismas durante el proceso [24].

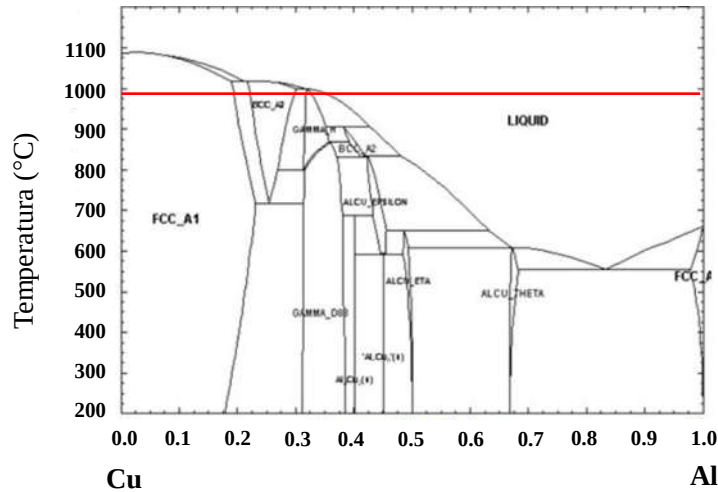


Figura 4.11 Diagrama de fase Cu-Al [24].

Para el caso del sistema Cu-Zn-Ag se revisó el diagrama Ag-Nb de la Figura 4.12(a), de manera que se pudieran verificar las posibles combinaciones de los elementos; se pudo constatar que se formarían fases de soluciones sólidas entre ambos. De la misma manera, se consultó el diagrama de fases Ag-Cu de la Figura 4.12(b) para las uniones fabricadas en el sistema Cu-Zn-Ag de forma tal que pudieran ser revisadas las posibles interacciones entre el cobre de la aleación y la plata presente en el metalizado. A pesar de que la cantidad de plata en el metalizado fue baja, se utilizó por ser un elemento activo [16].

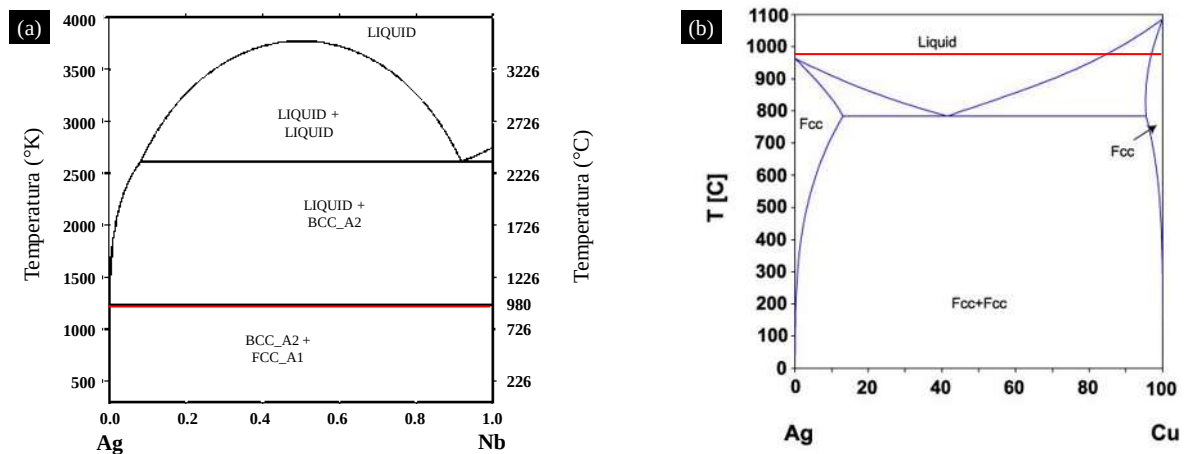


Figura 4.12 Diagramas de fases: (a) Ag-Nb [45] y (b) Ag-Cu [46].

Para finalizar las posibles interacciones del lado de la alúmina, se consultó el diagrama de fases Cu-O de la Figura 4.13(a) bajo el argumento de la probable presencia de oxígeno, a pesar de que se realizaron las uniones en una atmósfera controlada de argón. La posibilidad de reacción entre ambos elementos a la temperatura de unión es sugerentemente baja por lo que la fase más probable bajo tales condiciones es (Cu)+Cu₂O. Así mismo, el sistema Cu-Nb fue revisado para buscar probables reacciones y/o soluciones sólidas presentes después de la unión de los materiales disímiles. Cabe mencionar que este sistema está presente en ambas interfases formadas, por lo que su verificación fue importante. La Figura 4.13(b) muestra el diagrama Cu-Nb.

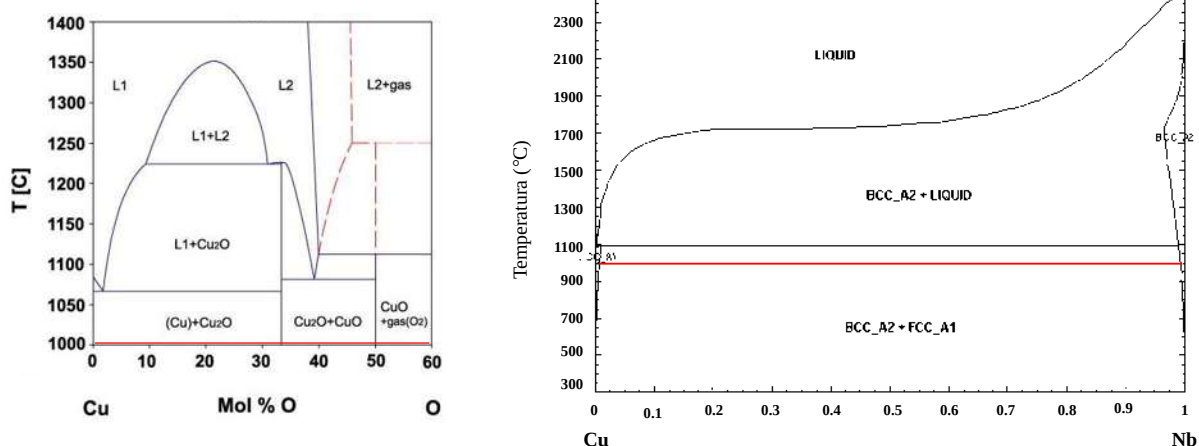


Figura 4.13 Diagramas de fases: (a) Cu-O [47] y (b) Cu-Nb [48].

La interfase del lado del acero inoxidable es un poco más compleja debido a los componentes que la integran. Los elementos Fe, Cr, Cu, Zn, Ag y Nb están presentes en posibles reacciones químicas y/o soluciones sólidas resultantes del proceso de unión. Tomando en cuenta los diagramas de fase correspondientes, se puede observar que en el sistema Cu-Fe, mostrado en la Figura 4.14(a), se encuentran soluciones sólidas a las temperaturas de unión. Siendo la aleación base cobre la que pasó a estado líquido durante el proceso de unión, se verificó también otro componente del acero inoxidable con cobre. El diagrama Cu-Cr se muestra en la Figura 4.14(b) y denota la posible formación de soluciones sólidas entre los elementos cobre y cromo debido a la temperatura y tiempo de unión.

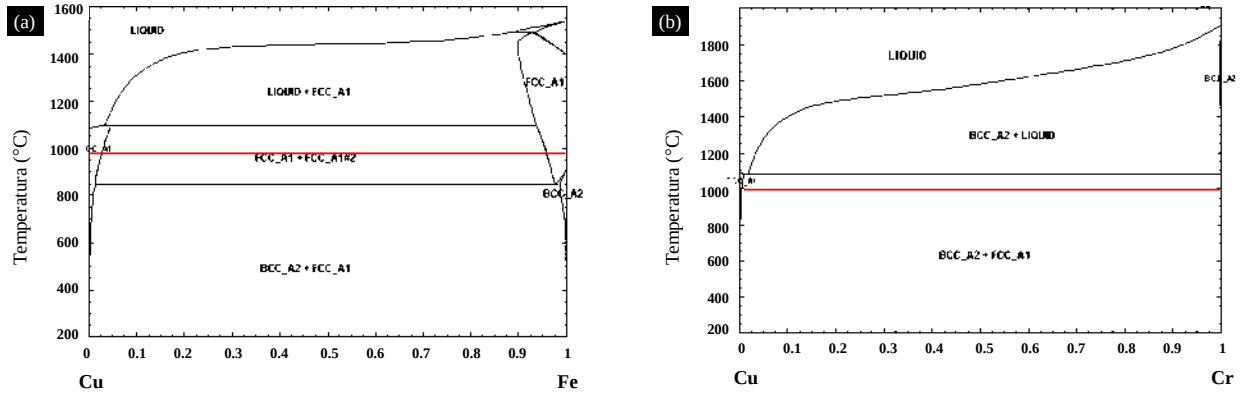


Figura 4.14 Diagramas de fases: (a) Cu-Fe [49] y (b) Cu-Cr [50].

Fue necesario revisar también el diagrama de fases Fe-Nb de la Figura 4.15 para verificar la formación de posibles fases después del proceso de unión entre estos elementos. Como en el resto de los diagramas, se trazó una isoterma con el valor de la temperatura de trabajo del proceso de unión a fin de facilitar el trabajo de identificación. La interacción entre los elementos hierro y niobio debido a la temperatura y tiempo de unión pudo ser interpretada por medio del diagrama de fases.

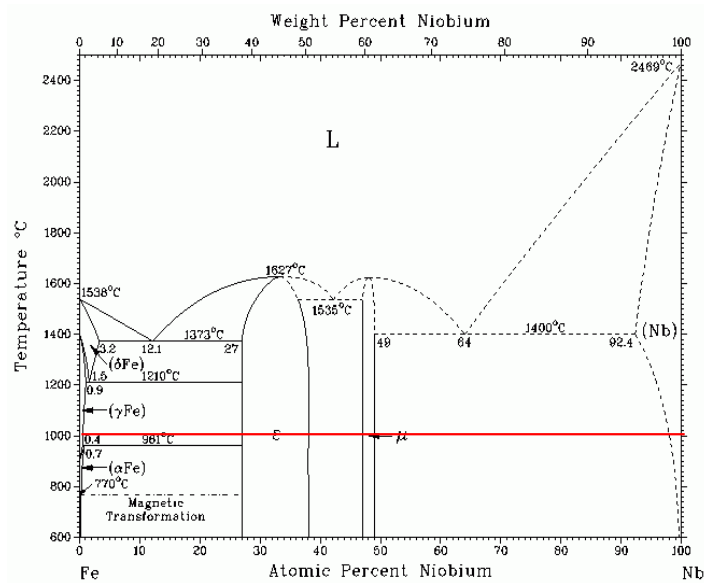


Figura 4.15 Diagrama de fases Fe-Nb [51].

4.3 Resultados de la unión.

Las variables principales en el presente proyecto de investigación fueron: temperatura, tiempo y elemento de unión. Se realizó la conceptualización del proceso por medio de tres temperaturas: 950, 980 y 1010°C. Para cada temperatura, se manejaron cuatro períodos de tiempo durante el proceso de unión: 5, 15, 25 y 35 minutos. Así mismo, se configuraron dos sistemas de acuerdo al elemento de unión: el primer sistema implica el uso de la aleación Cu-Zn; mientras que el segundo sistema implica el uso de Cu-Zn-Ag.

Las variaciones de cada proceso individual quedan de manifiesto en los resultados de las uniones y son denominados como “unido” y “no unido”. El término **“unido”** se refiere a los ensambles donde se logra la unión de los materiales con resistencia interfacial suficiente para analizar las muestras, pasando por el proceso mecánico de corte y preparación superficial. Las muestras denominadas **“no unido”** indican que los ensambles de unión no presentaron una resistencia interfacial suficiente, ya que estas muestras se separaron al extraerlas del portamuestras una vez terminado el proceso térmico, sin embargo presentan una interacción en las superficies de unión. Se utilizó microscopía electrónica de barrido para verificar el comportamiento de las interfases de cada uno de los ensambles bajo las diferentes condiciones de proceso. Es preciso mencionar que todos los experimentos se realizaron bajo las mismas características de preparación metalográfica y condiciones de proceso, además, fueron desarrollados en su totalidad en una atmósfera controlada de gas argón; todo este cuidado en el desarrollo y producción de las muestras y su estudio se llevó a cabo buscando la reproducibilidad y uniformidad en la experimentación.

A fin de tener una visión más amplia acerca de los ensambles que efectivamente fueron exitosos en la unión, se presenta una tabla de resultados para cada temperatura de unión, donde se puede resumir el comportamiento de las variables y su influencia en las uniones disímiles; así mismo, se revisaron los resultados, las micrografías y los análisis químicos de las muestras de manera que se pudieran comparar los resultados en busca de las mejores condiciones de proceso; tales condiciones son las mandatorias para realizar las uniones que pasan a ser evaluadas mecánicamente. A continuación se presentan los resultados de las uniones disímiles metal/cerámico para las diferentes condiciones de proceso.

4.3.1 Temperatura de unión de 950°C.

Se consideró a ésta como la temperatura de unión baja; los experimentos se llevaron a cabo variando el tiempo de unión, se utilizaron los dos sistemas configurados: el sistema que implica el uso de la aleación Cu-Zn, y el sistema que implica el uso de Cu-Zn-Ag; así mismo se dan a conocer los resultados del proceso de unión y se discuten de acuerdo a lo observado por medio de microscopía electrónica de barrido. Los resultados de las uniones bajo estas condiciones se muestran en la Tabla IV.1.

Tabla IV.1 Resultados de unión a la temperatura de 950°C.

Temperatura de unión 950°C		
Sistema	Tiempo de unión (minutos)	Ensamble Unido (✓)
		Ensamble No Unido (X)
Cu-Zn	5, 15	X
	25, 35	✓
Cu-Zn-Ag	5, 15	X
	25, 35	✓

Atmósfera: argón.

Como se observa en la Tabla IV.1, ambos sistemas de unión, cayeron dentro de la clasificación de ensamble “no unido” en tiempos de unión menores a 15 minutos, ya que los materiales disímiles presentaron una unión demasiado débil que cedió al momento de extraer los ensambles; esto sucedió debido a que la unión producida en este rango de tiempo resultó en una interacción baja de los elementos, misma que se separa al momento de manejar la muestra. Por el contrario, a tiempos de unión mayores de 15 minutos, la interacción es suficiente para la formación de una interfase más fuerte que mantiene unidas las muestras en ambos sistemas; este comportamiento explica que a pesar de no haber una temperatura suficientemente alta, sí se cuenta con el tiempo necesario para que se lleven a cabo las interacciones químicas necesarias para formar la unión.

Las uniones resultantes se observaron por medio de microscopía electrónica de barrido a fin de analizar la interfase. En la Figura 4.16 se muestran las secciones transversales de una

unión realizada a 950°C y tiempo de 15 minutos para el sistema $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CuZnAg}/\text{Nb}/\text{CuZnAg}/\text{AISI 410S}$ a 200X y 500X; se pueden observar las interfases formadas tanto del lado del metal, correspondiente a la parte superior de la micrografía, como del cerámico en la parte inferior de la misma, así como la barrera de unión que representó el niobio. Las interfases se notan relativamente homogéneas en espesor, con un promedio de 10 μm de acuerdo a la escala. Es necesario notar que el espesor inicial del elemento de unión es de aproximadamente 25 μm , sin embargo al pasar al estado líquido durante el proceso de unión, pudo existir un escurrimiento de éste promoviendo una interfase de unión de menor espesor.

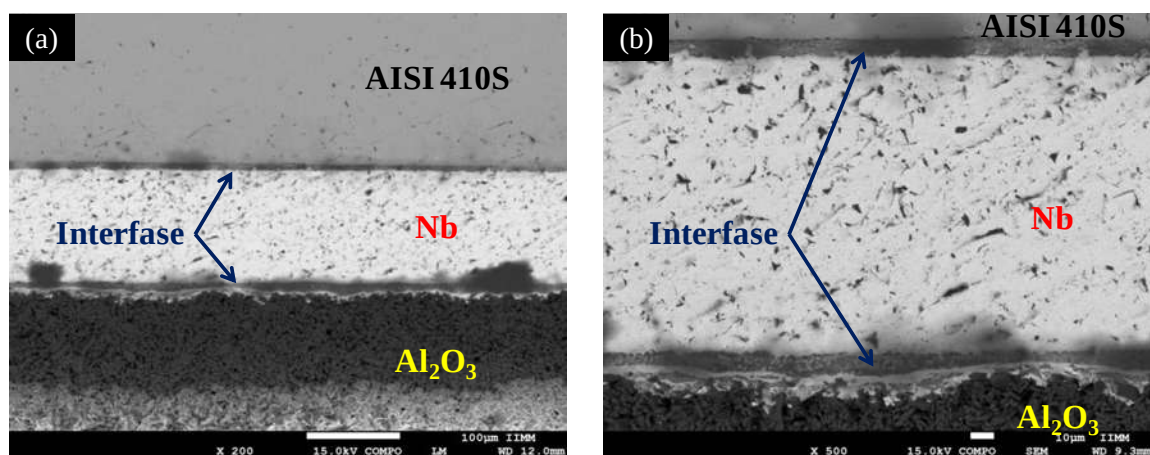


Figura 4.16 Muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 950°C y tiempo de 15 minutos a: (a) 200X y (b) 500X.

Por otro lado, se pudo observar en la Figura 4.16 una separación o fractura en la parte correspondiente a la interfase $\text{Nb}/\text{Al}_2\text{O}_3$ causada durante el proceso de corte, desbaste y pulido de la muestra unida. La separación de material se nota en las micrografías como un cambio de tono negro-gris en la parte inferior de las mismas, haciendo notoria a la vista la presencia de los granos de alúmina. Esto es un indicio claro del cuidado que debe tenerse durante el proceso de preparación de las muestras.

En la Figura 4.17 se presenta un análisis químico, mediante la técnica de análisis en línea, de una muestra unida a 950°C y tiempo de 15 minutos, en la que se utilizó la aleación Cu-Zn-Ag como elemento de unión. Se puede ver que la línea de análisis avanza desde el acero

inoxidable hasta el cerámico, pasando por la intercapa de niobio y las interfases formadas, obteniendo registro de los principales elementos presentes: Al, O, Ag, Zn, Cu, Nb, Fe y Cr. A pesar de la formación de una interfase entre la parte metálica y la lámina de niobio, así como entre el niobio y la parte cerámica, no se presentó una interacción química relevante; se puede asegurar que las variables del proceso condujeron a un crecimiento limitado de la interfase, siendo ésta una condición esperada dentro de la experimentación. Este es un ejemplo de ensamble “no unido” que se realizó a temperatura baja y período de tiempo corto, lo que resultó en una interacción baja entre los componentes de la unión; por otro lado, se puede observar una interacción en la zona de la interfase de unión entre los componentes del elemento de unión y los elementos correspondientes. Se puede concluir que la temperatura utilizada no fue suficiente para que el elemento de unión pasara a fase líquida por completo, resultando en una interacción lenta entre los materiales. Es conocido que uno de los principales requerimientos del proceso es que el elemento de unión esté en fase líquida para que se distribuya sobre las superficies en contacto y así lograr la interacción metal/cerámico, beneficiando la resistencia de la unión.

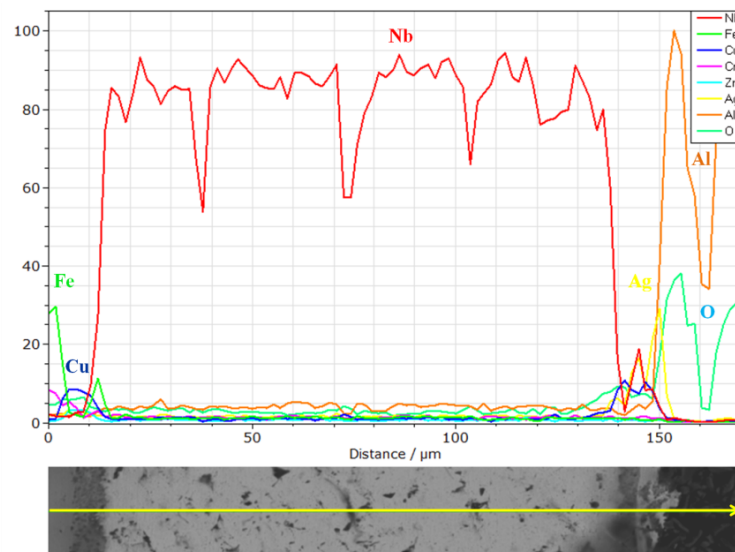


Figura 4.17 Análisis químico de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 950°C y tiempo de 15 minutos.

Por otro lado, se realizó un análisis cualitativo en esta muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 950°C y tiempo de 15 minutos. Los resultados se presentan en la Figura 4.18 con presencia de los componentes principales del ensamble, así como la difusión de los elementos al momento de interaccionar entre ellos; a pesar de que no hubo condiciones de temperatura y tiempo suficiente para una mayor interacción, ya es notable la formación de una interfase. Puede resaltarse que el problema en la unión está presente esencialmente con el cerámico debido a la diferencia de propiedades, pero principalmente a la elevada estabilidad termodinámica y térmica de la alúmina [2, 3]. El análisis muestra que el cobre está presente en ambas interfases, mientras que la plata metalizada se logra visualizar solamente del lado del cerámico; respecto del zinc, aparentemente se evaporó debido a la temperatura.

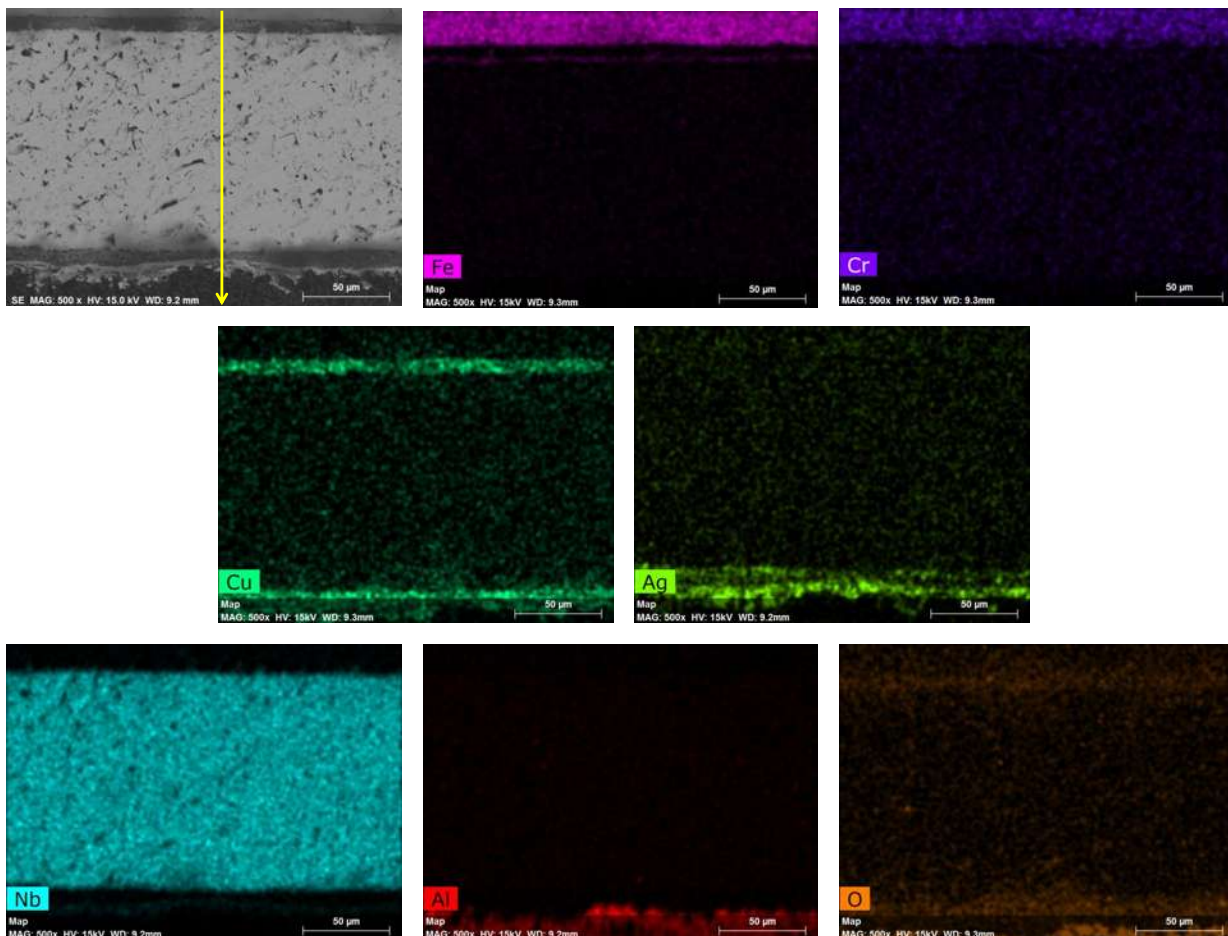


Figura 4.18 Mapeo de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 950°C y tiempo de 15 minutos.

Sin embargo, al estudiar la interfase entre el acero inoxidable y el niobio con más detalle, se pueden observar zonas con una interfase relativamente completa y homogénea; como ejemplo de lo anterior se presenta la Figura 4.19, donde es posible apreciar esta característica principalmente en ensambles producidos empleando Cu-Zn. Así mismo, se realizó un análisis cualitativo de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 950°C y tiempo de 15 minutos. Los resultados denotan la presencia de los componentes principales del ensamble del lado del metal, así como la difusión de los elementos al momento de interaccionar entre ellos.

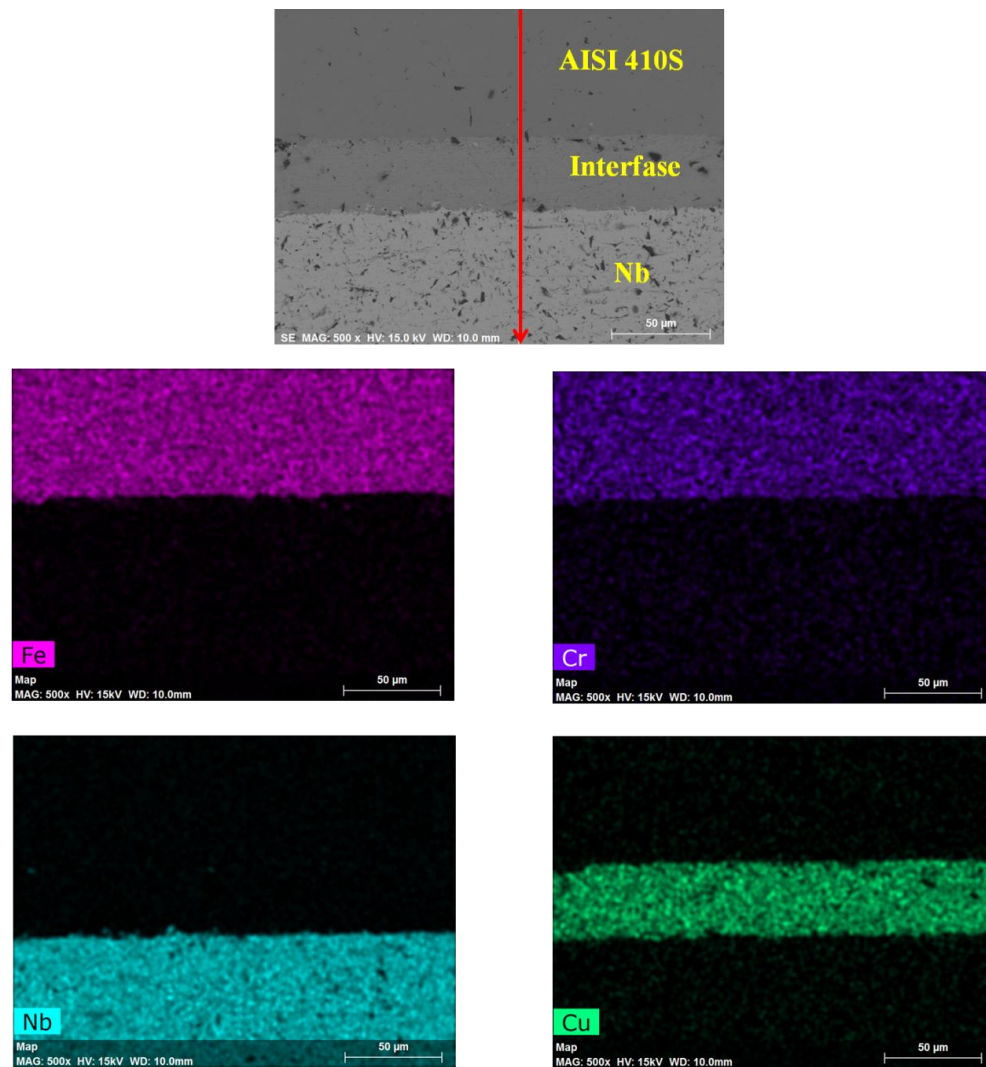


Figura 4.19 Interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 950°C y tiempo de 15 minutos.

4.3.2 Temperatura de unión de 980°C.

Está considerada como la temperatura media en el diseño de experimentos. Se puede observar en la Tabla IV.2 que los resultados de todas las uniones fueron exitosos a excepción de los ensambles con tiempo de unión de 5 minutos, que es el tiempo mínimo de permanencia. En tiempos de unión mayores, se presentó la unión química y la presencia de una interfase de unión en gran parte de la longitud de la unión.

Tabla IV.2 Resultados de unión para la temperatura de 980°C.

Temperatura de unión 980°C		
Sistema	Tiempo de unión (minutos)	Ensamble Unido (✓)
		Ensamble No Unido (X)
Cu-Zn	5	X
	15, 25, 35	✓
Cu-Zn-Ag	5	X
	15, 25, 35	✓

Atmósfera: argón.

Como se observa en la Tabla IV.2, el tiempo de unión de 5 minutos representa a un espécimen “no unido” del sistema Cu-Zn, el cual es mostrado en la Figura 4.20, y que cuenta con las siguientes características: a pesar de la presencia de interfase entre el niobio y el acero, se pueden notar algunos espacios no unidos o islas, en los cuales no hay difusión suficiente para resultar en una unión completa, sin embargo la afinidad entre los componentes del acero, de la aleación base cobre y del niobio permite la formación de una interfase delgada y discontinua. Del lado de la alúmina, la línea de unión es prácticamente inexistente haciéndose notoria una línea oscura que muestra la separación entre los componentes, en otras palabras, no hubo interacción suficiente debido a la baja temperatura y/o tiempo insuficiente durante el proceso de unión, promoviéndose incluso la separación de la interfase durante el corte, la preparación de desbaste y el pulido de la muestra. Estas condiciones de proceso no resultaron en interacciones químicas suficientes para uniones exitosas.

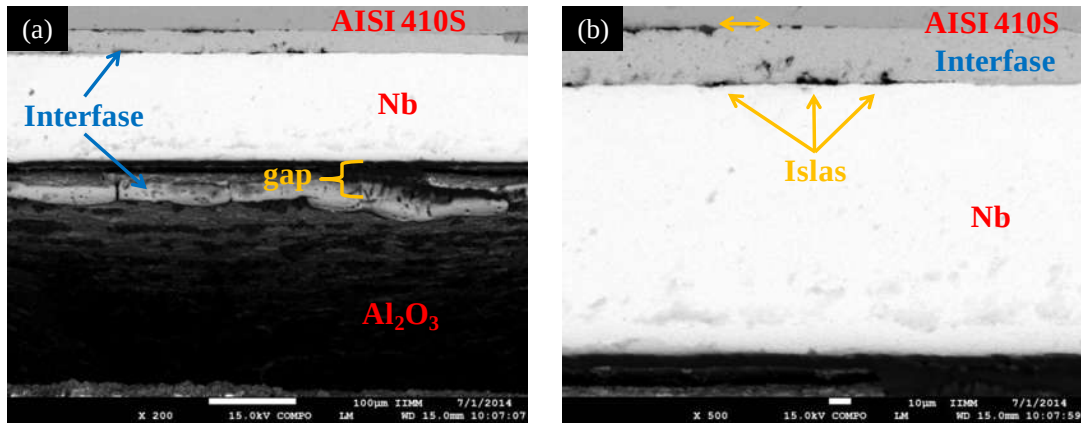


Figura 4.20 Muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 5 minutos a: (a) 200X; (b) 500X.

Se cambiaron las condiciones de tiempo de permanencia en el proceso de unión aumentándolo a 15 minutos, buscando una mayor interacción entre los componentes. Una vez realizadas las uniones, las muestras fueron cortadas y preparadas metalográficamente para ser observadas por microscopía electrónica de barrido. Con la finalidad de profundizar en las interfases formadas, así como en las nuevas fases presentes después del proceso de unión, se realizaron análisis puntuales en las interfases AISI 410S/Nb y Nb/ Al_2O_3 . La Figura 4.21 muestra la interfase AISI 410S/Nb de una unión del sistema Cu-Zn procesada a 980°C y tiempo de 15 minutos a 1000x. Es posible notar la interacción de los elementos y la formación de nuevas fases en los puntos 2 y 4. De acuerdo a la escala, el espesor de la interfase promedia 25 µm.

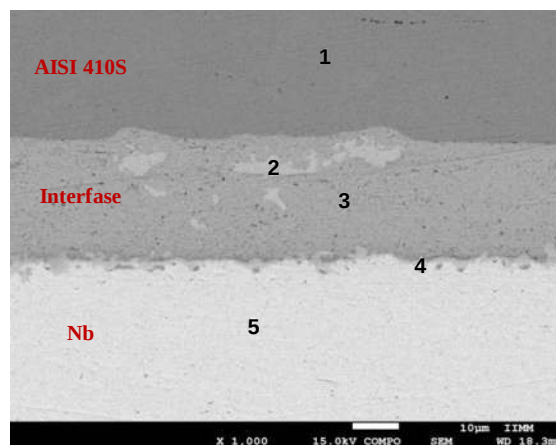


Figura 4.21 Análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.

La Tabla IV.3 muestra los análisis de la interfase metal/niobio bajo las condiciones descritas. Los puntos 1 y 5 correspondientes al acero inoxidable y niobio, respectivamente, presentan dichos elementos en la mayor proporción; el punto 2 está compuesto principalmente por hierro y niobio en solución sólida (ver Figura 4.15); el punto 3 representa una fase 62.2Cu-30.5Zn % peso, similar a la aleación inicial base cobre de 70Cu-30Zn % peso; el punto 4 resulta en otra probable solución sólida de hierro y niobio con mayor presencia de Nb.

Tabla IV.3 Resultados de análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.

Punto	Elemento (% peso)									
	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	85.5	11.5	2.7	0.3	-	-	-	-	-	-
2	43.1	7.0	5.3	-	41.3	3.2	-	-	-	-
3	0.7	-	5.3	-	-	62.2	30.5	-	-	1.4
4	32.7	4.0	4.8	-	52.8	4.5	-	-	-	1.2
5	-	-	-	-	96.8	-	-	-	-	3.2

De la misma manera, la Figura 4.22 muestra los análisis puntuales realizados en la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra unida a 980°C y tiempo de 15 minutos. Se puede apreciar un espesor de interfase de alrededor de 21 µm. Los diferentes tonos de las zonas estudiadas dan a pensar la presencia de fases nuevas producto de la interacción de los elementos.

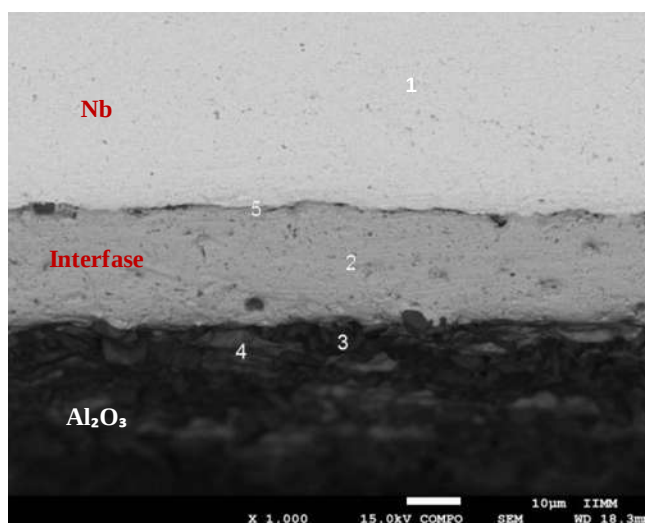


Figura 4.22 Análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.

Los resultados de los análisis puntuales practicados a la interfase niobio/alúmina para las condiciones de 980°C y tiempo de 15 minutos son presentados en la Tabla IV.4. Se observa que el punto 1 corresponde a niobio con un muy ligero porcentaje de oxígeno; el punto 2 corresponde a cobre; en el punto 3 están presentes los elementos constituyentes del cerámico, aluminio y oxígeno; el punto 4 presenta tanto cobre como oxígeno, presumiendo la existencia de un óxido de cobre en muy bajas proporciones; lo mismo sucede en el punto 5 con presencia mínima de niobio. Estos resultados de los análisis puntuales mostraron la interacción de los elementos durante el proceso de unión y las posibles fases formadas bajo las condiciones de unión estudiadas.

Tabla IV.4 Resultados de análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.

Elemento (% peso)										
Punto	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	-	-	-	-	96.1	-	-	-	-	3.9
2	-	-	-	-	-	98.4	-	-	-	1.6
3	-	-	-	-	-	2.7	-	-	47.5	49.6
4	-	-	-	-	-	82.7	-	-	2.0	15.3
5	-	-	-	-	1.7	85.3	-	-	-	13.0

Por otro lado y a manera de comparación, se realizaron también análisis puntuales a muestras de uniones realizadas a 980°C y tiempo de 15 minutos del sistema Cu-Zn-Ag en ambas interfases metal/niobio y niobio/cerámico. La finalidad de este estudio comparativo fue encontrar las posibles diferencias al trabajar con dos sistemas diferentes bajo las mismas condiciones de proceso, ya que el único cambio fue el metalizado de plata utilizado en las caras de contacto del acero inoxidable y de la alúmina.

En la Figura 4.23 se presentan los puntos donde se realizaron los análisis en la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag. Es notable la presencia de algunas fases nuevas apreciables por la diferencia en tonalidad de la micrografía, producto de la interdifusión de los elementos en el proceso de unión. Esto puede asociarse a la presencia de plata en el sistema en comparación con el sistema Cu-Zn, ya que la plata al ser un elemento activo, ayuda a la mayor interacción entre los componentes de la unión [33].

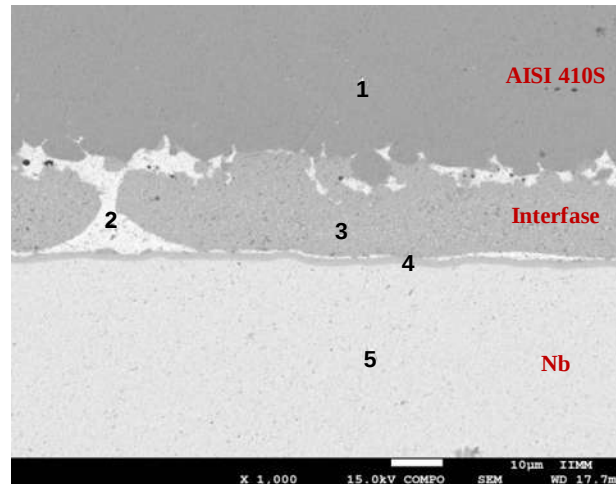


Figura 4.23 Análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.

Los resultados del análisis de las distintas zonas son mostrados en la Tabla IV.5. Es interesante la revisión de la evolución del proceso, ya que el punto 1 muestra fierro, cromo y silicio del acero inoxidable; el punto 2 está compuesto principalmente por plata con un pequeño complemento de cobre (9.3% peso) lo cual se puede referenciar como un intermetálico, ver diagrama Ag-Cu de la Figura 4.12(b); el punto 3 muestra una composición mayoritaria de cobre con ligera presencia de plata (4.2% peso), en un intercambio de porcentajes con el punto 2, también se encuentra oxígeno (1.5% peso) constante desde el punto 2, ver diagrama Cu-O de la Figura 4.13(a); en el punto 5 se observa una composición de 95% peso de niobio con un resto de oxígeno. En este estudio no se encontró evidencia de la presencia de zinc después del proceso de unión asociado a evaporación de éste durante el proceso de unión, como ya ha sido reportado [2].

Tabla IV.5 Resultados de análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.

Punto	Elemento (% peso)									
	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	81.1	12.6	4.3	0.5	-	1.5	-	-	-	-
2	-	-	-	-	-	9.3	-	89.1	-	1.5
3	0.8	-	-	-	-	93.5	-	4.2	-	1.5
4	51.0	4.6	-	0.5	41.6	2.7	-	-	-	-
5	-	-	-	-	95.0	-	-	-	-	5.0

Para el caso de la interfase niobio/alúmina resultante de estas condiciones de proceso, se aplicó la misma técnica de análisis puntual mostrado en la Figura 4.24. Se puede observar la presencia y posible interacción de la plata, punto 2, metalizada en la cara interna del cerámico.

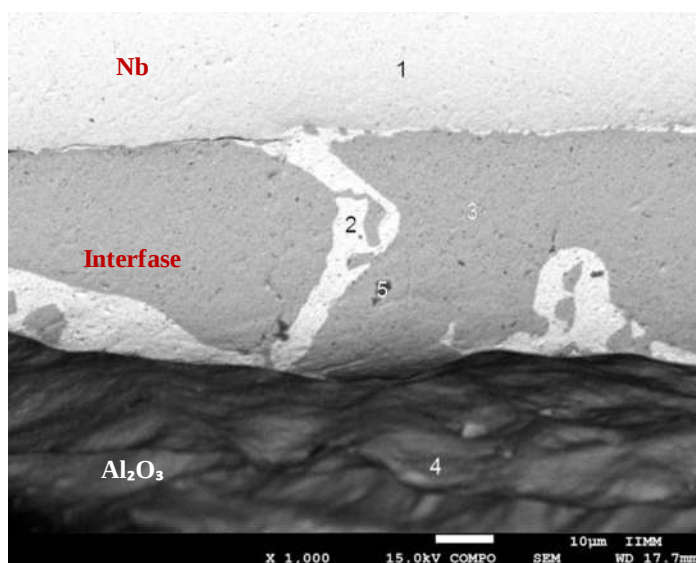


Figura 4.24 Análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.

La Tabla IV.6 muestra los resultados de los análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de la Figura 4.24. Los puntos 2 y 3 presentan composiciones distintas entre los elementos cobre y plata, lo cual conlleva a pensar que se tratan de dos fases intermetálicas con diferencias en la composición principal, ver diagrama Ag-Cu de la Figura 4.12(b); el punto 4, más cercano al extremo del cerámico, resultó en una composición de niobio y oxígeno sin presencia de aluminio; es necesario hacer notar que en el punto 5 fue posible apreciar una incrustación de material proveniente de la preparación de la muestra con hoja de papel de carburo de silicio, pero además se presentaron cobre, plata y aluminio con un porcentaje en peso de oxígeno de 13.5 en una probable fase nueva.

Tabla IV.6 Resultados de análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 15 minutos.

Punto	Elemento (% peso)									
	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	-	-	-	-	94.8	-	-	-	-	5.2
2	-	-	-	-	-	8.3	-	88.9	-	2.8
3	-	-	-	-	-	89.0	-	7.1	1.3	2.6
4	-	-	-	-	55.7	3.5	-	-	-	40.8
5	-	-	-	1.4	-	72.6	-	5.6	6.9	13.5

Los experimentos de comparación de resultados entre las fases formadas en las interfases metal/niobio y niobio/cerámico bajo las mismas condiciones de proceso de tiempo y temperatura de unión, para los sistemas Cu-Zn y Cu-Zn-Ag, fueron realizados con el propósito de encontrar posibles diferencias significativas. En el caso de la interfase metal/niobio, se presentó un comportamiento similar a pesar de la adición del metalizado de plata, sin embargo, las fases ricas en fierro y niobio en la zona inmediata a la intercapa de niobio fueron de mayor área en el sistema Cu-Zn-Ag. Para la interfase niobio/cerámico, se observa que hay menos fases compuestas por cobre y oxígeno en el caso del sistema Cu-Zn-Ag, debido a la mayor afinidad del oxígeno por plata que por cobre; de la misma manera, se encontró una fase compuesta por niobio y oxígeno en la sección inmediata a la alúmina, misma que no fue encontrada en el sistema Cu-Zn. Así mismo, el efecto de la temperatura fue notorio respecto al espesor de la interfase al tratarse de un proceso activado térmicamente presentando mayor interacción entre los elementos de unión y un resultante crecimiento de interfase mayor que las muestras tratadas a temperatura de 950°C [16].

Una vez observado el comportamiento al cambiar el elemento de unión representado por los sistemas Cu-Zn y Cu-Zn-Ag, se procedió a aumentar el tiempo de permanencia hasta 25 minutos, a fin de observar los cambios en las interfases formadas, así como el comportamiento de las mismas respecto al cambio de condiciones de proceso, específicamente el tiempo de unión. La Figura 4.25 muestra la interfase metal/niobio de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos. De acuerdo a la escala de la micrografía, el espesor de la interfase es de alrededor de 25µm.

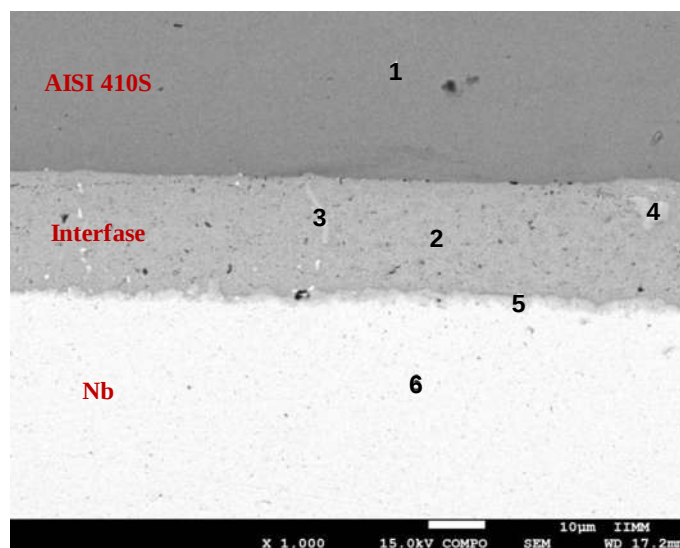


Figura 4.25 Análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos.

La Tabla IV.7 muestra los resultados de la unión producida a 980°C y tiempo de 25 minutos del sistema Cu-Zn-Ag. Se pueden apreciar algunas zonas de clara diferencia de tonalidad en la micrografía, las cuales son indicio de fases presentes. Los puntos 1 y 6 muestran los elementos principales constitutivos del acero inoxidable y de la barrera de unión de niobio, respectivamente. El punto 2 está formado principalmente por los elementos de la capa de unión: cobre, zinc y plata, y representa una franja amplia de alrededor de 20 µm de espesor. Al observar los puntos 3, 4 y 5 se nota un comportamiento respecto a los componentes de cada fase, es decir, todas estas fases están formadas por hierro, cromo, niobio, cobre, zinc y plata en diferentes cantidades, dependiendo de cada punto en particular; esto puede ser interpretado como soluciones sólidas o fases metaestables presentes a raíz de la interacción entre los elementos de la unión. Este comportamiento diferente respecto a lo encontrado en la misma interfase metal/niobio con tiempo de unión de 15 minutos puede ser atribuido precisamente al cambio de tiempo en el proceso de unión, que conllevó a una sugerente mayor interdifusión derivada de la permanencia mayor (tiempo de 25 minutos). Es importante notar que en este tiempo de unión se puede observar la presencia de zinc en la interfase a pesar de incrementar el tiempo de 15 a 25 minutos, ésto puede estar asociado al atrapamiento de zinc o bien a cambios asociados al acomodo del ensamble, limitando la posibilidad de escape de zinc.

Tabla IV.7 Resultados de análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos.

Elemento (% peso)										
Punto	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	83.3	11.5	4.8	0.4	-	-	-	-	-	-
2	0.8	-	-	-	-	74.7	17.0	5.6	-	2.0
3	24.9	3.6	12.9	-	22.7	28.1	6.2	1.6	-	-
4	32.2	5.1	6.8	-	32.7	16.0	7.2	-	-	-
5	38.1	4.9	6.1	-	31.9	15.0	3.7	0.3	-	-
6	-	-	-	-	96.5	-	-	-	-	3.5

Así mismo, se continuó el experimento con los análisis puntuales de la interfase niobio/cerámico para la muestra del sistema Cu-Zn-Ag bajo las condiciones de temperatura de 980°C y tiempo de 25 minutos. La Figura 4.26 presenta dicha interfase, la cual exhibe un espesor de tamaño similar, aunque no tan sustancialmente definido, debido a que en la parte inferior de la micrografía se aprecia un desprendimiento de material en la zona de la interfase próxima al cerámico; este desprendimiento es atribuido tanto al corte de la muestra como a la preparación metalográfica de la misma, resultando en una condición de reflexión de electrones no favorable para el uso del microscopio electrónico de barrido.

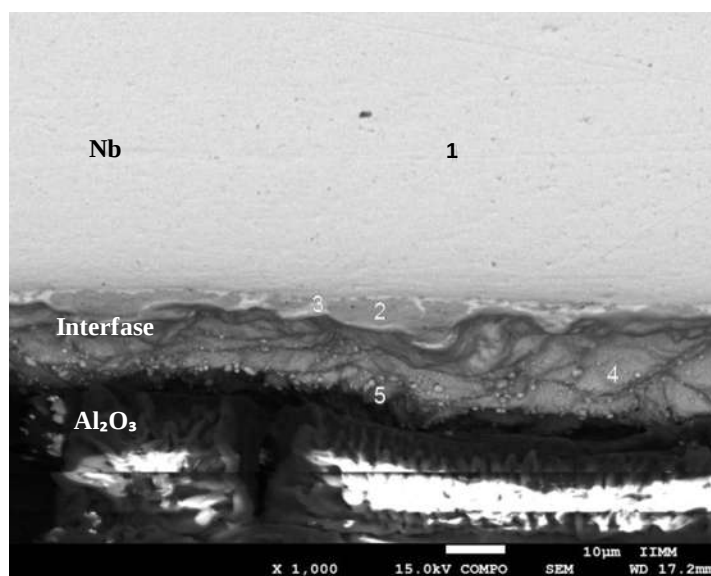


Figura 4.26 Análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos.

A pesar del inconveniente mencionado, se obtuvieron resultados del análisis en la interfase Nb/Al₂O₃, mismos que son mostrados en la Tabla IV.8. Realizando el mismo estudio comparativo entre las interfases niobio/alúmina bajo las mismas condiciones de proceso, a excepción del tiempo de unión, que aumentó de 15 a 25 minutos, se puede observar que en el punto 1 hay coincidencia debido a que esencialmente se presenta niobio; el punto 2 exhibe al cobre, plata, aluminio y oxígeno como componentes de la fase mayoritariamente presente en toda la interfase; en el punto 3 se observan plata, cobre, aluminio y oxígeno en zonas muy pequeñas dentro de la interfase; el punto 4 es completamente coincidente con el estudio anterior al ser una fase compuesta por niobio, cobre y oxígeno en cantidades muy similares; el punto 5 está compuesto principalmente por cobre sin presentar contaminación de carburo de silicio. Se puede concluir que los cambios más significativos en cuestión de fases presentes están dados por los puntos 2 y 3, ya que al aumentar el tiempo de permanencia, la fase de tonalidad clara del punto 3 disminuyó drásticamente dejando lugar a la fase de tonalidad más oscura del punto 4, mostrado en la Figura 4.26. Esto puede ser explicado si se considera que la temperatura de evaporación de la plata es menor que la del cobre, y que el proceso de unión se llevó en un período de tiempo mayor que dio lugar a este comportamiento. De acuerdo a los resultados presentados, la presencia del zinc en este experimento fue prácticamente nula, debido a la evaporación del mismo a consecuencia de la temperatura del proceso de unión.

Tabla IV.8 Resultados de análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 25 minutos.

Punto	Elemento (% peso)									
	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	-	-	-	-	96.1	-	-	-	-	3.9
2	-	-	-	-	-	89.9	1.6	4.7	1.3	2.4
3	-	-	-	-	-	6.4	-	87.9	1.2	4.6
4	-	-	-	-	64.0	3.4	-	-	-	32.5
5	-	-	-	-	3.2	96.8	-	-	-	-

Después de realizar la revisión de los puntos presentes en cada zona de las interfases, así como los componentes de las mismas, se puede llegar a una conclusión preliminar respecto al cambio de condiciones de proceso de unión. A pesar de haber realizado los experimentos bajo

las mismas condiciones de temperatura de 980°C, la diferencia en el tiempo de permanencia contribuyó directamente a la formación de ciertas zonas que fueron cambiando en cantidad y volumen debido a que la capacidad de interdifusión entre los elementos presentes tuvo un período de tiempo mayor para alcanzar el equilibrio. Este comportamiento de temperatura y tiempo de unión está directamente relacionado tanto con la presencia de fases como en el crecimiento global de las interfases.

En la Figura 4.27 se observa el análisis químico en línea de una muestra unida a 980°C y tiempo de 35 minutos, en la que se utilizó la aleación Cu-Zn-Ag como elemento de unión; se nota la presencia de la interfase formada entre la parte metálica y la lámina de niobio, así mismo se presentó una interacción química entre la lámina de niobio y el cerámico. Este es un ejemplo de ensamble “unido” debido a que se realizó el experimento a temperatura media y período de tiempo largo, resultando en una buena interacción entre los componentes de la unión, sin embargo la alúmina se fractura y separa de la interfase de unión durante el corte y preparación de la muestra. Esto puede estar asociado a una mala preparación o bien a la acumulación de esfuerzos en la zona cercana al cerámico con la interfase, promoviendo la fractura del material.

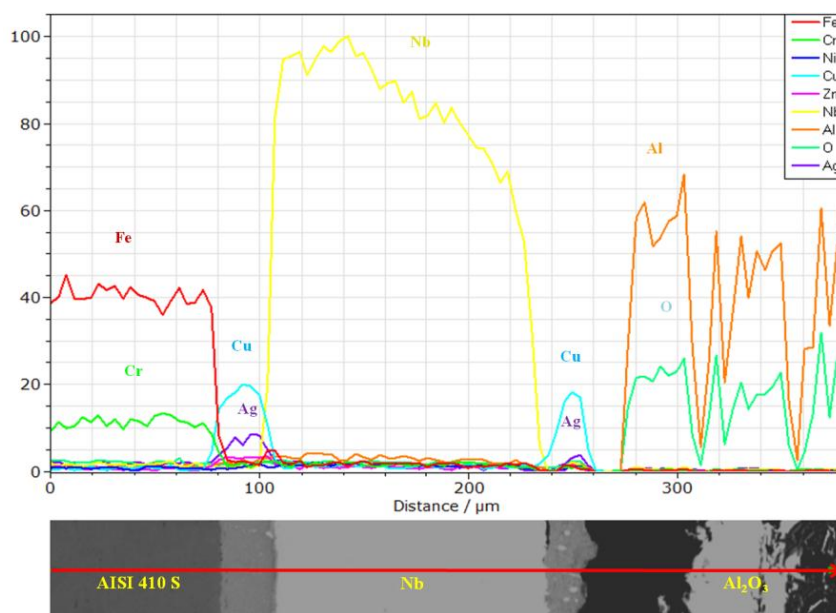


Figura 4.27 Análisis químico de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 35 minutos.

Se realizó, además, un análisis cualitativo mediante un mapeo del sistema Cu-Zn-Ag unido a 980°C y tiempo de 35 minutos; los resultados se presentan en la Figura 4.28, donde se muestra la difusión de los elementos durante el proceso de unión; la formación de interfases de unión es visible en las secciones transversales de la interfase bajo las condiciones descritas. Los componentes de interacción principales corresponden a los elementos Fe, Cr, Nb, Ag, Cu, Zn, Al y O.

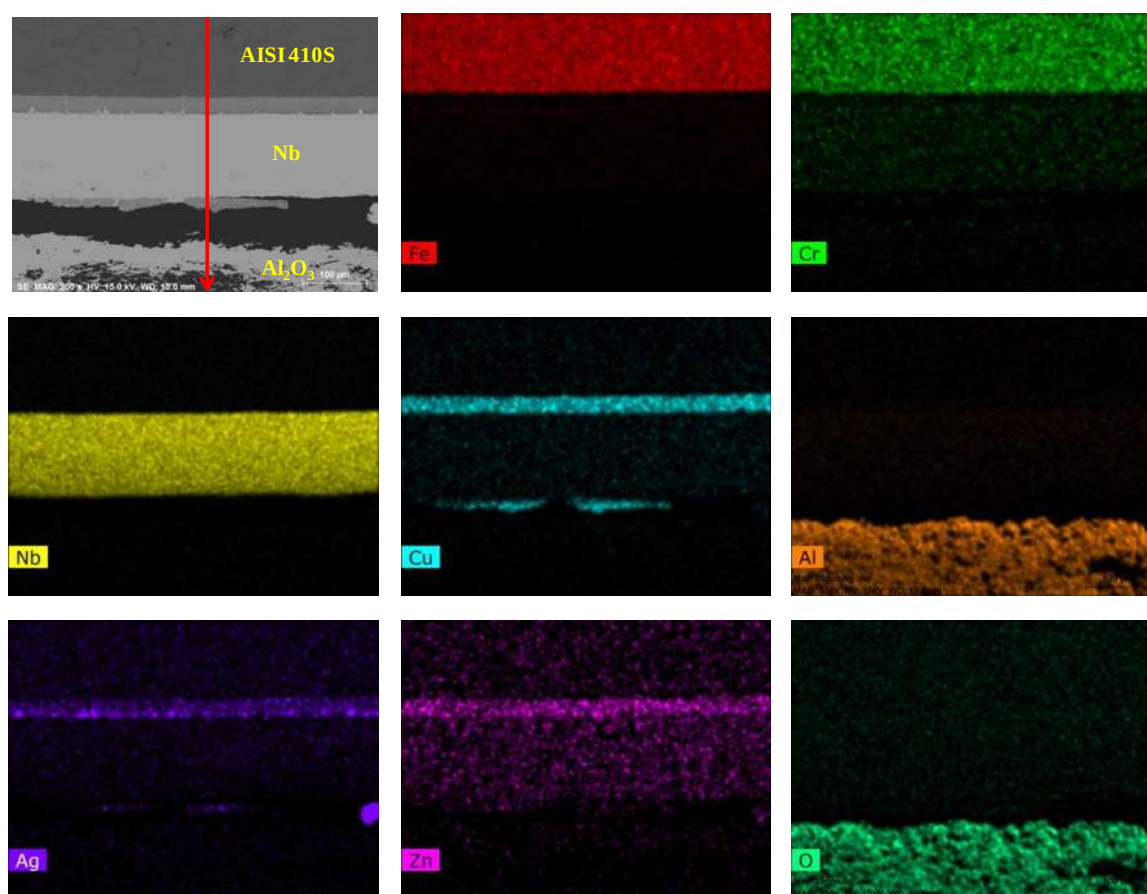


Figura 4.28 Mapeo de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de 35 minutos.

Los tiempos de unión mayores a 25 minutos y temperatura media resultan en uniones exitosas en la mayor parte de las interfases, sin embargo, se presentaron algunos espacios no unidos o islas a lo largo de la interfase del lado del cerámico; esto es atribuido principalmente a tres causas:

- a) Las diferencias de coeficientes de expansión térmica entre metal y cerámico, que representa una condición propia de este tipo de uniones [37].
- b) El tiempo de unión largo, mayor de 25 minutos que puede propiciar la evaporación de elementos de unión como en el caso del zinc [35].
- c) La preparación metalográfica de la muestra. Al considerar la preparación de la muestra es necesario manejar la misma de manera que se pueda asegurar evitar la separación de los componentes mientras es cortada, pulida y limpiada. La unión pudo haber sido exitosa hasta el punto en que es preparada para la sesión de microscopía electrónica de barrido, en donde se pudo observar que la parte cerámica fue desgastada o desbastada de manera no uniforme ocasionando daños en la unión.

La Figura 4.29 presenta la interfase de unión en la sección transversal del ensamble del sistema Cu-Zn-Ag para muestras unidas a 980°C por tiempos de (a) 25 y (b) 35 minutos.

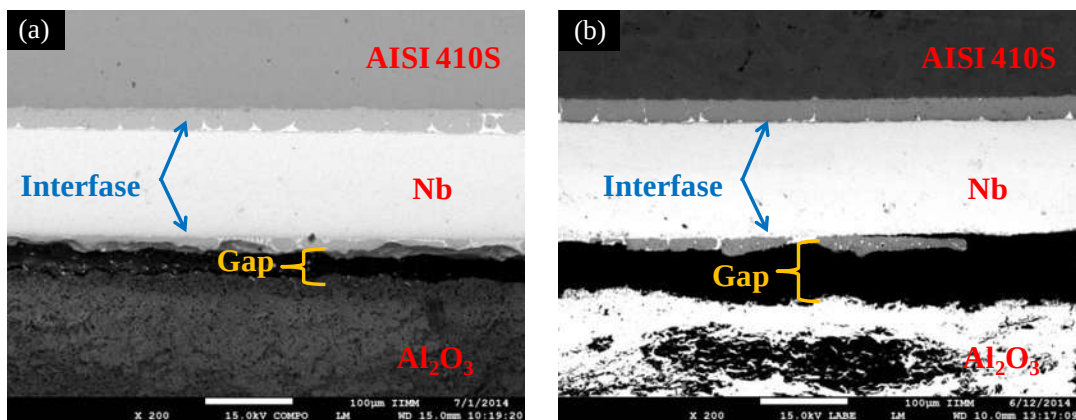


Figura 4.29 Muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de: (a) 25 minutos y (b) 35 minutos.

Se observó, además, que la interfase entre el acero y el niobio está plenamente definida en las micrografías, lo cual se verifica en la parte superior de las micrografías de la Figura 4.30. En un acercamiento a éstas, es notable la unión lograda en casi la totalidad de la longitud para los tiempos de unión de 15, 25 y 35 minutos del sistema Cu-Zn-Ag.

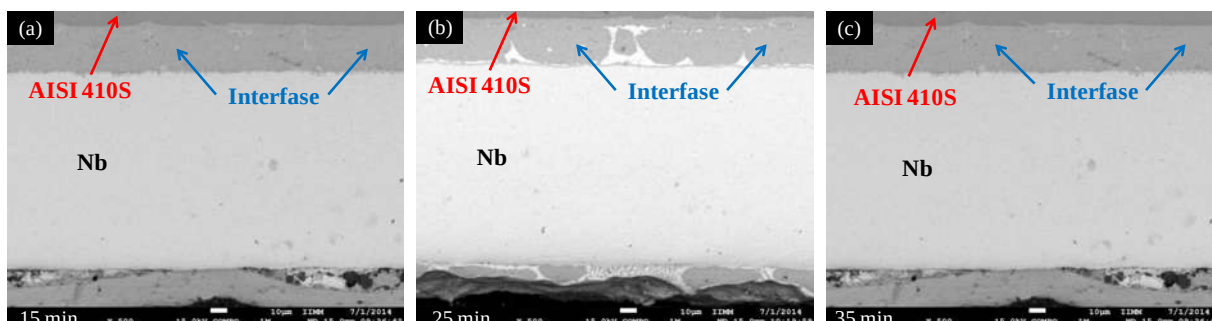


Figura 4.30 Interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 980°C y tiempo de: (a) 15 minutos, (b) 25 minutos y (c) 35 minutos.

4.3.3 Temperatura de unión de 1010°C.

Dentro de la experimentación es considerada como la temperatura alta. Las uniones resultan exitosas en tiempos de unión cortos de 5 y 15 minutos, ya que de forma regular no se presenta un crecimiento excesivo de la interfase de unión debido a la temperatura; es notorio que en el sistema Cu-Zn se presentaron los experimentos con resultado “no unido” para tiempos de unión mayores a 15 minutos, mientras que para el sistema Cu-Zn-Ag se presenta este fenómeno para tiempo mayor a 25 minutos. En la Tabla IV.9 son presentados los resultados para esta temperatura y parámetros experimentales de unión.

Tabla IV.9 Resultados de unión para la temperatura de 1010°C.

Temperatura de unión 1010°C		
Sistema	Tiempo de unión (minutos)	Ensamble Unido (✓)
		Ensamble No Unido (X)
Cu-Zn	5, 15	✓
	25, 35	X
Cu-Zn-Ag	5, 15, 25	✓
	35	X

Atmósfera: argón.

En las muestras tratadas a 1010°C se puede considerar una interacción excesiva en la interfase de unión a tiempos mayores a 25 minutos promoviendo la separación de las muestras. En este punto es necesario recordar que la interacción o los mecanismos de difusión

presentan un incremento en función de la temperatura [4, 18], lo cual fue de gran relevancia para las presentes condiciones de proceso.

La Figura 4.31 muestra una unión del sistema Cu-Zn realizada a 1010°C y tiempo de 15 minutos. Se puede apreciar que las interfases formadas son relativamente homogéneas y se presentan en la totalidad de la longitud de la micrografía. En general, se pueden observar distintas tonalidades en ciertas zonas, producto de la interacción de los componentes de unión, por lo cual se procedió a realizar análisis puntuales en algunas áreas de la unión, a fin de identificar los elementos presentes y las fases formadas. Se comenzó con una identificación general de las zonas de la unión.

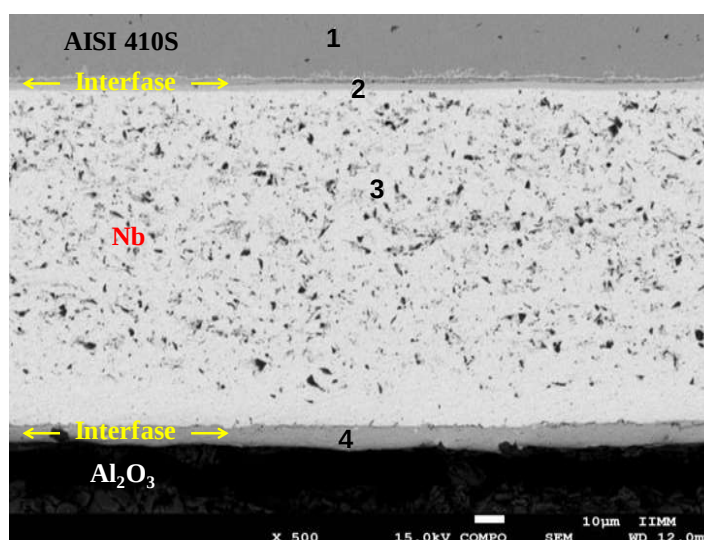


Figura 4.31 Análisis puntual de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.

Por medio del análisis puntual se obtuvieron los datos de la Tabla IV.10. Los resultados indican que la parte metálica de la unión conserva la mayor cantidad de elementos principales en el punto 1, es decir hierro y cromo; en el punto 2, las cantidades de hierro (47.8% peso) y niobio (44.2% peso) son casi las mismas, formando una fase nueva en solución sólida de acuerdo al diagrama de fases Fe-Nb de la Figura 4.15; el último punto de este estudio muestra que la sección está conformada principalmente por cobre con cantidades pequeñas de aluminio y oxígeno, seguramente provenientes del cerámico durante el proceso de unión. Tales resultados del análisis puntual son presentados en la Tabla IV.10.

Tabla IV.10 Análisis puntuales de una muestra del sistema Cu-Zn unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.

Punto	Elemento (% peso)									
	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	86.7	11.8	1.0	0.25	-	-	-	-	-	-
2	47.8	3.8	1.8	-	44.2	2.2	-	-	-	-
3	-	-	3.8	-	92.0	-	-	-	-	4.1
4	-	-	1.9	-	-	92.8	-	-	2.6	2.6

Las micrografías de la Figura 4.32 muestran el análisis cualitativo del sistema Cu-Zn-Ag unido a 1010°C y tiempo de 15 minutos; se observa la difusión de los elementos durante el proceso de unión así como las interfases formadas. Se pueden identificar los componentes del lado del acero: fierro y cromo; el elemento de unión: cobre, zinc y plata; el niobio como intercapa de unión y finalmente el cerámico: aluminio y oxígeno.

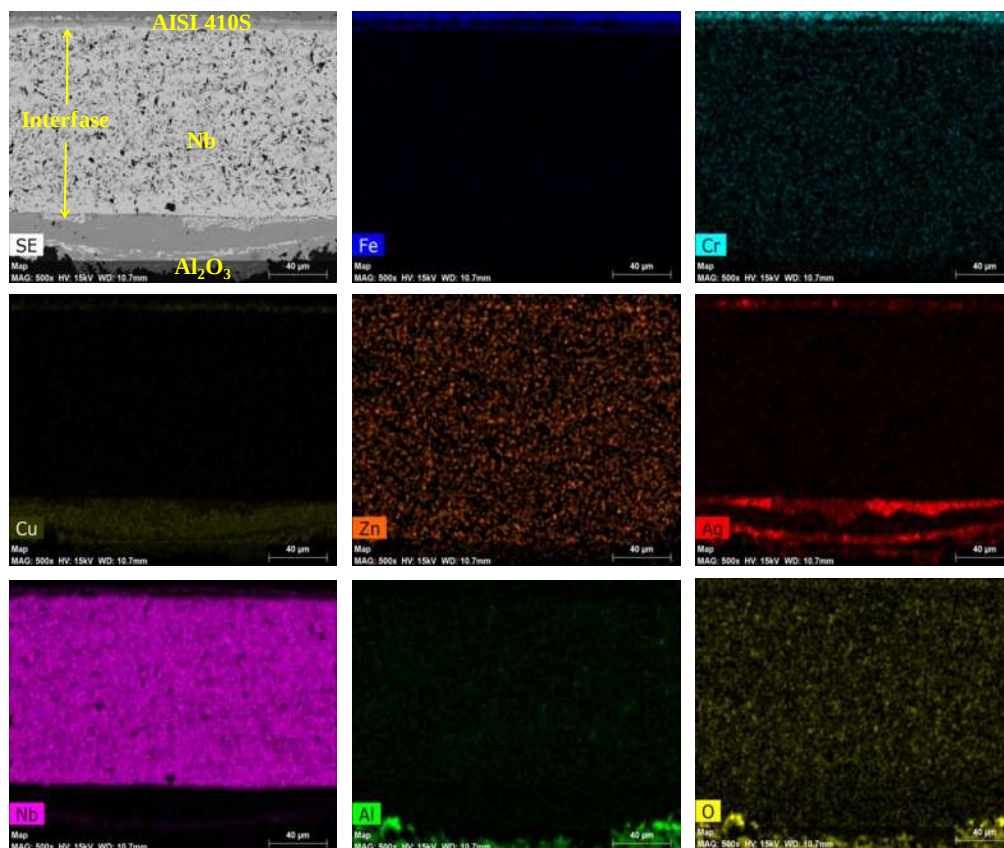


Figura 4.32 Mapeo de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.

En la Figura 4.33 se muestra el análisis químico en línea para un espécimen unido a 1010°C y tiempo de 15 minutos, en el que se utilizó la aleación Cu-Zn-Ag como elemento de unión; la línea de análisis comienza por el acero y se desplaza hasta el cerámico, pasando por toda la extensión de la unión. Se nota la presencia de la interfase formada entre la parte metálica y la lámina de niobio, además de presentarse también una interacción química entre la lámina de niobio y el cerámico.

Este es un ejemplo de ensamble “unido” debido a que se realizó el experimento a temperatura alta y período de tiempo corto de 15 minutos; el resultado es una interacción excelente entre los componentes de la unión ya que se presentan las condiciones suficientes para la difusión química de los elementos de unión con el niobio, el acero y la alúmina. Se puede observar una interacción muy uniforme en las interfases tanto con el acero como con el cerámico representado en la poca variación del perfil de los componentes.

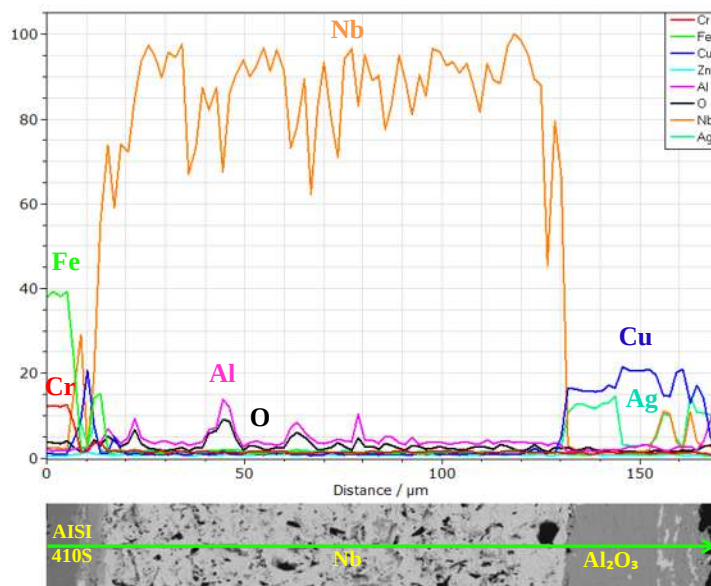


Figura 4.33 Análisis químico de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.

La interacción de los elementos de unión de este sistema fue revisada por medio de análisis puntuales en cada una de las interfases formadas: metal/niobio y niobio/cerámico. El estudio de la interfase entre el metal y el niobio se presenta en la Figura 4.34. Se puede observar que los puntos donde se realizaron los análisis corresponden a las diferentes fases

presentes después del proceso de unión a temperatura de 1010°C y tiempo de 15 minutos, observables por la diferencia de tonalidad en la micrografía.

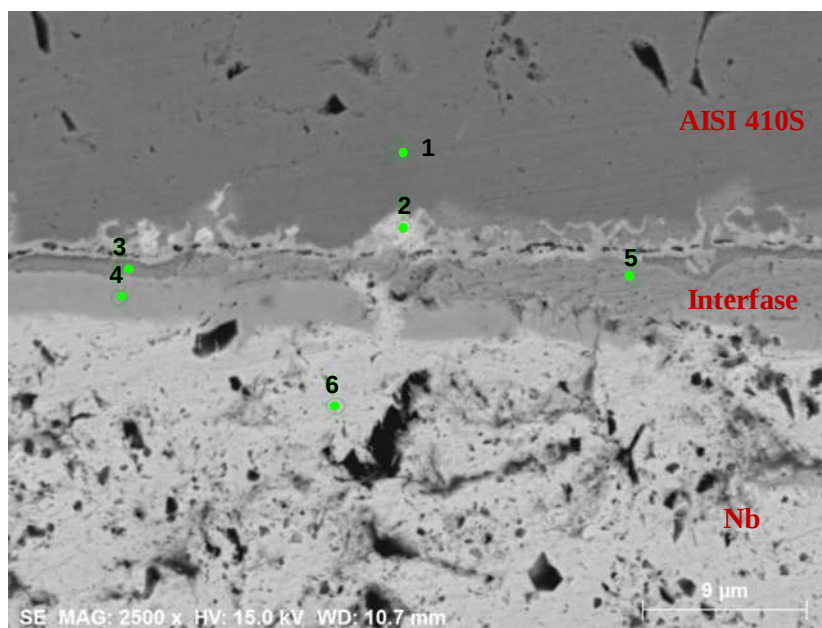


Figura 4.34 Análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.

La Tabla IV.11 muestra los resultados del análisis puntual practicado a la interfase acero AISI 410S/Nb de la muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos. De acuerdo a los resultados, el punto 1 está constituido por los elementos principales del acero inoxidable, hierro y cromo; los puntos 2 y 3 presentan en mayor grado los elementos plata y cobre, respectivamente, formando soluciones sólidas de acuerdo al diagrama de fases Ag-Cu para esta temperatura de unión, ver Figura 4.12(b); en el punto 4 se notan hierro y niobio en una posible solución sólida, ver figura 4.15; mientras que en el punto 5 se nota cobre en porcentaje prácticamente total (94.8% peso) con 2.1% peso de hierro; finalmente, el punto 6 está formado por niobio casi en su totalidad (93.2% peso) con una ligera porción de oxígeno (4.2% peso).

Tabla IV.11 Resultados de análisis puntuales de la interfase AISI 410S/Nb de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.

Punto	Elemento (% peso)									
	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	78.6	11.5	9.7	0.3	-	-	-	-	-	-
2	3.7	0.5	-	-	1.8	12.2	-	78.3	-	3.5
3	3.9	-	2.2	-	3.9	77.4	-	10.7	-	2.1
4	51.9	5	1.2	0.6	38.4	1.4	-	-	-	1.5
5	2.1	-	1.1	-	-	94.8	-	1.3	-	0.7
6	-	-	2.1	-	93.2	-	-	-	0.4	4.2

La Figura 4.35 muestra la interacción presente en la interfase Nb/Al₂O₃ bajo las mismas condiciones de proceso. Al observar con atención, se notaron diferentes tonalidades representativas de fases formadas dentro de una interfase de tamaño amplio, con longitud aproximada de 30 μ m, de acuerdo a la cota de la micrografía.

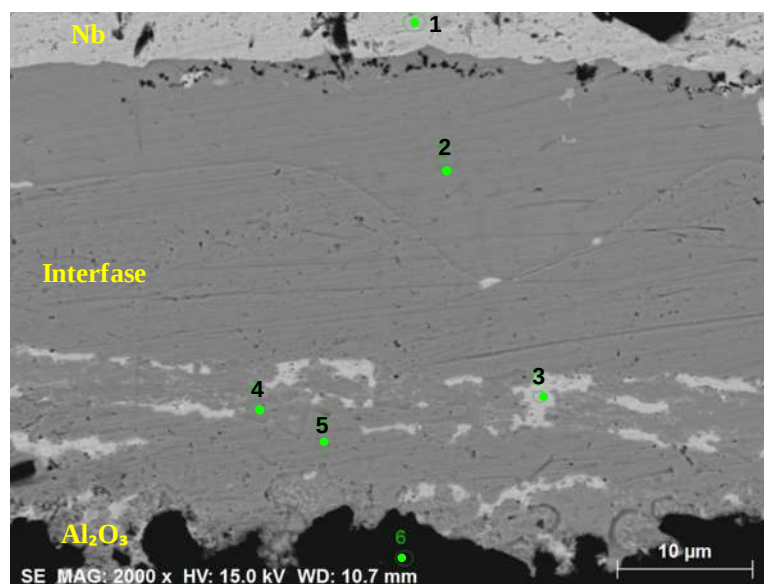


Figura 4.35 Análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.

Los resultados del análisis puntual de la interfase Nb/Al₂O₃ son mostrados en la Tabla IV.12. Se observa que las fases formadas varían en contenidos de niobio, cobre y plata de acuerdo a los puntos verificados, formando soluciones sólidas debido a la interacción entre los mismos, de acuerdo a lo verificado en los diagramas de fases Ag-Cu de la Figura 4.12(b) y Ag-Nb de la Figura 4.12(a); el punto 2 está constituido mayoritariamente por cobre, y plata en menor grado, guardando gran similitud con el punto 4; mientras que el punto 3 presenta una fase recíprocamente inversa a la de los puntos 2 y 4, con una tonalidad más clara en la micrografía; finalmente la alúmina está presente por medio del registro de los elementos aluminio y oxígeno en el punto 6, con 53.2 y 44.6% peso, respectivamente. Por otro lado, no hay registros de la presencia de los elementos principales del acero inoxidable ni de zinc en ninguna de las fases. La ausencia de registro de zinc se atribuye a la evaporación del mismo ocasionado por la alta temperatura del proceso.

Tabla IV.12 Resultados de análisis puntuales de la interfase Nb/Al₂O₃ de una muestra del sistema Cu-Zn-Ag unida a 1010°C y tiempo de 15 minutos.

Punto	Elemento (% peso)									
	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	-	-	3.0	-	91.9	2.2	-	-	-	3.8
2	-	-	1.6	-	-	83.4	-	13.8	-	1.2
3	-	-	2.0	-	22.2	12.9	-	60.4	-	2.4
4	-	-	1.9	0.3	0.2	83.2	-	12.9	-	1.4
5	-	-	2.1	-	-	95.4	-	1.1	0.8	0.7
6	-	-	2.2	-	-	-	-	-	53.2	44.6

Han sido revisadas las interfases formadas durante cada uno de los experimentos del presente proyecto de investigación. Las condiciones de proceso fueron modificadas con la finalidad de identificar los efectos derivados del cambio de temperatura y tiempo de permanencia. Se estudió el comportamiento del crecimiento y espesor de las interfases, así como la formación de fases nuevas resultantes de la interacción e interdifusión de los elementos de los componentes iniciales a fin de confrontar los resultados obtenidos con la hipótesis planteada.

4.4 Análisis de los resultados de la unión.

Una vez finalizado el trabajo experimental se pudo observar que las uniones presentaron un comportamiento muy específico respecto a las variables de proceso, temperatura y tiempo de unión, que se puede describir de la siguiente manera: al utilizar la temperatura de unión denominada baja, 950°C, las uniones resultan exitosas en períodos de tiempo mayores a 25 minutos; cuando se realizan las uniones a temperatura media, 980°C, los resultados se perfilan a ser mejores en casi la totalidad de los tiempos, a excepción del período de 5 minutos, a pesar de que se observan algunos puntos no unidos o islas; finalmente, cuando el proceso de unión se realiza a temperatura alta, 1010°C, se notan los mejores resultados en los períodos de tiempo cortos de 5 y 15 minutos. Es notorio que este comportamiento cae dentro de los parámetros de cambios en función de la temperatura ya que los mecanismos de difusión presentaron incrementos en función de la temperatura de unión del proceso, lo cual se confirma dentro de la literatura [12, 18, 35, 37]. Los parámetros principales de proceso en las uniones por difusión son temperatura y tiempo; sin embargo, la temperatura es el más importante debido a que la difusión es un proceso activado térmicamente. El proceso de difusión es el mecanismo de reacción dominante en la unión por difusión y por consecuencia, el espesor de la capa de reacción se incrementa cuanto mayor sea la exposición de una muestra a temperaturas altas, que a su vez favorece la reactividad entre los componentes de la unión. Respecto al parámetro tiempo, la difusión atómica mejora cuanto mayor sea el tiempo de permanencia; además, en el caso de tiempos de permanencia cortos, no estuvo presente la energía suficiente que promoviera la interacción química entre los átomos de la aleación base cobre, el niobio, el acero inoxidable y el cerámico. De esta manera, por medio del control de las variables de proceso, temperatura y tiempo, es posible controlar parcialmente la interfase producto de la reacción entre los elementos de la unión [42]. La naturaleza de los productos de reacción tiene injerencia en las propiedades mecánicas de las uniones resultantes. La elección de las condiciones apropiadas para la preparación de los ensambles metal/cerámico requiere del conocimiento de los mecanismos de reacción entre los materiales y la evolución de la interfase formada.

El término difusión está asociado con el movimiento de los átomos en un material; los átomos tienden a eliminar las diferencias de concentración y producir una composición homogénea dentro del mismo. El fenómeno de difusión se presenta tanto en elementos puros

como en aleaciones metálicas y en cerámicos, donde ocurre la difusión de átomos distintos principalmente por mecanismos intersticiales y las vacantes. La energía mínima necesaria para que un átomo se desplace de un espacio a otro se conoce como energía de activación (Q) y es proporcionada por medio de energía; la difusión se lleva a cabo con mayor facilidad cuanto menor sea la energía de activación y mayor sea la temperatura. Así, al aumentar la temperatura, el coeficiente de difusión y la densidad de flujo de átomos también aumentan, presentándose cambios en los valores de los coeficientes de difusión de los elementos, por ejemplo, el coeficiente de difusión para el aluminio en cobre es de $2.5 \times 10^{-20} \text{ cm}^2/\text{s}$ a 200°C , mientras que a 500°C es de $3.1 \times 10^{-13} \text{ cm}^2/\text{s}$ [5].

Por otro lado, se realizó la comparación entre los sistemas utilizados en los experimentos: el sistema Cu-Zn tuvo un comportamiento similar al comportamiento del sistema Cu-Zn-Ag para las temperaturas de 950 y 980°C , sin embargo para la temperatura de 1010°C se presentó una diferencia sustancial, ya que las uniones resultaron exitosas para todos los tiempos de unión menores de 35 minutos en el sistema Cu-Zn-Ag, lo que no sucedió en el sistema Cu-Zn; la posible causa de este comportamiento se puede atribuir al uso de plata en los ensambles, la cual promueve la formación y crecimiento de una interfase de unión más estable y controlada debido a la interacción con los elementos restantes [52].

Así mismo, se pudo observar que no se presentaron cambios significativos en el espesor de las interfases, debido principalmente a que el espesor de la lámina de la aleación base cobre es de $25 \mu\text{m}$; además de que la temperatura de fusión de la aleación base cobre es de 950°C , por lo que pasó a estado líquido durante el proceso de unión. El uso de cobre o una aleación base cobre, como un sistema reactivo para unir un metal a un cerámico, tiene significativo potencial como elemento activo, en particular cuando se emplea el método *brazing* [9]. La condición de pasar al estado líquido asegura que la interdifusión de los elementos se lleve a cabo con mayor facilidad ya que es dependiente de la temperatura, sin embargo pueden presentarse escurrimientos de material resultando en una interfase de menor espesor. Para fines de estudio y comparación se realizaron mediciones de las interfases en cada una de las temperaturas de unión directamente en las micrografías obteniendo en promedio mediciones de 10, 22 y $20 \mu\text{m}$ para temperatura de 950 , 980 y 1010°C , respectivamente, pudiendo observar un comportamiento relativamente irregular en el crecimiento del espesor de la interfase. Un comportamiento similar del tamaño de las interfases fue reportado por Lemus y

col. [37] que realizaron una unión compuesta por nitruro de silicio y una lámina de titanio como intercapa. Por otro lado, el comportamiento de crecimiento de las interfases se consideró al presentarse la evaporación del zinc a temperaturas mayores a 950°C, algo también observado por Ceja-Cárdenas y col. [35] quienes estudiaron una unión disímil metal/cerámico compuesta por $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/AISI 304}$. De acuerdo al diagrama de equilibrio Cu-Zn, cuando ocurre la evaporación del zinc se presenta un incremento en el punto de fusión del sistema; esto los condujo a concluir que al incrementar la temperatura y/o el tiempo de unión se presenta un incremento en el espesor de las interfases, además de que es difícil la identificación de productos que contengan zinc debido a la evaporación del mismo; un efecto presente también en los análisis realizados a las uniones del presente trabajo.

Finalmente, al comparar los resultados de las mediciones de espesor de interfase entre los sistemas con y sin metalizado de plata no se observaron diferencias significativas; este comportamiento es atribuido a que no se utilizó un espesor de capa suficientemente grueso que representara cambios en el sistema. Para el caso de procesos de unión con el uso de metalizados, Guevara y col. [18] reportaron un comportamiento similar al utilizar diferentes espesores de metalizado en uniones disímiles. Sin embargo, con el uso del metalizado de plata, en el sistema Cu-Zn-Ag, se busca incrementar el área inicial de contacto con la alúmina y promover una interfase de alta capacidad de deformación plástica con la lámina de niobio con el fin de evitar fallas prematuras en la unión. Este mismo propósito fue capitalizado por Lemus-Ruiz y colaboradores (2015) al utilizar un metalizado de molibdeno en una unión disímil alúmina/titanio [9]. Es posible concluir de manera preliminar, que para el sistema Cu-Zn-Ag, la adición de una lámina delgada de plata o un metalizado de mayor espesor podrían dar lugar a una interacción representativa entre los elementos.

4.5 Evaluación mecánica de los ensambles unidos.

El desarrollo de las uniones de materiales disímiles tiene como objetivo aprovechar las ventajas tecnológicas de cada uno de los componentes de la unión. Las propiedades útiles de la unión de materiales no están delineadas de forma general, sino que son dependientes de la aplicación específica o las necesidades técnicas expresadas por un requerimiento general. Sin

embargo, es ampliamente reconocido que la evaluación mecánica de los ensambles da un punto de inicio para la presentación de resultados y/o la comparación de sistemas. Existen muchas y muy variadas formas de evaluación mecánica, tales como pruebas de flexión de tres y de cuatro puntos, pruebas de resistencia al corte, ensayos de micro dureza, pruebas de tensión (en metales similares), etc. [12].

Respecto a la evaluación mecánica de las uniones producidas en el presente trabajo de investigación, se utilizó la técnica de resistencia al corte. Esta técnica es utilizada, entre otras técnicas, para reportar la resistencia de las uniones metal/cerámico y cerámico/cerámico, aunque los valores de obtenidos dependen también de la técnica de evaluación escogida [10, 42, 53, 54]. La técnica de resistencia al corte es uno de los métodos más simples, tienen mayor flexibilidad comparado con las pruebas de tensión, y al igual que las anteriores presentan distribuciones de esfuerzos muy similares de aquellas derivadas de ecuaciones analíticas.

En general, muchas de las fases de reacción pueden ser frágiles, y por lo tanto ir en detrimento de las propiedades interfaciales. La resistencia de la interfase en una unión disímil es la combinación de la fuerza adhesiva de la capa de reacción y la magnitud de los esfuerzos residuales producidos durante el proceso de enfriamiento [11, 17]. La resistencia de las uniones metal/cerámico es dependiente de la naturaleza y microestructura de la interfase entre los materiales unidos. El efecto de la capa de reacción en la resistencia de la interfase depende de varios factores tales como las propiedades mecánicas de la capa de reacción, así como su espesor y morfología [55, 56]. Respecto a los resultados de resistencia al corte, se presentó una tendencia de la resistencia respecto al espesor de la interfase, similar al reporte realizado por Lemus-Ruiz y col. [9, 37]: al incrementarse el tamaño de la interfase, se incrementó también el valor de resistencia; este comportamiento se mantiene hasta un punto en que se alcanza un máximo de resistencia, para posteriormente comenzar un decremento mientras el crecimiento del espesor de la interfase continúa. En consecuencia, el espesor de la capa de reacción debe ser controlada a fin de obtener los mejores resultados de resistencia, quedando demostrado que la cantidad de reacción interfacial, así como la naturaleza de los productos de reacción juegan un papel trascendental en la determinación de las propiedades mecánicas de la unión.

Una vez efectuadas las pruebas, se realizaron los cálculos de resistencia al corte utilizando la ecuación 3.1; los resultados de la evaluación mecánica son presentados en la Tabla IV.13.

Tabla IV.13 Evaluación mecánica de las uniones metal/cerámico: Pruebas de corte.

Sistema	Temperatura de unión (°C)	Tiempo de unión (°C)	Resistencia al corte (MPa)
Cu-Zn-Ag	980	25	20.68±13
Cu-Zn	980	25	24.15±6
Cu-Zn	1010	15	37.75±2

Los resultados muestran las diferencias en la resistencia al corte de las uniones de acuerdo a las condiciones de proceso (temperatura y tiempo de unión) y al elemento de unión (sistemas Cu-Zn y Cu-Zn-Ag), y pueden ser interpretados de la siguiente manera: primeramente, se toma como base de comparación el sistema utilizado (Cu-Zn y Cu-Zn-Ag) a temperatura de 980°C y tiempo de unión de 25 minutos. Se observa que el valor promedio de la resistencia máxima alcanzada para cada sistema, a temperatura y tiempo de unión constantes, es de 20.68 MPa para el sistema Cu-Zn-Ag, mientras que para el sistema Cu-Zn es de 24.15 MPa; por lo tanto, se puede considerar que el sistema con la mejor resistencia al corte es el sistema Cu-Zn. Esto indica que las fases formadas en el sistema Cu-Zn-Ag, bajo las mismas condiciones de proceso, son más frágiles que las presentes en el sistema Cu-Zn.

Habiendo ya comparado los sistemas, se cambiaron las condiciones de proceso dentro de la experimentación. Por un lado, se aumentó la temperatura de unión pasando de 980 a 1010°C; por otro lado, se disminuyó el tiempo de unión de 25 a 15 minutos, manteniendo constante el sistema Cu-Zn. Los cambios en las condiciones de proceso fueron realizados de acuerdo al comportamiento observado en las tablas de resultados de unión para cada temperatura (Tablas IV.3, IV.4 y IV.11) de manera que los experimentos se encuentren dentro de la clasificación de espécimen “unido”, que asegura la interdifusión entre los elementos por medio de la temperatura y tiempo de unión suficientes. La resistencia máxima promedio de 24.15 MPa para temperatura de 980°C y tiempo de 25 minutos es inferior a la presentada para las condiciones de 1010°C y tiempo de 15 minutos de 37.75 MPa, evidenciando que estas últimas condiciones de proceso son más propicias para la formación de fases de menor fragilidad y de acomodo de esfuerzos residuales durante el enfriamiento.

Los resultados de las pruebas de resistencia al corte de los sistemas estudiados en el presente trabajo son de carácter novedoso debido a que son sistemas de unión disímil recientemente ideados en cuestión de componentes de la unión (alúmina/acero inoxidable

AISI 410S), sin embargo pueden compararse con el trabajo realizado por Hosseinabadi y col. [10] que obtuvieron una resistencia de 202 MPa al unir alúmina/alúmina por medio de unión por prensado en caliente a temperatura de 400°C y presión de 20 MPa, en un período de unión de 30 minutos, habiendo diferencias significativas tanto en sistema, método y resultado.

Por otro lado, Lemus-Ruiz y col. [42] realizaron una unión acero AISI 304/AISI 304 utilizando una hoja delgada de vidrio metálico amorfo grado comercial como elemento de unión; los investigadores encontraron valores de resistencia al corte de 75 MPa para uniones producidas entre 850°C y 1000°C, con tiempo de unión de 45 minutos.

Así mismo, Cheng y col. [54] estudiaron dos uniones disímiles: la primera compuesta por WC-Co/acero 410, y la segunda por FGWC/acero 410, donde FGWC es una variante comercial compuesta por WC-Co/Ni. Después del proceso de unión a 1010°C, tiempo de 15 minutos y presión de 5 KPa, los investigadores reportaron valores de resistencia al corte de 139 y 257 MPa, respectivamente. Las pruebas de corte fueron realizadas con una metodología completamente diferente a la utilizada en el presente trabajo, ya que los investigadores configuraron una carga de tensión aplicada en los extremos de las muestras rectangulares, mostrada en la Figura 4.36.



Figura 4.36 Arreglo alternativo de pruebas de corte.

La comparación de resultados ha sido benéfica en el contexto de la investigación puesto que se propusieron y presentaron sistemas tanto similares como enteramente novedosos, además de mostrar las ideas frescas de metodologías tan variadas como ingeniosas. Dentro del desarrollo experimental se hacen notar vías de comprensión del conocimiento que van directamente relacionadas con la formación del personal, la realización de los proyectos y la intencionalidad de ofrendar nuevas contribuciones.

4.6 Análisis de la fractura.

Las pruebas mecánicas efectuadas a las uniones disímiles fueron efectuadas no solo para conocer la resistencia mecánica de sistemas relativamente nuevos en su configuración, sino también para estudiar la forma en que la fractura se desarrolla ante la aplicación de fuerzas externas, y poder así, discernir su comportamiento característico; este comportamiento se presentó en la totalidad de las muestras ensayadas y es mostrado en la Figura 4.37.

Por medio de microscopía electrónica de barrido, MEB, se observó que en el fragmento del lado cerámico quedaron residuos de materiales diferentes a la alúmina, haciéndose notorio el desprendimiento de material producto del proceso de unión, lo cual deja en claro que la fractura se comenzó en la parte cerámica, comprometiendo el material hasta la falla del mismo. Las micrografías fueron realizadas para muestras fracturadas por el método de corte para su observación y son presentadas para analizar el proceso resultante de las pruebas mecánicas.

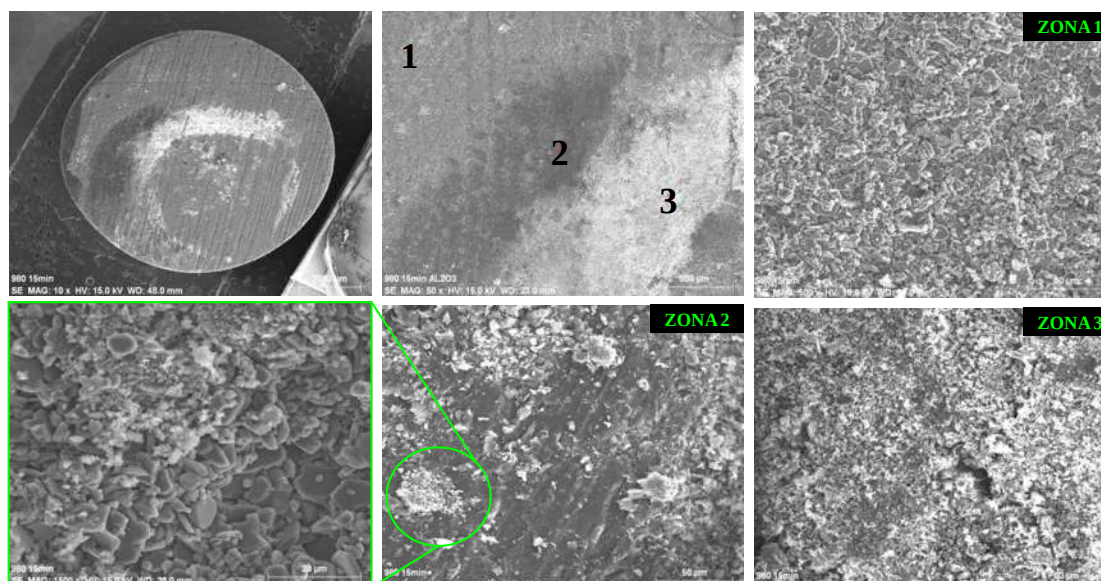


Figura 4.37 Fragmento del extremo cerámico después del ensayo de resistencia mecánica.

Al efectuar un acercamiento a las zonas de diferente tonalidad, se pudo observar que en la zona 1 quedó expuesta directamente la alúmina, mostrando los granos fracturados del cerámico; la zona 2 presenta los granos típicos del cerámico y zonas donde se alcanza a

apreciar un espacio relativamente limpio compuesto presumiblemente por alúmina además de otros componentes aglutinados de tamaño menor que son mostrados a detalle en la ampliación a 1500X; en la zona 3 se nota una combinación de las características anteriores con tendencia muy semejante a lo ocurrido en la zona 1. La Tabla IV.14 muestra los resultados de análisis practicados a cada una de las zonas identificadas con diferente tonalidad a 50X, siendo posible verificar que se encontraron principalmente aluminio y oxígeno, componentes de la alúmina.

Tabla IV.14 Resultados de análisis de las zonas del extremo cerámico después del ensayo de resistencia mecánica.

Zona	Elemento (% peso)									
	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	-	-	-	-	-	-	-	-	49.2	50.8
2	-	-	-	-	-	-	-	-	15.3	84.7
3	-	-	-	-	-	-	-	-	49.3	50.7

Se realizaron análisis por difracción de rayos X al extremo cerámico de la muestra fracturada buscando identificar fases presentes por medio de esta técnica. La Figura 4.38 muestra el difractograma obtenido donde se pueden observar los picos característicos de la alúmina (Al_2O_3), además de otros picos no identificados que podrían pertenecer a fases no estequiométricas de algunos de los elementos involucrados en el proceso de unión.

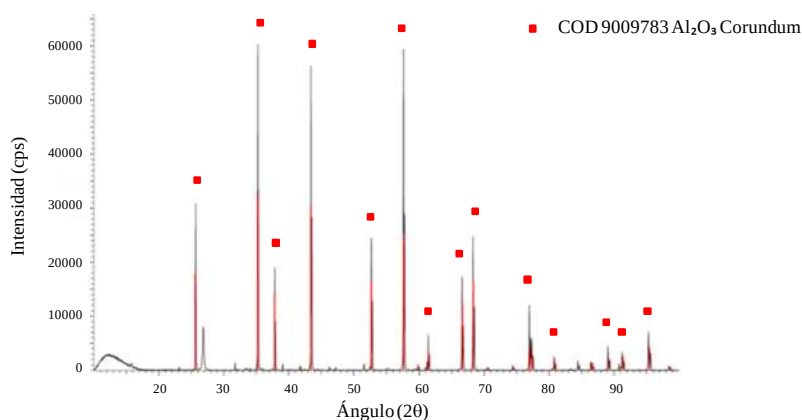


Figura 4.38 Difractograma de rayos X del extremo cerámico fracturado después del ensayo de resistencia mecánica.

Del mismo modo, se obtuvieron micrografías del extremo metálico fracturado, contraparte del anterior, después de las pruebas mecánicas. En la Figura 4.39 se puede observar que la aleación base cobre se desprendió durante las pruebas, posiblemente después de pasar por un período de elongación. Esta interpretación deriva de la observación de la micrografía a 50X donde se notan zonas con desprendimiento de material de forma laminar no uniforme, como trozos pequeños de forma irregular u hojuelas. Al revisar cada una de las zonas de interés, se aprecia que en la zona 1 se presenta una falta de material, mientras que en la zona 2 se observa una lámina delgada, probablemente cobre, que pasó a fase líquida durante el proceso de unión y se insertó en las irregularidades superficiales de la lámina de niobio. Esto fue comprobado por medio de análisis practicados en las zonas 1 y 2, resultando en los valores de elementos presentes en la Tabla IV.15.

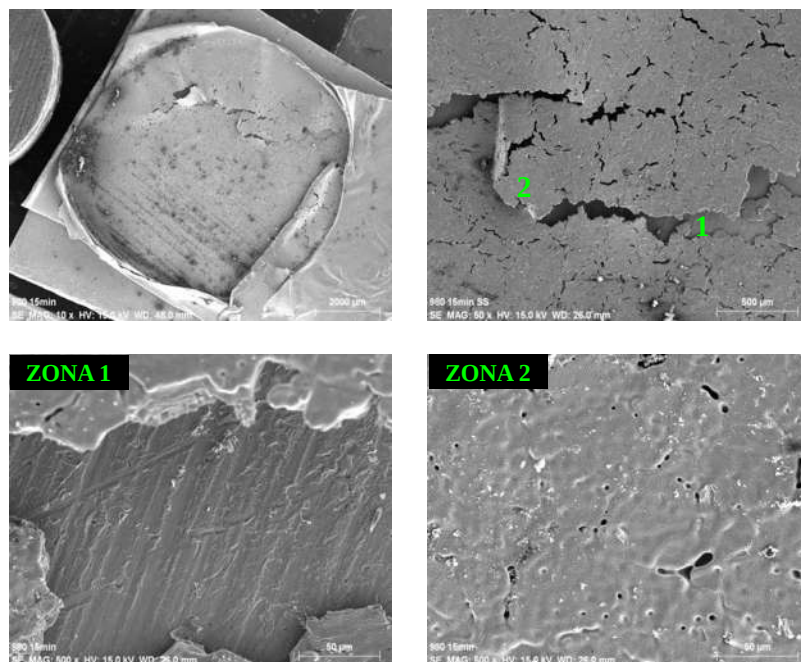


Figura 4.39 Fragmento del extremo metálico después del ensayo de resistencia mecánica.

Así, la zona 1 está compuesta principalmente por niobio con un pequeño porcentaje de cobre y oxígeno, mientras que en la zona 2 el componente principal es cobre con mínima presencia de aluminio y oxígeno.

Tabla IV.15 Resultados de análisis de las zonas del extremo metálico después del ensayo de resistencia mecánica.

Elemento (% peso)										
Zona	Fe	Cr	C	Si	Nb	Cu	Zn	Ag	Al	O
1	-	-	-	-	86.0	9.0	-	-	-	5.0
2	-	-	-	-	-	91.9	-	-	1.8	6.3

Con la finalidad de identificar posibles fases formadas en el extremo metálico de la muestra fracturada, se le realizaron análisis por difracción de rayos X resultando en el difractograma mostrado en la Figura 4.40. Se observan picos correspondientes a cobre (Cu), niobio (Nb) y la fase Cu_5Zn_8 , así como otros picos no identificados que probablemente podrían pertenecer a otras fases no estequiométricas de los elementos involucrados en el extremo metálico de la unión.

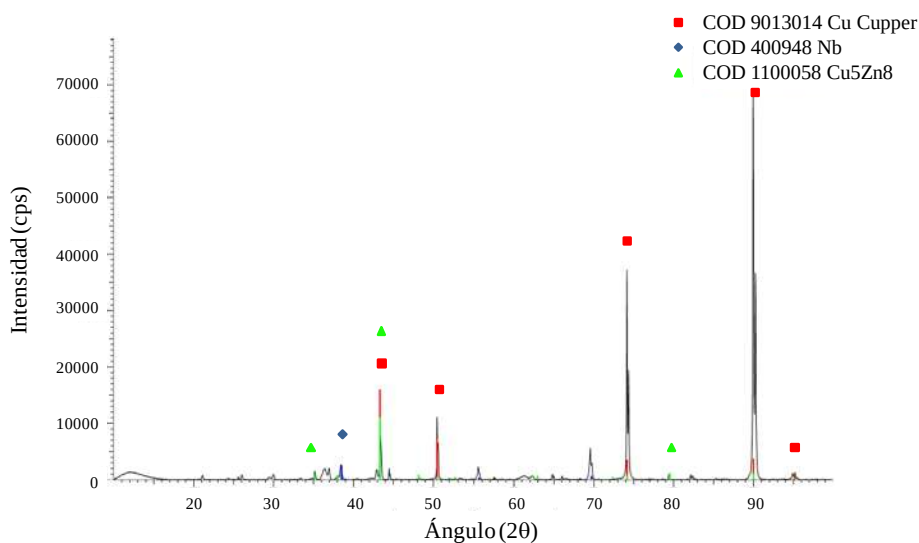


Figura 4.40 Difractograma de rayos X del extremo metálico fracturado después del ensayo de resistencia mecánica.

Los resultados y comportamiento de las uniones durante las pruebas mecánicas son resultado de la interacción de los elementos durante el proceso de unión y están presentes de manera prácticamente uniforme en la totalidad de las muestras. Dicho comportamiento puede ser resumido al enunciar que las fracturas ocurrieron en la intercapa indicando una fuerte relación entre la microestructura de la interfase y la resistencia mecánica de las uniones; una anotación también evidenciada en otros trabajos de investigación [35, 37, 42]. Al finalizar la experimentación y el conformado de las pruebas mecánicas es posible arribar a puntos concluyentes de aprendizaje bajo la guía del método científico.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES.

En este capítulo se presentan las conclusiones que se han obtenido al término del desarrollo del presente trabajo de investigación, en que se produjeron y caracterizaron ensambles híbridos compuestos por $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/AISI 410S}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu-Zn-Ag/Nb/Cu-Zn-Ag/AISI 410S}$, unidos por el método *brazing* en una atmósfera de argón. Los experimentos fueron realizados variando los parámetros de temperatura (950, 980 y 1010°C) y tiempo de unión (5, 15, 25 y 35 minutos). Las conclusiones están basadas en los resultados de la caracterización y evaluación mecánica realizadas en la interfase de unión:

- ❖ Es posible la unión alúmina/acero AISI 410S por el método *brazing* bajo las condiciones de temperatura y tiempo de unión estudiadas.
- ❖ El comportamiento de las interfases formadas después del proceso de unión muestra que los mecanismos de difusión presentaron incrementos en función de la temperatura de unión del proceso.
- ❖ Los experimentos presentaron cambios en los resultados respecto al tiempo de unión, confirmando que con tiempos de unión mayores se lograron mayores interacciones entre los elementos en una dependencia mutua con la temperatura.
- ❖ Los espesores de las interfases presentaron un incremento al aumentar tanto temperatura como tiempo de unión, observando valores promedio de 10, 22 y 20 μm para temperatura de 950, 980 y 1010°C, respectivamente.
- ❖ Respecto a los sistemas utilizados, Cu-Zn y Cu-Zn-Ag, se pudo observar que no se presentaron diferencias significativas a excepción de las observadas a temperatura de 1010°C, donde la adición de plata resultó en la formación de una interfase unida para períodos de tiempo menores a 35 minutos, lo que no sucedió en el sistema Cu-Zn.
- ❖ Los resultados de los ensayos de resistencia al corte mostraron que el sistema Cu-Zn obtuvo un mejor desempeño que el sistema Cu-Zn-Ag bajo las mismas condiciones de proceso. Esto puede estar relacionado con la baja cantidad de plata utilizada en el metalizado, que a pesar de no ser un factor preponderante en peso, sí produjo algunas fases frágiles al crecer la interfase de unión por tratarse de un elemento activo.

- ❖ De acuerdo a los resultados, al aumentar el tiempo de permanencia en las uniones realizadas a 980 y 1010°C se presentó la evaporación de zinc, misma que se da por completo en tiempos de permanencia de 25 y 35 minutos en ambos sistemas, Cu-Zn y Cu-Zn-Ag, sin afectaciones aparentes debido a que su contenido en peso se utiliza para la disminución de la temperatura del elemento de unión.
- ❖ Las diferencias entre los coeficientes de expansión térmica del cerámico y el metal fueron mitigadas con el uso de los materiales dúctiles del elemento de unión, así como del niobio, que sirvieron como puente entre los materiales disímiles reduciendo la cantidad de esfuerzos residuales de los ensambles.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1. SCHWARTZ M. M. *Ceramic Joining*. 1 ed. United States of America. ASM International. 1990.
2. CEJA-CÁRDENAS L. *Estudio interfacial y evaluación mecánica durante la unión de carburo de tungsteno y níquel empleando una aleación de cobre*. Tesis de Maestría. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, México. Tesis de Maestría. 2005.
3. LEMUS-RUIZ J. *Diffusion Bonding of Silicon Nitride to Titanium*. Tesis de Doctorado. Department of Mining and Metallurgical Engineering, Mc-Gill University. Montreal, Canada. Tesis de Doctorado. 2000.
4. JACOBSON D. M., HUMPTON G. *Principles of Brazing*. 1 ed. United States of America. ASM International. 2005.
5. ASKELAND D. R. *La Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Primera ed. Estados Unidos de América. PWS Publishers. 1985.
6. GÁLVEZ-DÍAZ F. *Caracterización mecánica de materiales cerámicos avanzados a altas velocidades de deformación*. Tesis de Doctorado. Departamento de Motopropulsión y Fluidodinámica, Escuela Técnica Superior de Ingenieros Aeronáuticos, Universidad Politécnica de Madrid. España. Tesis de Doctorado. 1999.
7. AMSTEAD B. H., OSTWALD P. F., BEGEMAN M. L. *Procesos de Manufactura Versión SI*. 10 ed. México. Continental, S. A. de C. V. 1995.
8. HE Y., ZHANG J., PEILING L., LIU C. *Characterization of the $\text{Si}_3\text{N}_4/42\text{CrMo}$ joints vacuum brazed with Pd modified filler alloy for high temperature application*. **Vacuum**. 109(0), 86-93, 2014.
9. LEMUS-RUIZ J., GUEVARA-LAUREANO A. O., ZARATE-MEDINA J., ARELLANO-LARA A., CEJA-CÁRDENAS L. *Interface behavior of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ joints produced by liquid state bonding*. **Applied Radiation and Isotopes**. 98(0), 1-6, 2015.
10. HOSSEINABADI N., SARRAF-MAMOORY R., MOHAMMAD HADIAN A. *Diffusion bonding of alumina using interlayer of mixed hydride nano powders*. **Ceramics International**. 40(2), 3011-3021, 2014.
11. LAN L., REN Z., YU J., YANG Z., ZHONG Y. *Microstructure and mechanical properties of partial transient liquid phase bonded Si_3N_4 -DZ483 superalloy joints*. **Materials Letters**. 121(0), 223-226, 2014.
12. LEMUS-RUIZ J. *Curso del Programa de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales: Métodos avanzados de unión de materiales*. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, México. 2010.
13. BARRENA M. I., MATESANZ L., GÓMEZ DE SALAZAR J. M. *$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti6Al4V}$ diffusion bonding joints using Ag-Cu interlayer*. **Materials Characterization**. 60(11), 1263-1267, 2009.
14. SONG X. G., CAO J., WANG Y. F., FENG J. C. *Effect of Si_3N_4 -particles addition in Ag-Cu-Ti filler alloy on $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{TiAl}$ brazed joint*. **Materials Science and Engineering: A**. 528(15), 5135-5140, 2011.

15. HE Y., SUN Y., ZHANG J., LI X. *An analysis of deformation mechanism in the Si_3N_4 -AgCuTi- Si_3N_4 joints by digital image correlation.* **Journal of the European Ceramic Society.** 33(1), 157-164, 2013.
16. HE Y., ZHANG J., LI X. *Characterization of the $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ joints fabricated using particles modified braze.* **Materials Science and Engineering: A.** 616(0), 107-115, 2014.
17. JANCZAK-RUSCH J., KAPTAY G., JEURGENS L. P. H. *Interfacial design for joining technologies: An historical perspective.* **Journal of Materials Engineering and Performance.** 23(5), 1608-1613, 2014.
18. GUEVARA-LAUREANO A. O. *Producción y caracterización de uniones $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ empleando metalizados de Nb y Mo.* Tesis de Maestría. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, México. Tesis de Maestría. 2012.
19. CALLISTER W. *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales.* ed. Estados Unidos de América. Editorial Reverté S.A. 1995.
20. *Alúmina.* Disponible en: <http://www.aluminalimited.com/the-industry/>.
21. ARELLANO-LARA A. *Estudio del método de calentamiento (convencional, microondas y SPS) durante la sinterización de polvos nanométricos de Al_2O_3 .* Tesis de Doctorado. Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, México. Tesis de Doctorado. 2015.
22. CARTER C. B., NORTON M. G. *Ceramic Materials/ Science and Engineering.* ed. United States of America. Springer. 2007.
23. VLACK L. H. V. *Tecnología de Materiales.* ed. México. Alfaomega S.A. de C.V. 1996.
24. GARCIA-CUSTODIO N. B. *Estudio interfacial de uniones disímiles $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$.* Tesis de Maestría. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, México. Tesis de Maestría. 2012.
25. AVNER S. H. *Introducción a la Metalurgia Física.* 2 ed. México. McGraw-Hill. 1990.
26. SMITH W. F. *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales.* ed. España. McGraw-Hill Interamericana de España S.A.U. 1998.
27. ELLIS W. J. *Ingeniería de Materiales.* 2 ed. México. Representaciones y Servicios de Ingeniería S.A. 1974.
28. *Niobio.* Disponible en: <http://enciclopedia.us.es/index.php/Niobio>.
29. ACEQUISA ACEROS Y EQUIPOS S.L. Disponible en: <http://acequisa.com/spanish/inox/410.html>.
30. *Técnico especializado en acero inoxidable: Manual de acero inoxidable.* Centro Nacional para el Desarrollo del Acero Inoxidable (CENDI). Disponible en: www.ingefilter.com/pdf/Manual%20Acero%20Inoxidable.pdf.
31. ALONSO-SANTOS J., TELLEZ-ARIAS M., BEDOLLA E., LEMUS-RUIZ J. *Microstructural behavior during bonding of alumina to niobium by liquid state diffusion.* **Materials Science Forum.** 755(171-177), 2013.
32. FERNIE J. A., DREW R. A. L., KNOWLES K. M. *Joining of engineering ceramics.* **International Materials Reviews.** 54(5), 283-331, 2009.
33. HE Y. M., ZHANG J., SUN Y., LIU C. F. *Microstructure and mechanical properties of the $\text{Si}_3\text{N}_4/42\text{CrMo}$ steel joints brazed with Ag-Cu-Ti composite filler.* **Journal of the European Ceramic Society.** 30(15), 3245-3251, 2010.

34. RAMÍREZ-ROMERO M. I. *Evaluación mecánica de uniones Al_2O_3/Nb producidas por brazing usando Cu–Zn como elemento de unión para aplicaciones en biomateriales*. Tesis de Licenciatura. Instituto Tecnológico de Morelia "José María Morelos y Pavón". Morelia, México. Tesis de Licenciatura. 2013.
35. CEJA-CÁRDENAS L., LEMUS-RUIZ J., DÍAZ-DE LA TORRE S., ESCALONA-GONZÁLEZ R. *Interfacial behavior in the brazing of silicon nitride joint using a Nb-foil interlayer*. **Journal of Materials Processing Technology**. 213(3), 411-417, 2013.
36. PSAKHIE S., OVCHARENKO V., YU B., SHILKO E., ASTAFUROV S., IVANOV Y., BYELI A., MOKHOVIKOV A. *Influence of Features of Interphase Boundaries on Mechanical Properties and Fracture Pattern in Metal–Ceramic Composites*. **Journal of Materials Science & Technology**. 29(11), 1025-1034, 2013.
37. LEMUS J., DREW R. A. L. *Joining of silicon nitride with a titanium foil interlayer*. **Materials Science and Engineering: A**. 352(1–2), 169-178, 2003.
38. SISA. *Brazing: Consejos para la soldadura*. ed. Barcelona, España. PINI.
39. GARCÍA-CUSTODIO N. B., LEMUS-RUIZ J., ZÁRATE-MEDINA J., BEDOLLA-BECERRIL E. *Bonding and characterization of Al_2O_3 to stainless steel AISI304 using Cu as joining element*. **Materials Science and Technology Conference and Exhibition 2010, MS and T'10**. 2(1207-1214, 2010.
40. ASTM. *ASTM B962-14, Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle*. Disponible en: www.astm.org.
41. HATTALI M. L., VALETTE S., ROPITAL F., MESRATI N., TREHEUX D. *Effect of thermal residual stresses on the strength for both alumina/Ni/alumina and alumina/Ni/nickel alloy bimetals*. **Journal of Materials Science**. 44(12), 3198-3210, 2009.
42. LEMUS-RUIZ J., VERDUZCO J. A., GONZÁLEZ-SÁNCHEZ J., LÓPEZ V. H. *Characterization, shear strength and corrosion resistance of self joining AISI 304 using a Ni Fe–Cr–Si metallic glass foil*. **Journal of Materials Processing Technology**. 223(0), 16-21, 2015.
43. NASH W. A. *Resistencia de Materiales*. ed. McGraw-Hill.
44. FITZGERALD R. W. *Mecánica de Materiales*. ed. Estados Unidos de América. Alfa Omega.
45. *Diagrama de fases Ag-Nb*. Disponible en: <http://resource.npl.co.uk/mtdata/phdiagrams/agnb.htm>.
46. *Diagrama de fases Ag-Cu*. Disponible en: <http://www.nims.go.jp/cmssc/pst/database/ag-elem/agcu/agcu.htm>.
47. *Diagrama de fases Cu-O*. Disponible en: <http://www.crct.polymtl.ca/fact/documentation/FScopp/Cu-O.jpg>.
48. *Diagrama de fases Cu-Nb*. Disponible en: http://www.crct.polymtl.ca/fact/documentation/FScopp/FScopp_list.htm.
49. *Diagrama de fases Cu-Fe*. Disponible en: <http://resource.npl.co.uk/mtdata/phdiagrams/cufe.htm>.
50. *Diagrama de fases Cu-Cr*. Disponible en: <http://resource.npl.co.uk/mtdata/phdiagrams/crcu.htm>.
51. *Diagrama de fases Fe-Nb*. Disponible en: <http://www.himikatus.ru/art/phase-diagr1/Fe-Nb.php>.

52. LAIK A., MISHRA P., BHANUMURTHY K., KALE G. B., KASHYAP B. P. *Microstructural evolution during reactive brazing of alumina to Inconel 600 using Ag-based alloy.* **Acta Materialia.** 61(1), 126-138, 2013.
53. CHEN H., FENG K., WEI S., XIONG J., GUO Z., WANG H. *Microstructure and properties of WC–Co/3Cr13 joints brazed using Ni electroplated interlayer.* **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials.** 33(0), 70-74, 2012.
54. CHEN H., FENG K., XIONG J., GUO Z. *Characterization and stress relaxation of the functionally graded WC–Co/Ni component/stainless steel joint.* **Journal of Alloys and Compounds.** 557(0), 18-22, 2013.
55. LEMUS-RUIZ J., AGUILAR-REYES E. A. *Mechanical properties of silicon nitride joints using a Ti-foil interlayer.* **Materials Letters.** 58(19), 2340-2344, 2004.
56. LEMUS-RUIZ J., LEÓN-PATIÑO C. A., AGUILAR-REYES E. A. *Interface behaviour during the self-joining of Si_3N_4 using a Nb-foil interlayer.* **Scripta Materialia.** 54(7), 1339-1343, 2006.