



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE  
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**

**INGENIERÍA EN INNOVACIÓN  
TECNOLÓGICA DE MATERIALES**

**“ESTUDIO INTERFACIAL EN UNIONES DISIMILES DE LOS  
ACEROS INOXIDABLES AL6XN/AISI 304 USANDO UNA CINTA  
METÁLICA VÍTREA BASE Fe (Fe<sub>74.5</sub>Cr<sub>3.5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>12</sub>)”**

**TESIS**

**Para obtener el grado de  
INGENIERO EN INNOVACIÓN TECNOLÓGICA DE MATERIALES**

**Presenta**

**NETZA IRERI RAMOS FABIÁN**

**Director de tesis**

**DR. JORGE ALEJANDRO VERDUZCO MARTÍNEZ**

**Morelia Michoacán, Febrero del 2022**

## ÍNDICE

<b>ÍNDICE DE FIGURAS .....</b>	<b>IV</b>
<b>ÍNDICE DE TABLAS .....</b>	<b>VII</b>
<b>RESUMEN.....</b>	<b>VIII</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>IX</b>
<b>CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>1</b>
<b>JUSTIFICACIÓN.....</b>	<b>2</b>
<b>OBJETIVOS.....</b>	<b>3</b>
Objetivo general .....	3
Objetivos particulares.....	3
<b>HIPÓTESIS.....</b>	<b>4</b>
<b>CAPÍTULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>5</b>
<b>2.1 VIDRIOS METÁLICOS.....</b>	<b>5</b>
2.1.1 Procesos de obtención de cintas metálicas vítreas.....	5
2.1.2 Propiedades de los vidrios metálicos .....	7
2.1.3 Aplicaciones potenciales de los vidrios metálicos.....	8
2.1.4 Uso de las cintas metálicas como elemento de unión .....	9
<b>2.2 ACEROS INOXIDABLES.....</b>	<b>10</b>
2.2.1 Tipos de aceros inoxidable.....	10
2.2.2 Acero inoxidable AISI 304 .....	12
2.2.3 Acero inoxidable AL6XN.....	13
<b>2.3 PROCESOS DE UNIÓN .....</b>	<b>15</b>
2.3.1 Unión por difusión en estado sólido .....	15
2.3.2 Parámetros experimentales del proceso unión por difusión en estado sólido.....	16
2.3.3 Tipos de unión .....	17

<b>2.4</b>	<b>MECANISMO DE DIFUSIÓN</b> .....	18
2.4.1	Mecanismo de difusión sustitucional o por vacantes.....	19
2.4.2	Mecanismo de difusión intersticial .....	20
<b>2.5</b>	<b>MICRODUREZA</b> .....	21
<b>CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL</b> .....		<b>23</b>
3.1	Material de inicio .....	24
3.2	Caracterización de materiales de inicio .....	24
3.2.1	Microanálisis químico.....	24
3.2.2	Análisis térmico diferencial (DTA) .....	25
3.2.3	Difracción de rayos X (DRX) .....	26
3.3	Preparación superficial de las muestras metálicas a unir.....	27
3.4	Uniones por difusión en estado sólido.....	28
3.5	Caracterización de la zona de unión .....	32
3.5.1	Caracterización estructural.....	32
3.5.2	Caracterización mecánica .....	33
<b>CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....		<b>34</b>
4.1	Caracterización de los materiales de inicio.....	34
4.1.1	Cinta metálica vítrea Fe74.5Cr3.5Si10B12 .....	34
4.1.2	Acero inoxidable austenítico AISI 304.....	38
4.1.3	Acero inoxidable súper austenítico AL6XN.....	40
4.2	Uniones de acero inoxidable AISI 304/cinta metálica base Fe/acero inoxidable AL6XN .....	42
4.3	Caracterización interfacial de las uniones AISI 304/cinta Fe74.5Cr3.5Si10B12/AL6XN .....	43
4.4	Análisis microestructural de las uniones AISI 304/cinta Fe74.5Cr3.5Si10B12/AL6XN .....	45

4.5	Difusión del elemento de aporte a través de la interfase .....	52
4.6	Análisis de microdureza en las uniones AISI 304/cinta Fe74.5Cr3.5Si10B12/AL6XN .....	58
<b>CAPÍTULO V. CONCLUSIONES .....</b>		<b>63</b>
<b>CAPÍTULO VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>		<b>65</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 2.1</b> Diagrama de una curva TTT para la formación de un vidrio metálico.....	6
<b>Figura 2.2</b> Proseos para obtención de cintas metálicas vítreas (a) chill block melt spinning (CBMS) y (b) planar flow casting (PFC). .....	7
<b>Figura 2.3</b> Acero inoxidable AISI 304 a) laminas y b) tubos.....	13
<b>Figura 2.4</b> Acero inoxidable AL6XN a) tubos y b) barras.....	14
<b>Figura 2.5</b> Principales procesos de unión.....	15
<b>Figura 2.6</b> Tipos de uniones básicas (a) unión a tope, (b) unión de esquina, (c) unión de traslape, (d) unión de borde y (e) unión tipo T.....	18
<b>Figura 2.7</b> Representación esquemática del mecanismo de difusión sustitucional (a) y su energía de activación (b).....	20
<b>Figura 2.8</b> Representación esquemática del mecanismo de difusión intersticial. ....	21
<b>Figura 2.9</b> Representación esquemática de la microdureza Vickers HV. ....	22
<b>Figura 2.10</b> Huellas realizadas por el indentador a cargas (a) altas y (b) bajas. ....	22
<b>Figura 3.1</b> Diagrama de flujo del desarrollo experimental a trabajar.....	23
<b>Figura 3.2</b> Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7600F.....	25
<b>Figura 3.3</b> Equipo DSC-TGA modelo SDT Q600. ....	26
<b>Figura 3.4</b> Acomodo de las cintas en el porta muestras. ....	26
<b>Figura 3.5</b> Difractómetro de rayos X D8 ADVANCE DAVINCI. ....	27
<b>Figura 3.6</b> Representación esquemática de las muestras de acero inoxidable a) AISI 304 y b) AL6XN con las dimensiones correspondientes. ....	28
<b>Figura 3.7</b> Representación esquemática de las dimensiones de la cinta metálica base Fe..	28
<b>Figura 3.8</b> Dado de grafito con arreglo de muestras a unir AL6XN/cinta/AISI 304. ....	29
<b>Figura 3.9</b> Termómetro infrarrojo digital de la marca CEM modelo DT-8869. ....	29
<b>Figura 3.10</b> Horno de inducción Induction Heating Machine.....	30

<b>Figura 3.11</b> Gráficas de calentamiento de unión en los tres tiempos de permanencia a) 5 min, b) 10 min y c) 15 min. ....	31
<b>Figura 3.12</b> Encapsulamiento de las uniones cortadas transversalmente en los tres tiempos de permanencia. ....	32
<b>Figura 3.13</b> Microdurómetro Vickers Mitotuyo modelo UnitHM-200. ....	33
<b>Figura 4.1</b> Análisis térmico diferencial de la cinta metálica vítrea $Fe_{74.5}Cr_{3.5}Si_{10}B_{12}$ . ....	35
<b>Figura 4.2</b> Difractograma de la cinta metálica vítrea, mostrando un patrón típico de los líquidos. ....	36
<b>Figura 4.3</b> Micrografía del espesor de la cinta metálica vítrea base Fe. ....	36
<b>Figura 4.4</b> Espectro EDS del microanálisis químico de la cinta metálica vítrea. ....	37
<b>Figura 4.5</b> Micrografía del acero inoxidable austenítico AISI 304 (a) 100X, (b) 500X, (c) 1000X y (d) 2000X. ....	38
<b>Figura 4.6</b> Espectro EDS del microanálisis químico del acero inoxidable austenítico AISI 304. ....	39
<b>Figura 4.7</b> Micrografía del acero inoxidable súper austenítico AL6XN (a) 100X, (b) 500X, (c) 1000X y (d) 2000X. ....	40
<b>Figura 4.8</b> Espectro EDS del microanálisis químico del acero inoxidable súper austenítico AL6XN. ....	41
<b>Figura 4.9</b> Ensamble después del proceso de unión. ....	42
<b>Figura 4.10</b> Micrografías a 350X de la sección transversal en la zona de unión a 1140 °C en tiempos de permanencia en (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos. ....	44
<b>Figura 4.11</b> Micrografías a 1000X de la sección transversal en la zona de unión a 1140 °C en tiempos de permanencia en (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos. ....	45
<b>Figura 4.12</b> Micrografías de las zonas examinadas por microanálisis químico puntual en diferentes tiempos de permanencia (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos. ....	46
<b>Figura 4.13</b> Gráficas de la composición elemental en % en peso a lo largo de la zona de unión en los diferentes tiempos de permanencia (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos. ....	48

<b>Figura 4.14</b> Espectros EDS del microanálisis químico puntual de las zonas examinadas en 15 minutos de permanencia (a) zona A, (b) zona B, (c) zona C, (c) zona D y (e) zona E. ..	50
<b>Figura 4.15</b> Isoterma a 650 °C de los diagramas de equilibrio ternario de Fe-Cr-Ni para determinar las fases presentes en las uniones AISI 304/cinta Fe <sub>74.5</sub> Cr <sub>3.5</sub> Si <sub>10</sub> B <sub>12</sub> /AL6XN....	51
<b>Figura 4.16</b> Mapeo cualitativo de la unión en 5 minutos de permanencia (a) Cr, (b) Fe, (c) C, (d) Si, (e) Mo, (f) Ni y (g) distribución de los elementos Cr, Fe, C, Si, Mo y Ni. ....	53
<b>Figura 4.17</b> Espectros EDS del microanálisis químico puntual de las zonas examinadas en 5 minutos de permanencia (a) zona B, (b) zona C y (c) zona D.....	54
<b>Figura 4.18</b> Mapeo cualitativo de la unión en 10 minutos de permanencia (a) N, (b) Fe, (c) Cr, (d) Ni, (e) C, (f) Mo, (g) Si y (h) distribución de los elementos N, Fe, Cr, Ni, C, Mo y Si. ....	55
<b>Figura 4.19</b> Espectros EDS del microanálisis químico puntual de las zonas examinadas en 10 minutos de permanencia (a) zona B, (b) zona C y (c) zona D.....	56
<b>Figura 4.20</b> Mapeo cualitativo de la unión en 15 minutos de permanencia (a) Mo, (b) Si, (c) Ni, (d) Cr, (e) Fe, (f) C y (g) distribución de los elementos Mo, Si, Ni, Cr, Fe y C. ....	57
<b>Figura 4.21</b> Espectros EDS del microanálisis químico puntual de las zonas examinadas en 15 minutos de permanencia (a) zona B, (b) zona C y (c) zona D.....	58
<b>Figura 4.22</b> Gráficas de las durezas obtenidas a lo largo de las uniones a (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos de permanencia. ....	59
<b>Figura 4.23</b> Micrografías de las huellas de microdureza de las uniones a (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos de permanencia. ....	60

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 2.1</b> Composiciones y propiedades comunes de aceros inoxidable. ....	10
<b>Tabla 2.2</b> Composición química del acero inoxidable AISI 304.....	13
<b>Tabla 2.3</b> Composición química del acero inoxidable AL6XN. ....	14
<b>Tabla 3.1</b> Composición química de los materiales de inicio. ....	24
<b>Tabla 4.1</b> Composición química de la cinta metálica vítrea.....	37
<b>Tabla 4.2</b> Composición química del acero inoxidable austenítico AISI 304. ....	39
<b>Tabla 4.3</b> Composición química del acero inoxidable súper austenítico AL6XN. ....	41
<b>Tabla 4.4</b> Condiciones y resultados de la unión AISI 304/cinta $Fe_{74.5}Cr_{3.5}Si_{10}B_{12}/AL6XN$ . .....	42
<b>Tabla 4.5</b> Composición química de las uniones a 1140 °C en 5, 10 y 15 minutos de permanencia.....	49
<b>Tabla 4.6</b> Fases determinadas en las diferentes zonas en el diagrama ternario.....	51
<b>Tabla 4.7</b> Resultados obtenidos de las pruebas de microdureza.....	61



## RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se elaboraron uniones disimiles de los aceros inoxidable AL6XN y AISI 304 utilizando como elemento de unión una cinta metálica vítrea base Fe de composición  $Fe_{74.5}Cr_{3.5}Si_{10}B_{12}$ . Las uniones se llevaron a cabo en un arreglo tipo sándwich en tres tiempos de permanencia diferentes (5, 10 y 15 minutos) a una temperatura de 1140 °C en un horno de inducción. Inicialmente se realizó la caracterización de los materiales base y la cinta metálica vítrea para verificar la composición además de conocer y corroborar en un inicio las características principales de cada uno de los materiales. Se determino la temperatura de unión sometiendo la cinta metálica vítrea a un análisis térmico diferencial donde se estableció que su temperatura de fusión es de 1180 °C optando por trabajar a 1140 °C ya que las uniones se realizaron por medio de difusión en fase sólida. Una vez realizadas las diferentes uniones fue caracterizada y analizada su zona interfacial mediante microanálisis químico y microdureza Vickers, donde los resultados obtenidos muestran uniones favorables a 1140 °C, siendo las uniones a 15 minutos las que presentan mejores resultados debido a su mayor difusión de elementos.

**Palabras clave:** Cintas metálicas vítreas, Difusión, Uniones disimiles, Soldadura sueve.

## ABSTRACT

In the present research work, dissimilar joints of AL6XN and AISI 304 stainless steels were fabricated using a glassy Fe-based metallic tape of composition Fe<sub>74.5</sub>Cr<sub>3.5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>12</sub> as a joining element. The joints were carried out in a sandwich arrangement in three different dwell times (5, 10 and 15 minutes) at a temperature of 1140 °C in an induction furnace. Initially, the characterization of the base materials and the glassy metallic tape was performed to verify the composition as well as to know and corroborate at the beginning the main characteristics of each one of the materials. The junction temperature was determined by submitting the glassy metallic tape to a differential thermal analysis where it was established that its melting temperature is 1180 °C, choosing to work at 1140 °C since the junctions were made by means of diffusion in solid phase. Once the different joints were made, their interfacial zone was characterized and analyzed by means of chemical microanalysis and Vickers microhardness, where the results obtained show favorable joints at 1140 °C, being the joints at 15 minutes the ones that present better results due to their higher diffusion of elements.

**Keywords:** Glassy metallic Tapes, Diffusion, Dissimilar joints, Soft soldering.

## CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

Durante los últimos años, el desarrollo de los vidrios metálicos ha avanzado rápidamente debido a sus atractivas propiedades y a la falta de comprensión a mayor detalle de la estructura de estos materiales, así como algunas cuestiones importantes derivadas de ella como el modelo estructural, transición vítrea, estabilidad térmica, capacidad de superenfriamiento y formación de vidrio, entre otras [1-3]. La morfología amorfa característica de estos materiales proporciona un comportamiento diferente a los cristalinos consiguiendo excelentes propiedades mecánicas, magnéticas, eléctricas o químicas dependiendo de los elementos componentes de la aleación [4, 5].

Actualmente los vidrios metálicos cubren un amplio campo de aplicaciones y se siguen desarrollando e investigando otras nuevas, debido a sus excelentes características ya que contribuyen como alternativa importante para el mejoramiento de las propiedades de las aleaciones metálicas [6].

Existe una gran variedad de tipos de vidrios metálicos de los cuales los basados en Fe son el grupo de vidrios metálicos más estudiados debido a su alta resistencia mecánica, buena estabilidad térmica, fuerte resistencia a la corrosión, excelentes propiedades magnéticas suaves y costos de producción relativamente bajos [5]. Algunas de sus aplicaciones son sensores, recubrimientos resistentes a la corrosión y al desgaste, aplicaciones biomédicas, micro engranaje, entre muchas otras [5, 6]. Además, estos vidrios metálicos se han empleado ampliamente en los campos catalíticos gracias a que la banda de valencia conduce a una menor energía de activación y a una mejor activación de transferencia de electrones [7-9].

Una de sus principales formas de utilización es en cintas metálicas vítreas utilizadas como elemento de unión, gracias a las características y propiedades especiales de estas aleaciones que le permiten un desempeño de alto nivel. Se han estudiado uniones metal/metal [10-13] así como metal/cerámico [14-16] con diferentes tipos de cintas metálicas vítreas, obteniendo resultados muy comprometedores e interesantes en la soldadura por difusión. Por tal razón el presente trabajo se enfoca en el estudio interfacial del efecto que tiene la combinación de tiempo y temperatura en la zona de unión de los aceros inoxidable AL6XN y AISI 304 utilizando una cinta metálica vítrea base Fe.

## JUSTIFICACIÓN

Recientemente en los últimos años se han estudiado ampliamente las cintas metálicas vítreas debido a sus excelentes propiedades y amplio campo de aplicaciones, sin embargo, su aplicación como material de aporte ha sido poco estudiado en específico con cintas metálicas vítreas base Fe, las cuales debido a sus propiedades como alta resistencia mecánica, buena estabilidad térmica, fuerte resistencia a la corrosión, buenas magnéticas suaves y costos de producción relativamente bajos, las hacen una excelente opción para ser utilizados como material de aporte en uniones por difusión en fase sólida. Además, las uniones realizadas en horno de inducción tienen como ventaja las velocidades de calentamiento las cuales evitan el crecimiento de grano de los materiales base debido a que dichas velocidades son más rápidas. Así mismo, el calentamiento por inducción es localizado permitiendo tener control en los resultados y conservar las propiedades de resistencia de los metales base después de la unión.

Este tipo de uniones entre diferentes aceros inoxidable son ampliamente utilizadas en intercambiadores de calor para la producción de hidrógeno utilizado en reactores de alta temperatura para enfriamiento de gas o generación de energías futuras [17-20]. Algunas de las principales ventajas de los materiales utilizados en dichas aplicaciones son alta resistencia a la presión, temperatura y fluencia, estructura compacta y alta eficiencia en la transferencia de calor. En la industria de los intercambiadores de calor no se ha asegurado la integridad de la estructura obtenida por el método de unión por difusión en fase sólida, por lo cual es importante el estudio de este método de unión para establecer y reportar los mecanismos de esta tecnología.

Actualmente no han sido reportadas las uniones de los aceros inoxidable AL6XN y AISI 304 utilizando una cinta metálica vítrea base Fe de composición  $Fe_{74.5}Cr_{3.5}Si_{10}B_{12}$  por lo cual es importante el estudio interfacial de estas uniones disímiles por difusión sólida.

## **OBJETIVOS**

### **Objetivo general**

Unir mediante el proceso de soldadura sueve (brazing) dos aleaciones disímiles AL6XN/AISI 304 usando una cinta metálica vítrea base Fe mediante calentamiento por inducción; caracterizar la microestructura resultante y evaluar las propiedades mecánicas de las uniones.

### **Objetivos particulares**

1. Determinar el tiempo de permanencia a 1140 °C con mayor eficiencia para la unión por difusión en estado sólido del ensamble AL6XN/cinta/AISI 304, para lograr uniones mecánicamente resistentes de alta dureza.
2. Realizar la caracterización microestructural en la zona interfase de las uniones AL6XN/cinta/AISI 304 para estudiar y analizar la zona de unión, así como el comportamiento de difusión.
3. Determinar los valores de microdureza en la interfase AL6XN/cinta/AISI 304 mediante la técnica de indentación, realizando la comparación con los resultados obtenidos de cada muestra.

## **HIPÓTESIS**

Las cintas metálicas vítreas poseen excelentes características gracias a su ordenamiento de corto alcance ya que son materiales fuertes y flexibles capaces de adaptarse a superficies curvas, lo cual permite que tenga total contacto con los metales base. Además de no ser contaminantes tienen un punto de fusión relativamente bajo y son de larga duración, estas propiedades hacen a las cintas metálicas vítreas ideal material de aporte en uniones por soldadura suave o fuerte (brazing) ya que sus temperaturas de fusión son menores a las de los metales base.

De esta manera se espera obtener uniones fuertes de los aceros inoxidable AL6XN y AISI 304 por medio de difusión en estado sólido utilizando cintas metálicas vítreas base Fe, proceso para el cual se requiere temperaturas que se encuentren entre 0.6 a 0.95 de la temperatura del líquido. Mediante inducción la afectación térmica en los materiales base será mínima teniendo como consecuencia que la unión soldada tenga buenos valores de microdureza y la distribución homogénea de los elementos de aleación difunda durante el proceso de unión a temperaturas por debajo del punto de fusión, obteniendo de esta forma uniones mecánicamente resistentes.

## **CAPÍTULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 VIDRIOS METÁLICOS**

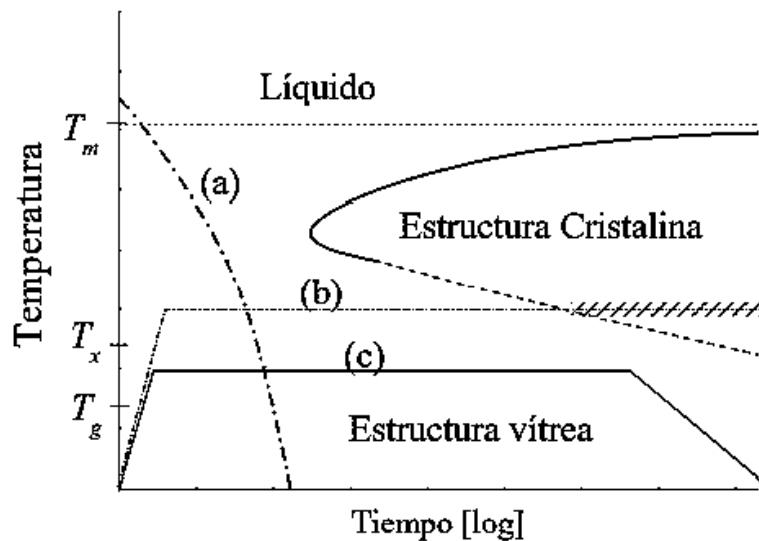
Los vidrios metálicos son aleaciones metálicas amorfas, es decir, no tienen un orden atómico de largo alcance, dicha característica trae como consecuencia que los vidrios metálicos cuenten con propiedades mecánicas muy particulares, ya que pueden ser hasta tres veces más duros que los aceros, más elásticos que los materiales cerámicos y resultan menos frágiles que los vidrios transparentes basados en óxidos. La mayoría de los vidrios metálicos muestra una gran resistencia a la corrosión, por lo que algunos se utilizan como biomateriales para implantes óseos o recubrimientos dentales [21].

Fue alrededor de 1960 cuando se elaboraron los primeros vidrios metálicos mientras Duwez y colaboradores investigaban la retención de fase en aleaciones del tipo Cu-Ag, Ag-Ge y Au-Si. Su proceso consistía en el enfriamiento rápido de una aleación fundida depositada sobre una superficie fría dando lugar a una fina capa de metal rápidamente solidificada, obteniendo el inesperado resultado de un sólido con estructura atómica desordenada [22]. Con este descubrimiento se obtuvo una nueva clase de materiales estructurales y funcionales de excelentes propiedades tanto físicas como químicas. La principal característica de los vidrios metálicos que los distingue de los materiales amorfos es la transición vítrea que transforma líquidos súper enfriados en un estado vítreo al ser enfriado desde una alta a una baja temperatura. Entonces los vidrios metálicos se definen como aleaciones amorfas que exhiben una transición vítrea, con extrema resistencia a baja temperatura y gran flexibilidad a alta temperatura [23].

#### **2.1.1 Procesos de obtención de cintas metálicas vítreas**

Las cintas metálicas vítreas pueden ser obtenidas por una variedad de técnicas que involucran el proceso de solidificación rápida de las aleaciones desde el estado líquido, obteniendo así un desarreglo atómico distribuido al azar. El proceso de obtención de un vidrio metálico se esquematiza en el diagrama tiempo-temperatura-transformación (TTT) como se muestra en la figura 2.1, donde se observa una curva (a) de transformación de un vidrio metálico con respecto a la temperatura del líquido ( $T_m$ ) y temperatura de transformación vítrea ( $T_g$ ). En la curva (b) se observa que si es sometido a un tratamiento térmico éste puede inducir la

cristalización hacia otras fases estables o metaestables ya que el material permanece en un equilibrio metaestable, al seguir este tratamiento, el material cristalizaría en la región de la curva que se encuentra rayada. Por el contrario, en la curva (c) ubicada entre  $T_x$  y  $T_g$ , el material, en estado plasto-viscoso, puede ser conformado sin perder su característica de amorfo [24].



**Figura 2.1** Diagrama de una curva TTT para la formación de un vidrio metálico [24].

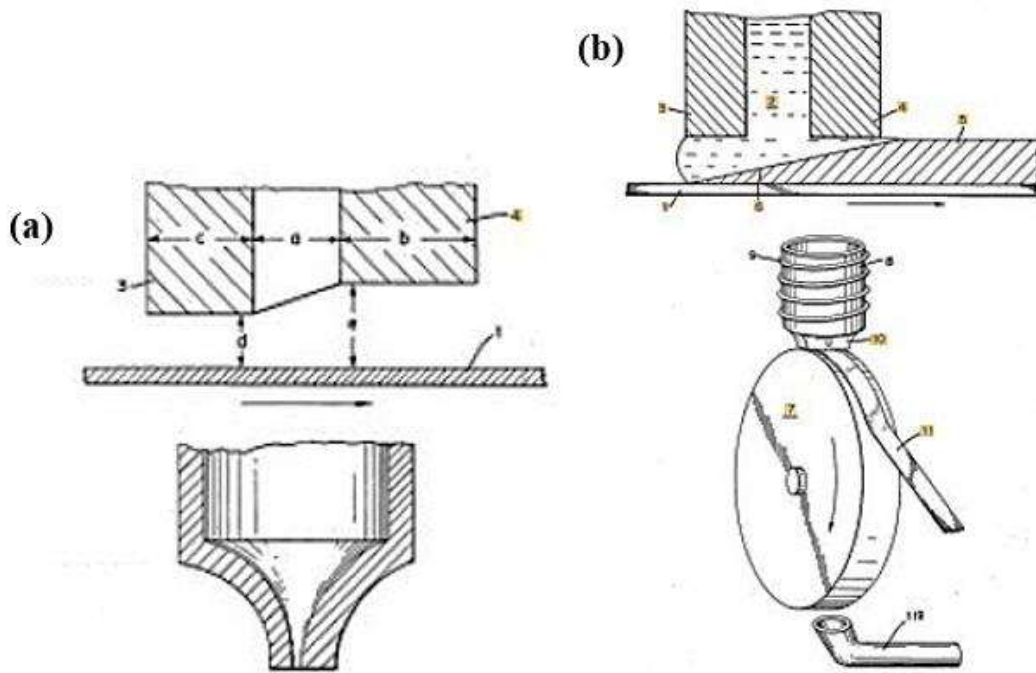
La obtención de una aleación metálica amorfa requiere de la combinación de dos factores:

- 1) Velocidad de enfriamiento suficientemente rápida para congelar la estructura desordenada que posee el material fundido.
- 2) Elementos inhibidores de la cristalización en la composición química de la aleación.

Se cuenta con una variedad de procesos para la fabricación de cintas metálicas vítreas, de los cuales destacan dos principalmente, el planar flow casting (PFC) y chill block melt spinning (CBMS), este último consiste en un disco giratorio al que por medio de un pequeño orificio y la presión de un gas (generalmente Ar) se inyecta la aleación fundida impregnándose al disco en rotación provocando que el metal líquido solidifique formando así las cintas



metálicas vítreas, este método se observa en (a) de la figura 2.2, mientras que en (b) de la misma figura 2.2 se muestra el proceso PFC que utiliza una boquilla con ranura como orificio ubicado muy cerca del sustrato, esto para que las cintas sean tan anchas como la ranura de la boquilla [25]. De estas formas se obtienen cintas amorfas directamente desde el estado líquido con un espesor de entre 20 a 60  $\mu\text{m}$  [24].



**Figura 2.2** Procesos para obtención de cintas metálicas vítreas (a) chill block melt spinning (CBMS) y (b) planar flow casting (PFC) [25].

### 2.1.2 Propiedades de los vidrios metálicos

Este tipo de aleaciones amorfas están libres de defectos cristalinos tales como límites de grano y fallas de apilamiento, desde el punto de vista del comportamiento mecánico, la capacidad de deformación plástica se ve afectada por el desorden atómico que impide el libre movimiento de las dislocaciones. También por esta razón, la resistencia mecánica es muy

superior a la de los metales convencionales, acercándose al límite teórico de su resistencia máxima [24].

La composición química homogénea de las aleaciones amorfas por lo general es resistente a la corrosión localizada, característica que no pasa en los metales cristalinos ordinarios, ya que estos metales cuentan con composición química heterogénea [26]. Para mejorar la resistencia a la corrosión en vidrios metálicos se adicionan algunos de los siguientes elementos metálicos: Ti, Zr, Ta, V, Nb, Cr, Ni, Cu, W Rh, Pd, Pt, Mo y Co. De tales elementos de adición el Cr es el que ha demostrado mayor eficiencia [27].

### **2.1.3 Aplicaciones potenciales de los vidrios metálicos**

Desde su descubrimiento, los vidrios metálicos han sido ampliamente estudiados e innovados debido a la variedad de beneficios que tren con ellos al ser usados en diferentes áreas de aplicación, dos de sus grandes aplicaciones que se han ido desarrollando desde hace ya varios años son en distribuidores de poder y en aleaciones de unión para soldadura de dos materiales iguales entre sí o disimiles.

Los transformadores eléctricos fabricados de material amorfo tienen un rendimiento de servicio de 25 a 40 años, ofreciendo una disminución en perdidas eléctricas hasta del 75% en comparación con los trasformadores eléctricos fabricados de acero convencional, lo que genera un ahorro de más de  $3 \times 10^{10}$  kW de energía eléctrica anualmente. Para 1998 ya se habían instalado en todo el mundo más de 1,250,000 transformadores de distribución eléctrica fabricados de aleaciones metálicas amormadas. Actualmente los transformadores de material amorfo se pueden diseñar para alcanzar una eficiencia mayor al 99% [28].

La cinta metálica vítrea para unión es fuerte y flexible para proporcionar una unión optima y controlada. Como ya se mencionó estas uniones se presentan entre dos materiales de igual composición o entre materiales disimiles, las uniones se dan por el método de unión por difusión, utilizando laminillas de composiciones eutécticas para que fluyan dentro de la unión a la más baja temperatura posible. Son utilizadas en condiciones de servicio de alta temperatura y resistencia [29].

#### **2.1.4 Uso de las cintas metálicas como elemento de unión**

Los materiales de aporte para unión por difusión se han ido desarrollando a lo largo de los años debido a la necesidad de aplicar este tipo de uniones en una variedad más amplia de aplicaciones a altas temperaturas y en ambientes altamente corrosivos. Los primeros materiales de aporte que se implementaban era el Au y la Ag, por tal razón eran muy costosos y se optó por la investigación para desarrollar otros tipos de materiales de aporte.

Las cintas metálicas vítreas han demostrado ser buenos materiales de aporte ya que son la combinación de composiciones eutécticas producidas por metales de transición en combinación con metaloides. Actualmente las aleaciones para materiales de aporte contienen P como principal metaloide adicionado, disminuyendo así su punto de fusión, este elemento puede ser sustituido a su vez por B y Si provocando que la cantidad de Fe, Cr y Mo aumente, sin afectar la temperatura de fusión, dando una aleación con mayor resistencia a la corrosión debido al incremento de Cr [30-33].

En los últimos años se han utilizado cintas metálicas vítreas para unir intercambiadores de calor de acero inoxidable austenítico, utilizados en reactores de alta temperatura a condiciones extremas, para sistemas de generación de energía y producción de hidrógeno [17, 34, 35]. En la industria automotriz se utilizan en la unión de catalizadores metálicos, enfriadores de recirculación de gases de escape y filtros de partículas diésel para disminuir las emisiones contaminantes y mejorar su eficiencia, dichos componentes operan en ambientes corrosivos a temperatura elevada. Son utilizados también para unir súper aleaciones base Ni en fabricación de tuberías y plantas de energía nuclear ya que igualmente requieren alta resistencia a la corrosión y a elevadas temperaturas [36, 37].

Las aleaciones metálicas vítreas base Ni han sido las de mayor aplicación como material de aporte en uniones por difusión por su buena compatibilidad con los aceros inoxidables austeníticos y su resistencia a la corrosión. Sin embargo, el Ni es costoso por lo cual recientemente se ha ido buscando otras alternativas que sustituyan dicho elemento, una propuesta a esto, son las aleaciones metálicas vítreas base Fe.

## 2.2 ACEROS INOXIDABLES

Los aceros inoxidables son aceros de alta aleación compuestos principalmente por hierro (Fe) y cromo (Cr). Para ser considerados inoxidables el contenido de Cr en solución debe ser por lo menos de un 11.5%. Para formar los diferentes aceros inoxidables se adicionan otros elementos de aleación como Ni, Mo, Ti, Nb, por mencionar algunos con el fin de mejorar ciertas propiedades como la ductibilidad, resistencia al impacto, resistencia a la corrosión, al calor, etc [38, 39].

### 2.2.1 Tipos de aceros inoxidables

Existen cinco categorías de aceros inoxidables basadas en su estructura cristalina y en el mecanismo de endurecimiento, dichas categorías son: martensítica, ferrítica, austenítica, dúplex y endurecidos por precipitación. En la tabla 2.1 se observa la composición y propiedades comunes de algunos aceros inoxidables.

**Tabla 2.1 Composiciones y propiedades comunes de aceros inoxidables [40].**

Acero	% C	% Cr	% Ni	Otros	Resistencia a la tensión (MPa)	Resistencia a la fluencia (MPa)	Porcentaje de elongación	Condición
<b>Austenítico</b>								
201	0.15	17	5	6.5% Mn	655	310	40	Recocido
304	0.08	19	10		517	207	30	Recocido
					1275	965	9	Trabajado en frío
304L	0.03	19	10		517	207	30	Recocido
316	0.08	17	12	2.5% Mo	517	207	30	Recocido
321	0.08	18	10	0.4% Ti	586	241	55	Recocido
347	0.08	18	11	0.8% Nb	620	241	50	Recocido
<b>Ferrítico</b>								
430	0.12	17			448	207	22	Recocido
442	0.12	20			517	275	20	Recocido
<b>Martensítico</b>								
416	0.15	13		0.6% Mo	1240	965	18	Templado y revenido
431	0.20	16	2		1380	1035	16	Templado y revenido
440C	1.10	17		0.7% Mo	1965	1895	2	Templado y revenido
<b>Endurecimiento por precipitación</b>								
17-4	0.07	17	4	0.4% Nb	1310	1170	10	Endurecido por envejecimiento
17-7	0.09	17	7	1.0% Al	1655	1585	6	Endurecido por envejecimiento

➤ **Aceros inoxidables martensíticos**

Los aceros inoxidables martensíticos contienen entre 11.5 a 18% de Cr y de 0.1 a 1% de C. Su resistencia a la corrosión la obtiene mediante tratamientos térmicos de temple y revenido a las temperaturas requeridas. Su aplicación está en piezas sometidas a corrosión y con requerimientos de cierta resistencia mecánica, algunos ejemplos de dichas aplicaciones son aletas para turbinas, rodetes de turbinas hidráulicas, fundiciones resistentes a la corrosión, cuchillería, piezas de válvulas, etc. Los aceros inoxidables pertenecientes a este grupo de aceros son los AISI de serie 400 como los 410, 416, 420, 431, entre otros [39].

➤ **Aceros inoxidables ferríticos**

Estos aceros contienen hasta 30% de Cr y menos de 0.12% de C. Tienen buena resistencia y moderada ductilidad derivadas del endurecimiento por solución sólida y por deformación. Su resistencia a la corrosión es muy buena, son ferromagnéticos y no pueden ser sometidos a un tratamiento térmico. [40] Debido a que los aceros ferríticos se pueden deformar fácilmente en frío, se utilizan mucho para estampados profundos de piezas, como recipientes para industrias químicas y alimenticias, y para adornos arquitectónicos o automotrices. Algunos ejemplos de estos aceros son los AISI 405, 430, 442, 446, etc [39].

➤ **Aceros inoxidables dúplex**

Son aquellos aceros formados por un control apropiado de la composición y tratamiento térmico que contiene aproximadamente 50% de ferrita y 50% de austenita. Dicha combinación produce un conjunto de propiedades mecánicas tales como, resistencia a la corrosión, capacidad para la conformación y soldadura [40]. Una aplicación de estos aceros es la fabricación de tanques de almacenamiento para buques de carga [41].

➤ **Aceros inoxidables endurecidos por precipitación**

Estas aleaciones contienen Al, Nb o Ta y sus propiedades se derivan a partir del endurecimiento por solución sólida, deformación, envejecimiento y la reacción martensítica. Para conseguir estos aceros inicialmente se calientan y se templean permitiendo que la austenita se transforme en martensita, seguido de un recalentamiento, el cual permite que se formen precipitados como el  $Ni_3Al$  a partir de la martensita. Se obtienen altas resistencias incluso con un bajo contenido de carbono [40].

### ➤ **Aceros inoxidables austeníticos**

La fase austenítica tiene una estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC) [42]. Por lo general estos aceros contienen entre 8 a 20% de Ni y de 17 a 25% de Cr. Los aceros inoxidables austeníticos tienen excelente ductilidad, capacidad para su conformación y resistencia a la corrosión. No son ferromagnéticos, lo cual es una ventaja para numerosas aplicaciones en la industria química, alimentaria y médica [41]. Estos aceros tienen excelentes propiedades de impacto a baja temperatura porque no tienen temperatura de transición y se puede trabajar fácilmente en caliente o en frío, en el caso del trabajo en frío les proporciona una amplia variedad de propiedades mecánicas [40]. Los aceros de este tipo son los aceros AISI de serie 200 y 300 como AISI 304, 304L, 316, 316L, etc [39].

Los súper aceros son aceros inoxidables con alta resistencia a la corrosión y alto contenido de aleantes como los aceros inoxidables super austeníticos, altamente aleados en Cr y Ni, con una concentración de 4.5 a 7% de Mo y una pequeña concentración de N en disolución. La alta concentración de Ni y N producen que estos aceros presenten una microestructura totalmente austenítica [43].

#### **2.2.2 Acero inoxidable AISI 304**

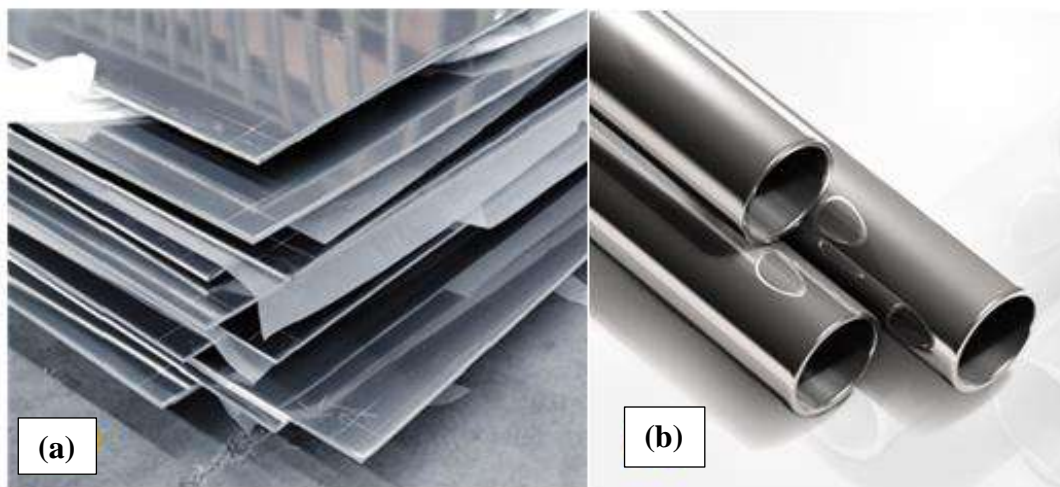
La aleación AISI 304 que contiene 18% de Cr y 8% de Ni (también conocida como aceros inoxidables 18-8) es el grado más representativo de los aceros inoxidables austeníticos. Su temperatura de fusión es de aproximadamente de 1454 °C, no es templable y puede endurecerse por deformación en frío, tiene maquinabilidad regular y posee una buena resistencia a la corrosión atmosférica por lo que es utilizado significativamente en la industria química, alimentaria y médica, así como cubertería, fregaderos, tuberías, equipos lácteos, alimentarios y farmacéuticos, otras aplicaciones comunes son en muelles, tuercas, pernos y tornillos [41, 44].

Un inconveniente que tienen estos aceros es que los iones de cloruro son propensos a formar áreas localizadas de corrosión, llamadas picaduras, las cuales pueden expandirse por debajo de las barreras protectoras de cromo para comprometer las estructuras internas [11].

La composición química de los aceros AISI 304 varía muy poco en ciertos rangos del contenido de algunos elementos que componen la aleación como el Cr y Ni, tal como se muestra en la tabla 2.2, mientras que en la figura 2.3 podemos observar laminas y tubería de aceros inoxidables AISI 304.

**Tabla 2.2 Composición química del acero inoxidable AISI 304 [45].**

Material	% en peso								
	Fe	Cr	Ni	C	Si	Mn	P	N	S
AISI 304	Resto	18-20	8-12	0.08	0.75	2	0.045	0.10	0.03



**Figura 2.3** Acero inoxidable AISI 304 a) laminas y b) tubos [45].

### 2.2.3 Acero inoxidable AL6XN

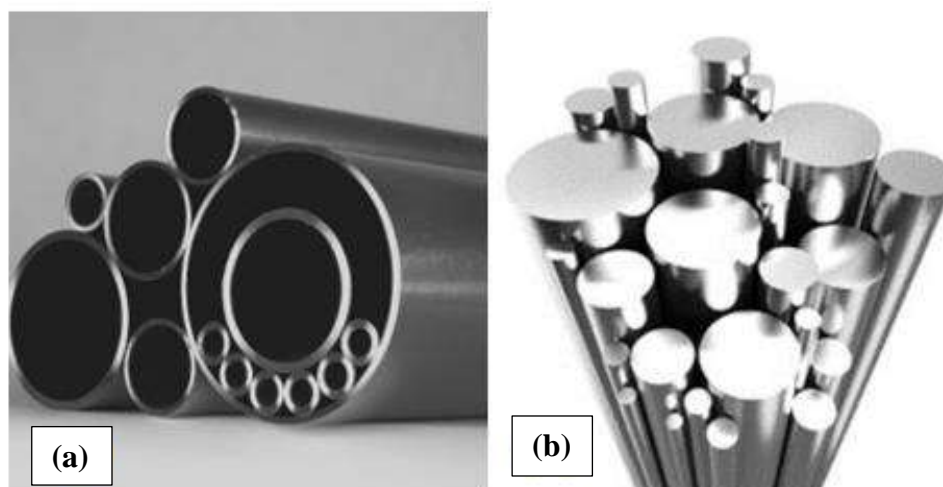
El acero AL6XN es un acero inoxidable súper austenítico con alto contenido de Mo y bajo contenido en C, su punto de fusión se encuentra entre los 1321 a 1393 °C. Es una aleación con excelente resistencia a las picaduras de cloruro, corrosión en grietas y el agrietamiento por corrosión bajo tensión. Originalmente fue diseñada para aplicaciones en agua de mar,

pero al ofrecer un buen rendimiento en diferentes entornos altamente corrosivos, es adecuado para su uso en plantas de blanqueo de celulosa, intercambiadores de calor, recipientes a presión, agitadores y mezcladores, columnas de destilación, enfriador de agua marina en plantas nucleares, entre otras muchas aplicaciones [45, 46].

En la tabla 2.3 se muestra la composición química de la aleación AL6XN, al igual que otras aleaciones podemos observar que presenta rangos de variación en algunos de sus elementos de composición. El acero AL6XN se presenta de diferentes formas como barra redonda o plana, tubo, lámina, placa, brida, alambre, etc. Algunos ejemplos los podemos ver en la figura 2.4.

**Tabla 2.3 Composición química del acero inoxidable AL6XN [45].**

Material	% en peso										
	Fe	Cr	Ni	Mo	Cu	C	N	Mn	Si	P	S
AL6XN	Resto	20-22	23.5-25.5	6-7	0.75	0.03	0.18-0.25	2	1	0.04	0.03

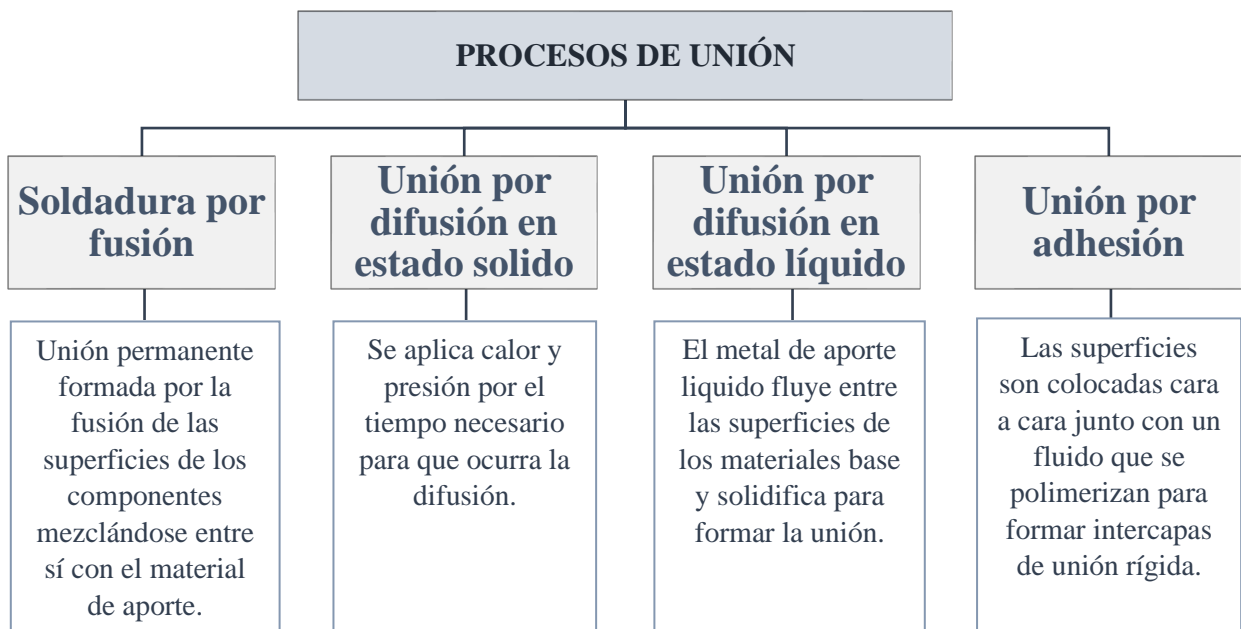


**Figura 2.4** Acero inoxidable AL6XN a) tubos y b) barras [45].



## 2.3 PROCESOS DE UNIÓN

Existe una gran variedad de procesos para uniones entre materiales símiles o disímiles, sin embargo, los utilizados son solo algunos de ellos ya que se eligen para una aplicación específica por factores técnicos y económicos de acuerdo de los materiales a unir, del diseño o de las formas de unión y las condiciones primordiales de servicio [47]. En la figura 2.5 podemos observar un esquema con los principales procesos de unión que son mayormente utilizados en las diferentes aplicaciones.



**Figura 2.5** Principales procesos de unión.

### 2.3.1 Unión por difusión en estado sólido

La unión por difusión en estado sólido une los componentes sin que estos lleguen a la fase líquida. La unión ocurre a elevada temperatura y presión adecuada externa que no genere deformación permanente en los materiales. Este proceso puede ser ejecutado de dos formas, una donde los componentes se unan en contacto directo, es decir, las superficies se encuentran cara a cara y la otra, por medio de una intercapa entre las superficies de los componentes, en este caso la temperatura empleada debe estar igualmente por debajo de la temperatura del líquido de la intercapa.

La unión se da por la difusión de interatómica durante la formación del enlace. Para un sistema ideal, el proceso de unión por difusión consiste en: [39]

- Realizar el contacto entre las superficies.
- Formación de la interfase.
- Interdifusión de los componentes.
- Crecimiento de grano (en algunos sistemas solamente).

Algunas de las ventajas que presenta la unión por difusión en estado sólido es un procedimiento de fabricación simple, no existe fusión del material a unir, ideal para uniones entre materiales símiles o disímiles y potencialmente alta resistencia de unión. Sin embargo, también cuenta con algunas desventajas y limitaciones como restricciones sobre la geometría de unión, uniones solo en muestras relativamente planas, cierta atmosfera y por consiguiente una presión [48, 49].

### **2.3.2 Parámetros experimentales del proceso unión por difusión en estado sólido**

Los parámetros experimentales de este proceso son la temperatura, tiempo, presión, rugosidad de las superficies y la atmosfera en algunos casos. Para obtener un buen proceso de unión por difusión en estado sólido se deben tomar en cuenta cada uno de estos parámetros ya mencionados.

#### **➤ Temperatura**

Este parámetro es de gran importancia ya que su variación en los procesos de activación térmica afecta los procesos cinéticos de unión, la difusión y el crecimiento interfacial, además de que eventualmente todos los mecanismos de unión son sensibles a la temperatura, deformación plástica y difusión. La temperatura requerida para este proceso se encuentra entre 0.6 a 0.95 de  $T_m$  [48].

#### **➤ Tiempo**

El tiempo es un parámetro que va a variar de acuerdo con la composición de los componentes del sistema y al parámetro de temperatura, debido a que cuando el tiempo es prolongado o la

temperatura es muy alta, la reacción química puede progresar en las interfases de algunos sistemas y traer como consecuencia cierta influencia en la calidad de la unión en ambas superficies de los componentes de unión [48].

➤ **Rugosidad de las superficies**

La preparación de la superficie de unión también es un parámetro muy importante ya que debe ser lo más plana posible para un mejor y mayor contacto entre ellos y los componentes de la unión. Este parámetro nos aporta una superficie libre de contaminantes que pueda inhibir la unión. Es necesario asegurarse que exista una uniformidad macroscópica entre las superficies de los componentes a unir, esto para evitar la limitación del contacto entre ellos [48].

➤ **Atmósfera**

Se debe tener cuidado en el medio donde se realice el proceso de unión ya que este puede tener cierta afectación en la superficie de los componentes a unir. En el caso de trabajar con el medio ambiente se debe lidiar con la humedad como variable, ya que este medio afecta la química de la superficie de los componentes a ser unidos y por lo tanto la influencia ejercida desde un principio en el proceso de unión consiste en la conversión de superficies a interfases. Es recomendable trabajar en un ambiente de gas inerte como Ar, He, N<sub>2</sub> para evitar películas de oxidación y obtener uniones más limpias [48].

### **2.3.3 Tipos de unión**

Son cinco los tipos de uniones básicas para unir dos piezas. Dichas uniones son a tope, tipo T, de esquina, traslape y borde, las cuales son definidas a continuación y se muestran de forma gráfica en la figura 2.6 [39].

**a) Unión a tope**

Este tipo de unión está unida por sus bordes y ambos componentes se encuentran en el mismo plano.

**b) Unión de esquina**

Las dos partes de esta unión forman un ángulo recto, siendo así la esquina del ángulo la zona de unión.

**c) Unión de traslape**

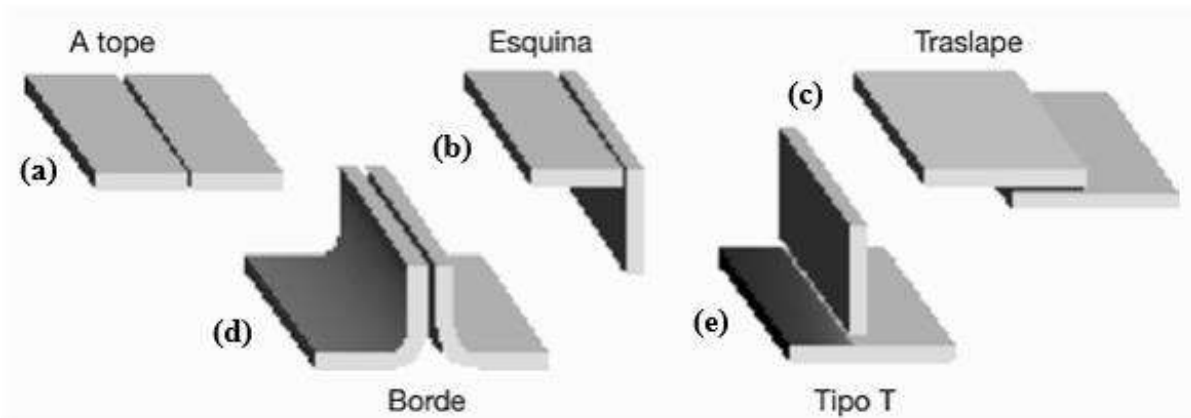
En esta unión los componentes se superponen uno sobre el otro.

**d) Unión de borde**

Las dos partes de este tipo de unión están paralelas con uno de sus bordes en común, en tal borde en común es donde se realiza la unión.

**e) Unión tipo T**

En la unión tipo T uno de los componentes es perpendicular al otro, de tal forma que es muy parecido a una letra T.



**Figura 2.6** Tipos de uniones básicas (a) unión a tope, (b) unión de esquina, (c) unión de traslape, (d) unión de borde y (e) unión tipo T [39].

## 2.4 MECANISMO DE DIFUSIÓN

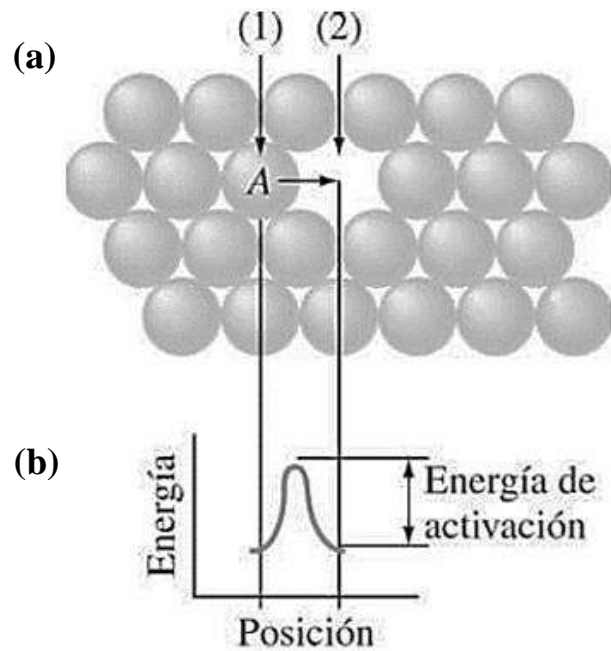
La difusión se define como el mecanismo por el cual la materia se transporta a través de la materia. Los átomos en los gases, líquidos y sólidos están en constante movimiento y emigran después de un periodo. El movimiento atómico en los sólidos está limitado por su enlace con posiciones de equilibrio. Sin embargo, las vibraciones térmicas que tienen lugar en los sólidos permiten que algunos átomos se muevan. Para que un proceso de difusión tenga lugar es necesaria la activación térmica. La difusión de los átomos en los metales y aleaciones es particularmente importante, ya que, en su mayoría, las reacciones en estado sólido conllevan movimientos atómicos [50].

Para que un átomo tenga movimiento y se pueda desplazar debe haber un sitio adyacente vacío y el átomo debe tener la energía suficiente para romper los enlaces con átomos vecinos. El desplazamiento de los átomos produce distorsión en la red que corresponde a la energía de naturaleza vibracional, a cierta temperatura una fracción mínima de átomos son capaces de difundir gracias a la magnitud de su energía de vibración [51].

Los dos principales mecanismos de difusión que existen son el mecanismo de difusión sustitucional o por vacantes y el mecanismo de difusión intersticial.

#### **2.4.1 Mecanismo de difusión sustitucional o por vacantes**

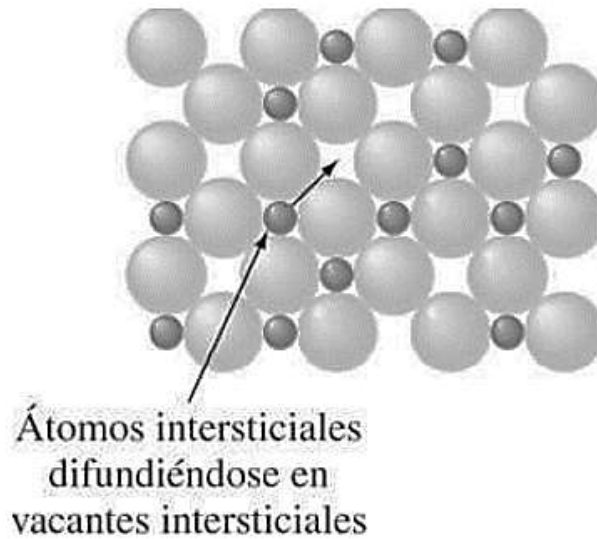
El mecanismo de difusión sustitucional consiste en el movimiento de los átomos en la red cristalina de una posición atómica a otra, si estos tienen suficiente energía de activación procedente de sus vibraciones térmicas y si existen vacantes u otros defectos cristalinos en la red hacia las que los átomos puedan desplazarse. Las vacantes en los metales y aleaciones son defectos en equilibrio, y por ello siempre hay algunas presentes que facilitan la difusión sustitucional de los átomos. Cuando se aumenta la temperatura del metal, hay más vacantes y más energía térmica disponible y por consecuencia la velocidad de difusión es superior a temperaturas más elevadas [50]. En la figura 2.7 se muestra un ejemplo de este mecanismo de difusión donde en (a) observamos la difusión del átomo A de la posición 1 a la posición 2 donde hay una vacancia y en (b) se observa la energía de activación requerida para el desplazamiento del átomo A.



**Figura 2.7** Representación esquemática del mecanismo de difusión sustitucional (a) y su energía de activación (b) [50].

#### 2.4.2 Mecanismo de difusión intersticial

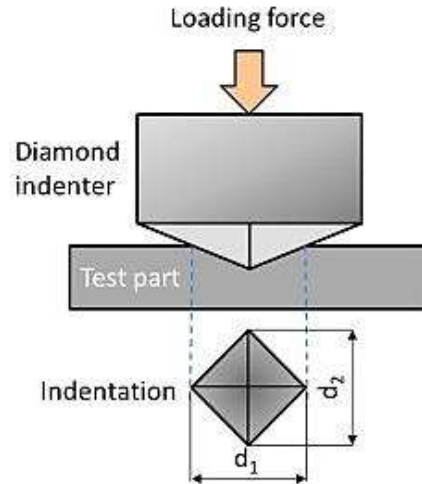
Este mecanismo de difusión se da por el desplazamiento de átomos desde una posición intersticial a un intersticio vecino que se encuentre vacío. Se genera para la interdifusión de impurezas con átomos lo suficientemente pequeños como para caber en las posiciones intersticiales, dichas impurezas podrían ser H, C, N y O [51]. Se puede observar el mecanismo de difusión intersticial de manera esquemática en la figura 2.8 que se muestra a continuación.



**Figura 2.8** Representación esquemática del mecanismo de difusión intersticial [50].

## 2.5 MICRODUREZA

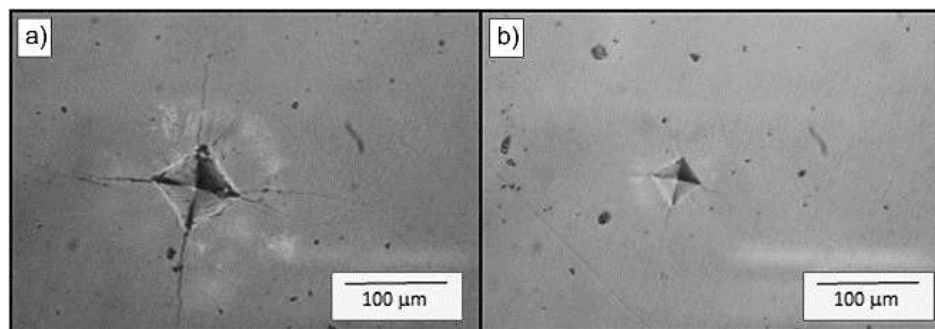
La microdureza es un método que mide la resistencia de un material a la deformación plástica o a la penetración de un indentador. La huella producida por este método es tan pequeña que se observa con la ayuda de un microscopio óptico para ser medida y cuantificada. El método que se utiliza para las pruebas es la microdureza Vickers HV, la cual es definida como la relación entre la fuerza ( $F$ ) que actúa sobre el indentador de diamante en forma de pirámide regular de cuatro lados y la superficie de la indentación, como se observa en la figura 2.9 [52].



**Figura 2.9** Representación esquemática de la microdureza Vickers HV [52].

El indente está hecho de un diamante en forma de pirámide regular de cuatro lados con un ángulo en la parte superior de  $136^{\circ} \pm 0.5^{\circ}$ . Los lados del penetrador deben estar debidamente maquinados e inclinados uniformemente hacia el eje de modo que la línea de conexión entre los lados opuestos no supere los 0.002 mm. La magnitud de la fuerza de indentación depende del tipo y espesor del material [52].

En la figura 2.10 se muestra en (a) el daño que provoca una carga muy alta ya que promueve la formación de grietas en las esquinas de la indentación, lo que conduce a resultados incorrectos. Por el contrario, las cargas más bajas producen muescas más pequeñas y difíciles de medir, pero el riesgo de agrietamiento es significativamente menor, como se observa en (b).

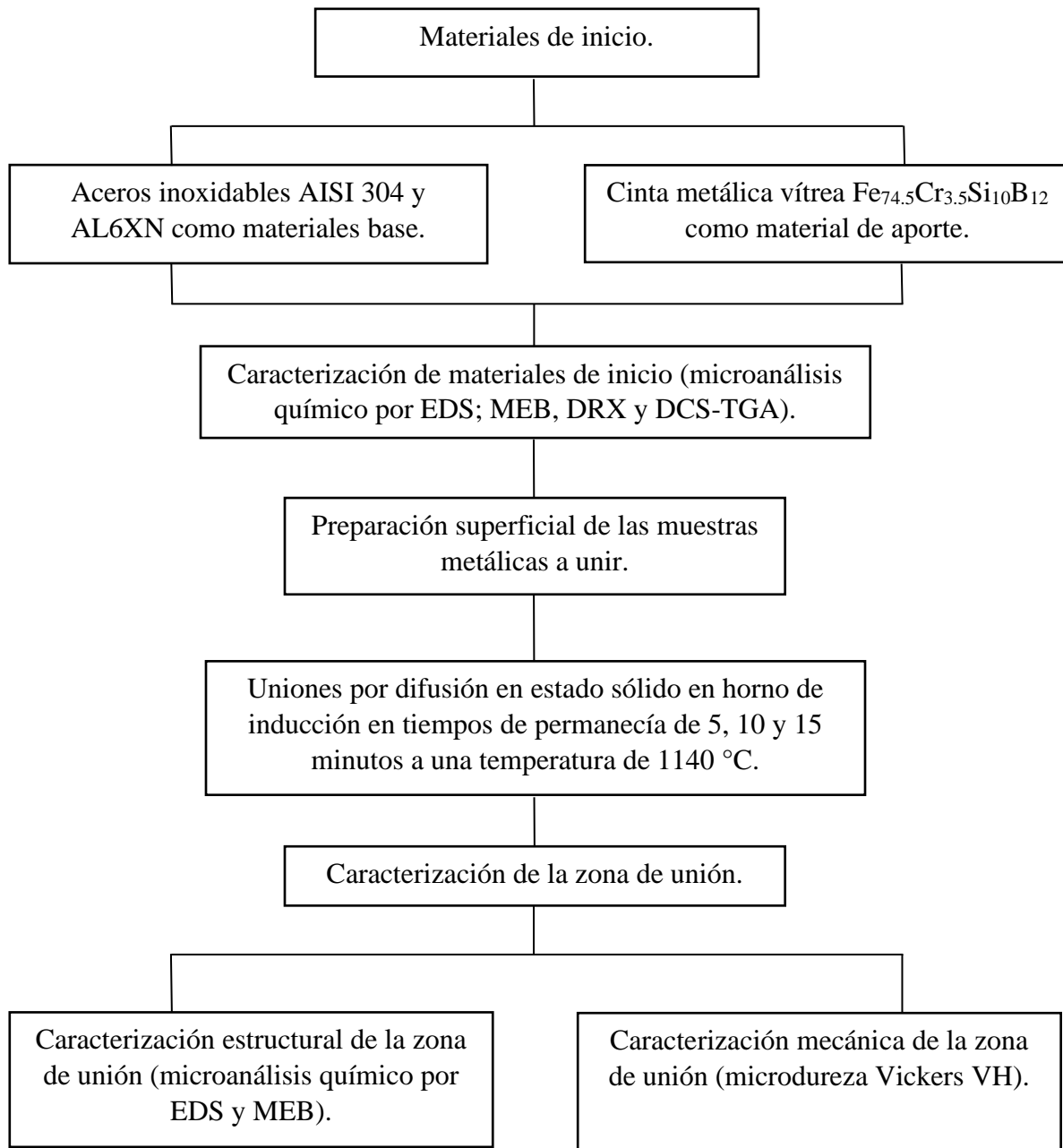


**Figura 2.10** Huellas realizadas por el indente a cargas (a) altas y (b) bajas [52].



### CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La metodología realizada para la elaboración del presente trabajo de investigación se describe en el diagrama de la Figura 3.1. Donde inicialmente se trabajó con los materiales de inicio en preparación y caracterización de estos, seguido de la unión por difusión a diferentes tiempos de permanencia para finalmente caracterizar las zonas de unión estructural, y mecánicamente.



**Figura 3.1** Diagrama de flujo del desarrollo experimental a trabajar.

### 3.1 Material de inicio

Los materiales utilizados en el presente trabajo fueron los aceros inoxidable AISI 304 y AL6XN como materiales base y una cinta metálica vítrea base Fe como material de aporte. En la siguiente tabla 3.1 se muestra la composición química de los materiales de inicio.

**Tabla 3.1 Composición química de los materiales de inicio.**

Material	% atómico											
	Fe	Cr	Ni	Mo	Cu	C	N	Si	Mn	P	B	S
Cinta base Fe	74.5	3.5	--	--	--	--	--	10	--	--	12	--
	% en peso											
AISI 304	Resto	18-20	8-12	--	--	0.08	0.10	0.75	2	0.045	--	0.03
AL6XN	Resto	20-22	23.5-25.5	6-7	0.75	0.03	0.18-0.25	1	2	0.04	--	0.03

### 3.2 Caracterización de materiales de inicio

Inicialmente se llevó a cabo la caracterización de los materiales de inicio AISI 304/AL6XN y la cinta metálica vítrea base Fe, mediante microscopía electrónica de barrido se tomaron imágenes de su forma estructural y se realizó microanálisis químico para corroborar su composición química. Para la cinta metálica se elaboró adicionalmente un análisis térmico diferencial con la finalidad de fijar la temperatura de unión y cristalización de la cinta, así mismo se empleó un análisis de difracción de rayos X con el fin de comprobar el grado de amorficidad o cristalinidad.

#### 3.2.1 Microanálisis químico

Las muestras utilizadas en este análisis fueron previamente encapsuladas en resina epóxica con una relación resina:endurecedor de 50:1 para más tarde ser preparadas por medio de metalografía, haciendo desbaste con lijas de carburo de silicio (SiC) a diferentes granulometrías, pulido con pasta de diamante de 6, 3 y 1  $\mu\text{m}$  y ataque químico con gliceregia

(15 mL HCl + 5 mL HNO<sub>3</sub> + 10 mL C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>(OH)<sub>3</sub>) y electroquímica (10% ácido oxálico + 90% agua) esto para revelar la microestructura de las muestras. Como ya se mencionó el microanálisis químico se llevó a cabo mediante un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7600F mostrado en la figura 3.2, en el cual, se tomaron imágenes a diferentes resoluciones para analizar la estructura y fases que componen los materiales de inicio, seguido del microanálisis químico para posteriormente corroborar la composición del material.



**Figura 3.2** Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7600F.

### **3.2.2 Análisis térmico diferencial (DTA)**

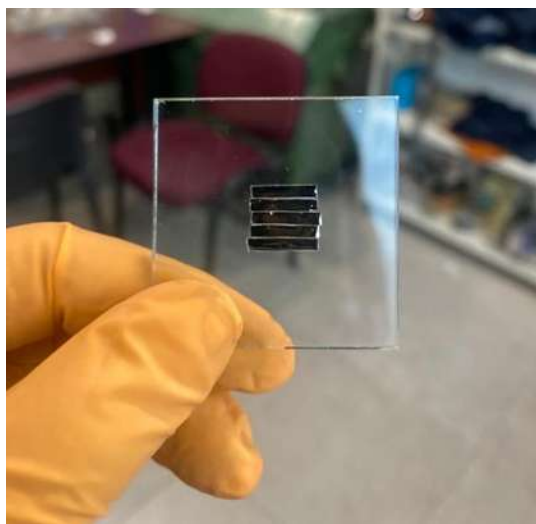
La cinta metálica vítrea base Fe se sometió a un análisis térmico diferencial con el fin de conocer su temperatura de cristalización y fusión, características determinantes para establecer la temperatura de unión de los materiales base, dicho análisis se llevó a cabo en un equipo SDT Q600 (figura 3.3) en el que se analizó una muestra de cinta metálica de 31.7490 mg.



**Figura 3.3** Equipo DSC-TGA modelo SDT Q600.

### **3.2.3 Difracción de rayos X (DRX)**

La cinta metálica base Fe se analizó además por DRX para conocer su grado de amorficidad, la muestra se preparó colocando cintas de 1 cm de largo acomodadas en 1 cm<sup>2</sup> sobre un porta muestras pegadas con cinta de doble cara como se observa en la figura 3.4. La prueba fue ejecutada en un difractómetro de rayos X D8 ADVANCE DAVINCI (figura 3.5) empleando una lampara de Cu con una  $\lambda=1.5406$  A, bajo condiciones de barrido de 10 a 90° con un tamaño de paso de 0.02° y tiempos por paso de 0.6 segundos.



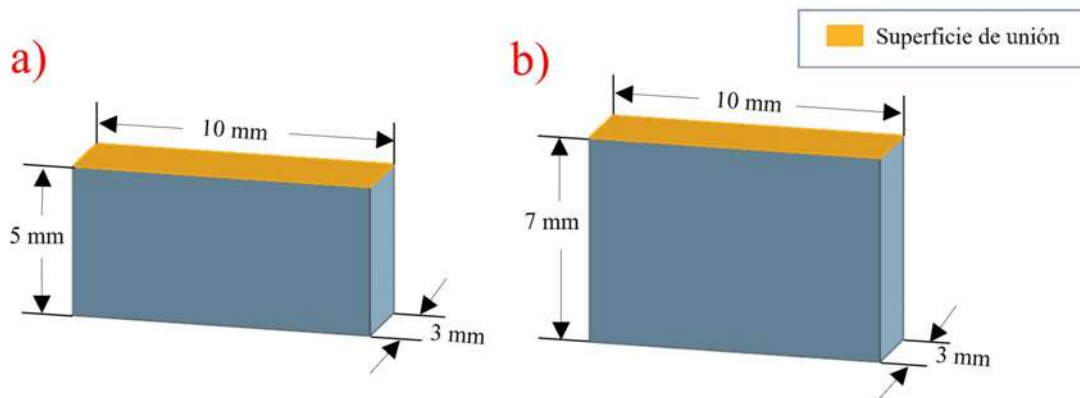
**Figura 3.4** Acomodo de las cintas en el porta muestras.



**Figura 3.5** Difractómetro de rayos X D8 ADVANCE DAVINCI.

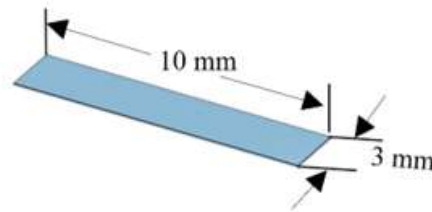
### **3.3 Preparación superficial de las muestras metálicas a unir**

La preparación de los materiales base partió inicialmente de dos placas de acero inoxidable AISI 304 y AL6XN, en el caso del acero AISI 304 la placa con espesor de 3 mm se cortó en barras de 5 mm a las que posteriormente se le hicieron cortes cada 10 mm, mientras que para el acero AL6XN la placa de espesor de 7 mm se cortó en barras de 3 mm para en seguida ser cortadas igual que en la anterior cada 10 mm, esto para que las muestras de unión quedaran de las medidas mostradas en la figura 3.6. Una vez cortadas las muestras se prepararon las superficies de unión (cara de dimensiones de 10 mm × 3 mm) por medio de desbaste con agua y lijas de SiC de 320, 400, 600, 800, 1000 y 1200. Por último, fueron limpiadas con acetona.



**Figura 3.6** Representación esquemática de las muestras de acero inoxidable a) AISI 304 y b) AL6XN con las dimensiones correspondientes.

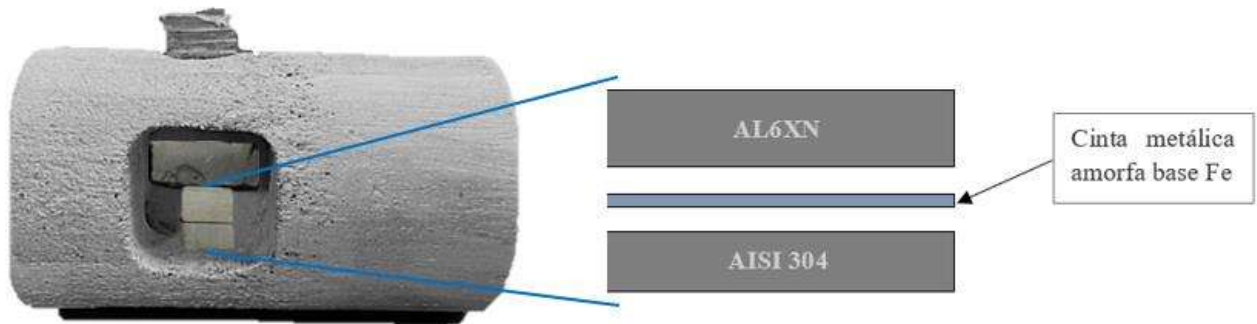
Para la preparación de la cinta metálica vítrea base Fe de 3 mm de ancho solo se cortaron cada 10 mm de largo para obtener las dimensiones que se muestran en la figura 3.7 y finalmente se limpiaron de la misma manera que las muestras anteriores con acetona.



**Figura 3.7** Representación esquemática de las dimensiones de la cinta metálica base Fe.

### 3.4 Uniones por difusión en estado sólido

Las uniones se llevaron a cabo en dados de grafito recubiertos por nitruro de boro (BN) en polvo con la finalidad de retardar el desgaste que sufre el dado a altas temperaturas y eliminar el contacto directo de las piezas con el grafito. Para montar las piezas a unir, se prepararon ensambles tipo sándwich colocando las piezas de acero inoxidable en los extremos con las caras previamente preparadas dirigidas al centro donde se colocó la cinta, en la figura 3.8 se observar el arreglo de las muestras ya montadas en el dado de grafito.



**Figura 3.8** Dado de grafito con arreglo de muestras a unir AL6XN/cinta/AISI 304.

Los experimentos de unión se realizaron mediante calentamiento por inducción en un equipo Induction Heating Machine (figura 3.10) con una bobina de cobre refrigerada por circulación de agua. La bobina se colocó alrededor del dado de grafito de tal manera que las muestras a unir quedaran cubiertas por la bobina para poderles inducir el aporte calórico. La temperatura se monitoreó por medio de un termómetro infrarrojo digital de la marca CEM modelo DT-8869 (figura 3.9), el cual con ayuda del software y el termopar tipo K registró el ritmo de calentamiento, tiempo de permanencia y ritmo de enfriamiento.



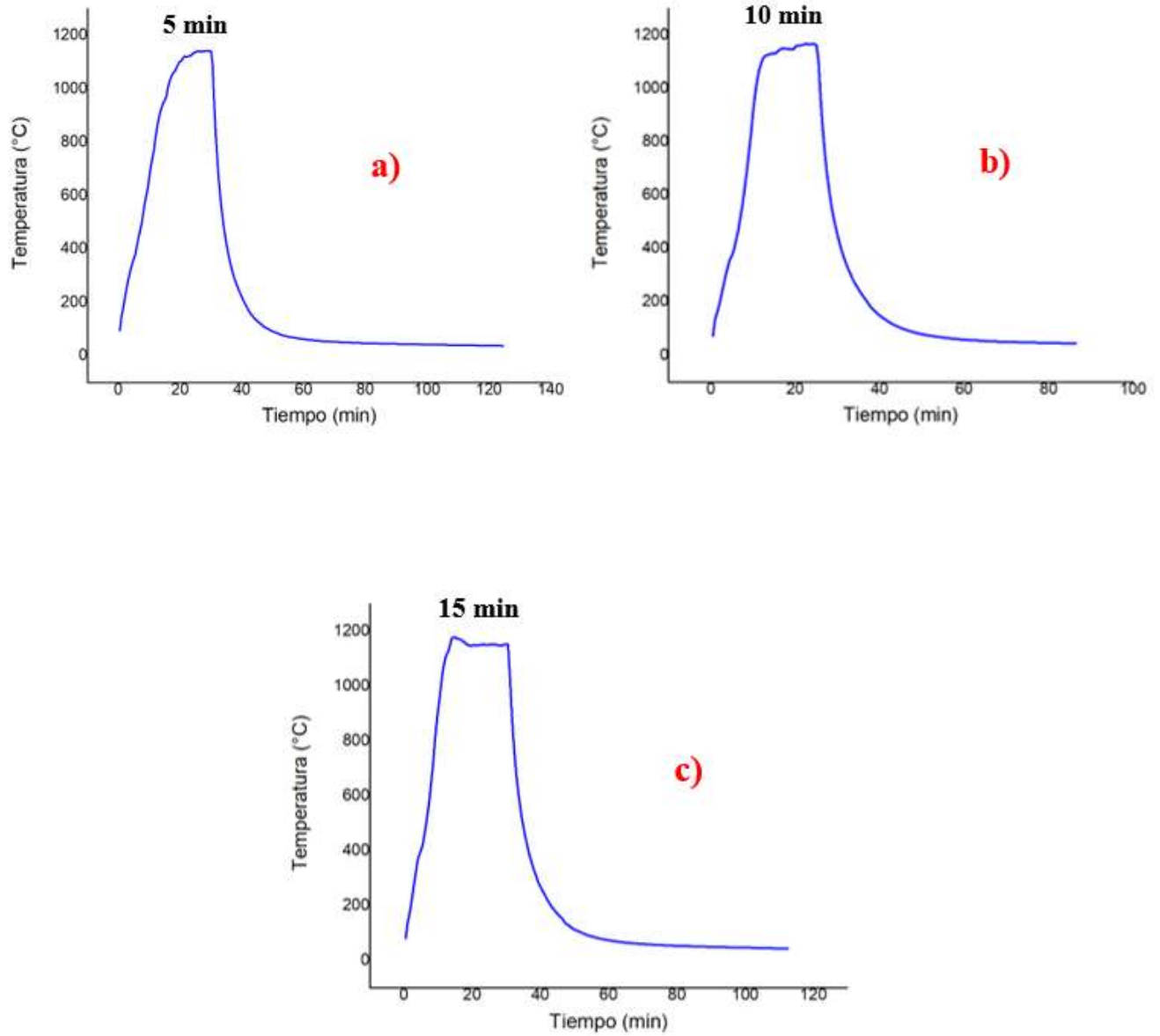
**Figura 3.9** Termómetro infrarrojo digital de la marca CEM modelo DT-8869.



**Figura 3.10** Horno de inducción Induction Heating Machine.

Los tiempos de permanencia que se trabajaron fueron 5, 10 y 15 minutos a 1140 °C para su posterior análisis estructural y mecánico del efecto que generó esta variación en la zona de unión. Inicialmente el calentamiento comenzó a temperatura ambiente con el encendido del equipo marcando 0 kW, inmediatamente se fue incrementando de a poco hasta alcanzar los 1140 °C donde se mantuvo constante durante cada uno de los tiempos de permanencia para posteriormente continuar con el enfriamiento nuevamente a temperatura ambiente y poder desmontar y extraer las uniones fabricadas. La figura 3.11 muestra las gráficas de las rampas de calentamiento de las uniones en los tres tiempos de permanencia.





**Figura 3.11** Gráficas de calentamiento de unión en los tres tiempos de permanencia a) 5 min, b) 10 min y c) 15 min.

### 3.5 Caracterización de la zona de unión

Para la caracterización de la zona de unión se cortaron transversalmente las uniones fabricadas, por medio de una cortadora de hilo. Una vez cortadas las piezas fueron encapsuladas en resina epóxica con una relación resina:endurecedor de 50:1 (figura 3.12) para facilitar el proceso de metalografía, la cual, nuevamente se llevó a cabo mediante desbaste con lijas de SiC de granulometría 320, 400, 600, 800, 1000 y 1200 lubricado con agua, finalmente para la etapa del pulido se utilizó pasta de diamante de 6, 3 y 1  $\mu\text{m}$ .



**Figura 3.12** Encapsulamiento de las uniones cortadas transversalmente en los tres tiempos de permanencia.

#### 3.5.1 Caracterización estructural

En el caso de la caracterización estructural se realizó ataque químico nuevamente con glyceregia para revelar la microestructura de las muestras y poder realizar microanálisis químico en el microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7600F, donde además se tomaron imágenes a diferentes resoluciones y se realizó un mapeo para analizar la difusión y nuevas fases formadas en la zona de unión.

### 3.5.2 Caracterización mecánica

Para la caracterización mecánica de la zona de unión se realizó una prueba de microdureza en un microdurómetro Vickers Mitotuyo modelo UnitHM-200 mostrado en la figura 3.13. Las muestras fueron cargadas de forma transversal a la unión para obtener no solo datos de la zona de unión sino también de los extremos y poder conocer el cambio de dureza.



**Figura 3.13** Microdurómetro Vickers Mitotuyo modelo UnitHM-200.

## CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente capítulo se muestran los resultados experimentales de las uniones realizadas, iniciando con la caracterización de los materiales de inicio (cinta metálica vítrea base Fe y aceros inoxidable AL6XN y AISI 304) posteriormente se muestra la caracterización interfacial de las posibles fases formadas en la zona de unión y finalmente se presentan resultados de la caracterización mecánica evaluada por microdureza.

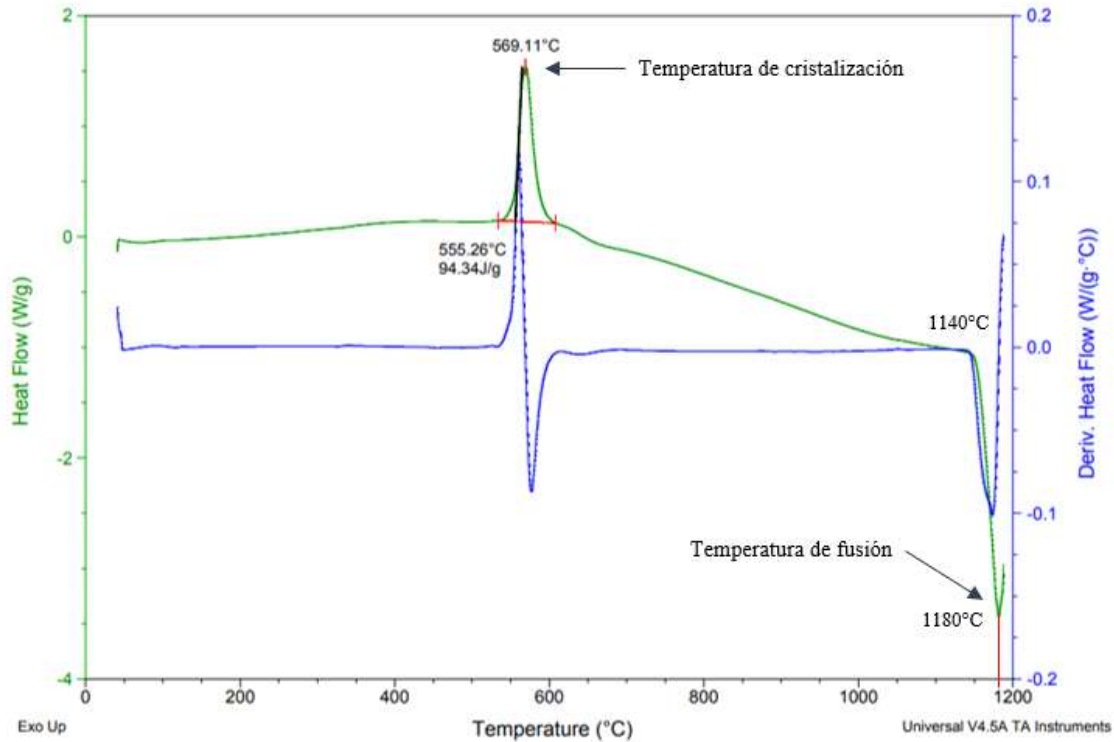
### 4.1 Caracterización de los materiales de inicio

Los materiales utilizados en la unión fueron sometidos con anterioridad a diferentes pruebas, con el fin de conocer y corroborar en un inicio las características principales de cada uno de los materiales. Los materiales base utilizados fueron los aceros inoxidable AISI 304 y AL6XN y el material de aporte fue la cinta metálica vítrea  $\text{Fe}_{74.5}\text{Cr}_{3.5}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}$ .

#### 4.1.1 Cinta metálica vítrea $\text{Fe}_{74.5}\text{Cr}_{3.5}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}$

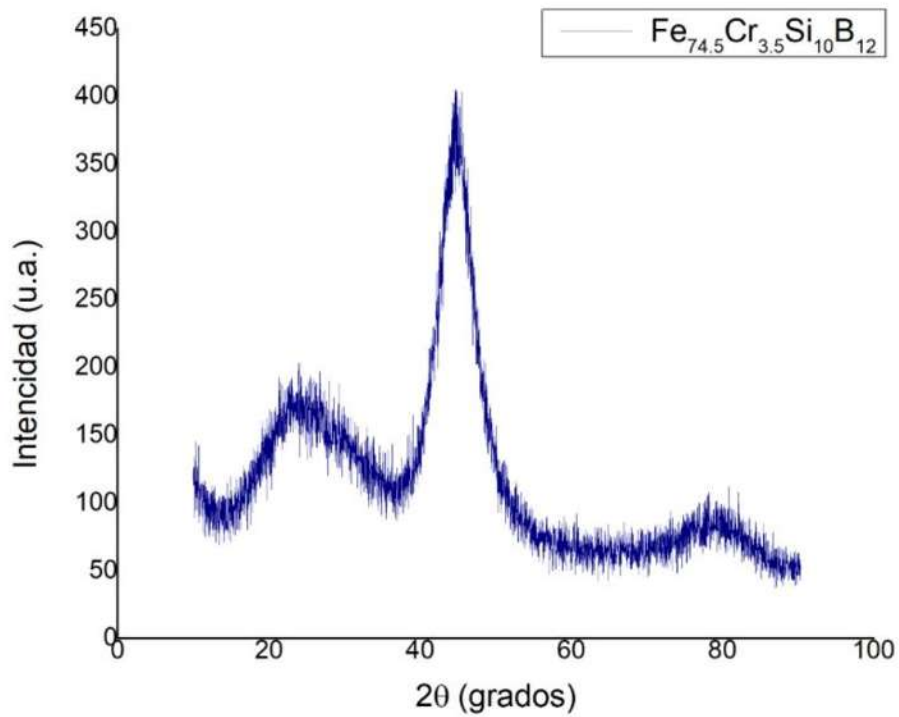
Inicialmente a la cinta metálica vítrea ( $\text{Fe}_{74.5}\text{Cr}_{3.5}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}$ ) se le realizó una prueba de análisis térmico diferencial (DTA) para definir la temperatura de unión de los materiales base, dicha temperatura se aplicó en todas las uniones. La figura 4.1 muestra el DTA de la cinta metálica vítrea base Fe.

De acuerdo con los resultados obtenidos en la prueba de DTA se observa claramente un pico exotérmico en  $569.11^{\circ}\text{C}$ , lo cual indica que la cinta metálica base Fe tiene una temperatura de cristalización de  $569.11^{\circ}\text{C}$ , enseguida se registran dos picos endotérmicos en  $1140^{\circ}\text{C}$  y  $1180^{\circ}\text{C}$ . Esta última temperatura es la temperatura de fusión de la cinta, en la cual se transforma a estado líquido. Debido a que las uniones se realizarían por difusión en estado sólido se optó por trabajar con una temperatura de unión de  $1140^{\circ}\text{C}$ .



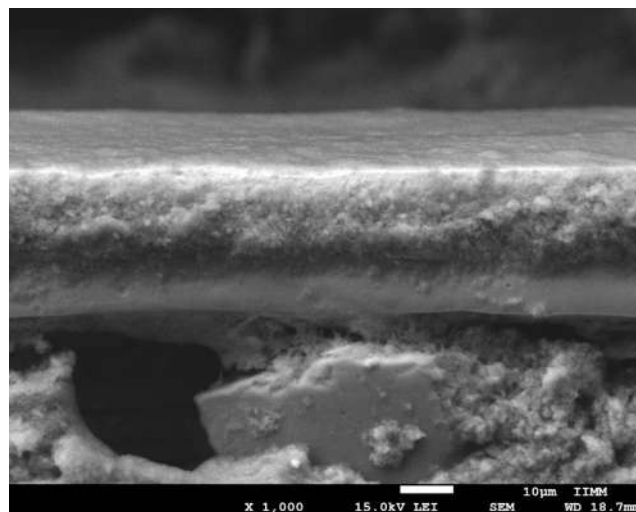
**Figura 4.1** Análisis térmico diferencial de la cinta metálica vítrea  $\text{Fe}_{74.5}\text{Cr}_{3.5}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}$ .

Posteriormente se realizó un análisis de difracción de rayos x en la superficie de la cinta metálica vítrea, con la finalidad de corroborar su amorficidad. Los resultados obtenidos confirmaron que la cinta pertenece a un material amorfo ya que el difractograma elaborado con los datos de esta prueba, muestra una curva característica de los materiales amorfos. Además de que la elevación de la curva más marcada, posicionada entre los 40 y 50 grados indica el ordenamiento de corto alcance que tiene la cinta. Zhang y colaboradores [9] reportaron la misma curva ubicada entre los 40 y 50 grados obtenida del estudio de una cinta metálica Fe-Si-B. En la figura 4.2 se muestra el patrón de difracción de la cinta  $\text{Fe}_{74.5}\text{Cr}_{3.5}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}$ , donde se observan curvas difusas que indican la ausencia de planos cristalográficos.



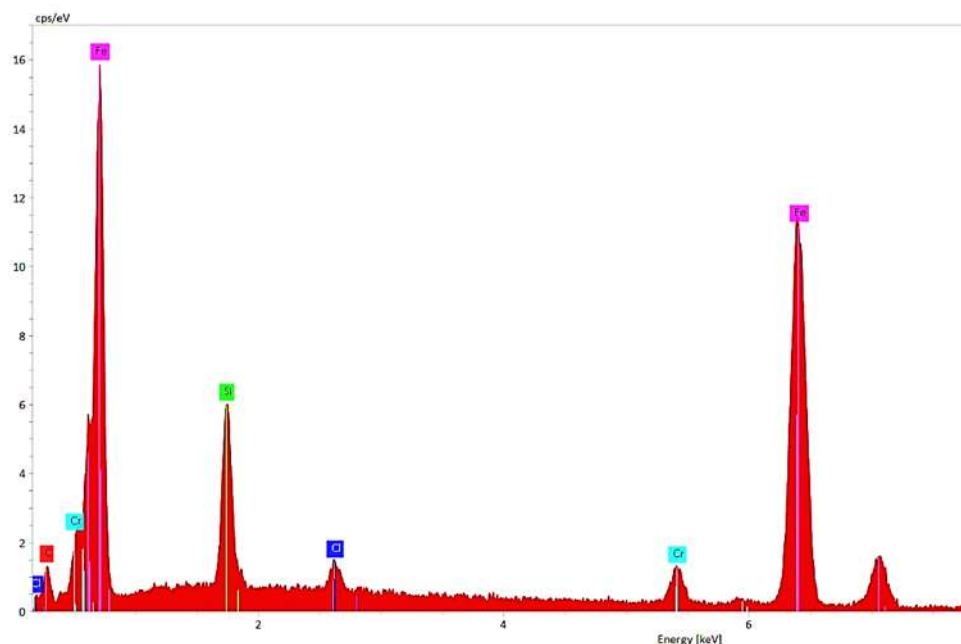
**Figura 4.2** Difractograma de la cinta metálica vítrea, mostrando un patrón típico de los líquidos.

Por último, la cinta metálica vítrea se caracterizó por microanálisis químico de elementos mediante la técnica EDS, además de tomar una imagen del espesor de la cinta mostrada en la figura 4.3 área que se tomó para el microanálisis químico.



**Figura 4.3** Micrografía del espesor de la cinta metálica vítrea base Fe.

En la figura 4.4 se observa el espectro EDS que muestra los elementos presentes en la muestra analizada, donde se encuentran el Fe y Si en mayores cantidades, seguidos del Cr y C, además, se encontró la presencia de Cl, elemento incorporado durante el ataque químico realizado con anterioridad. Por otro lado, en la tabla 4.1 se muestra la composición química que conforma la cinta metálica vítrea, donde se hace una comparación en porcentaje atómico de los elementos presentes que se conocían y los obtenidos en el análisis realizado. Esta comparación muestra claramente que existe una variación en su composición ya que en los resultados obtenidos se tiene 5.84 de C y no se detectó la presencia de B, cuando esto sucede y no se cuantifica un elemento normalmente es porque se encuentra en muy pequeñas cantidades.



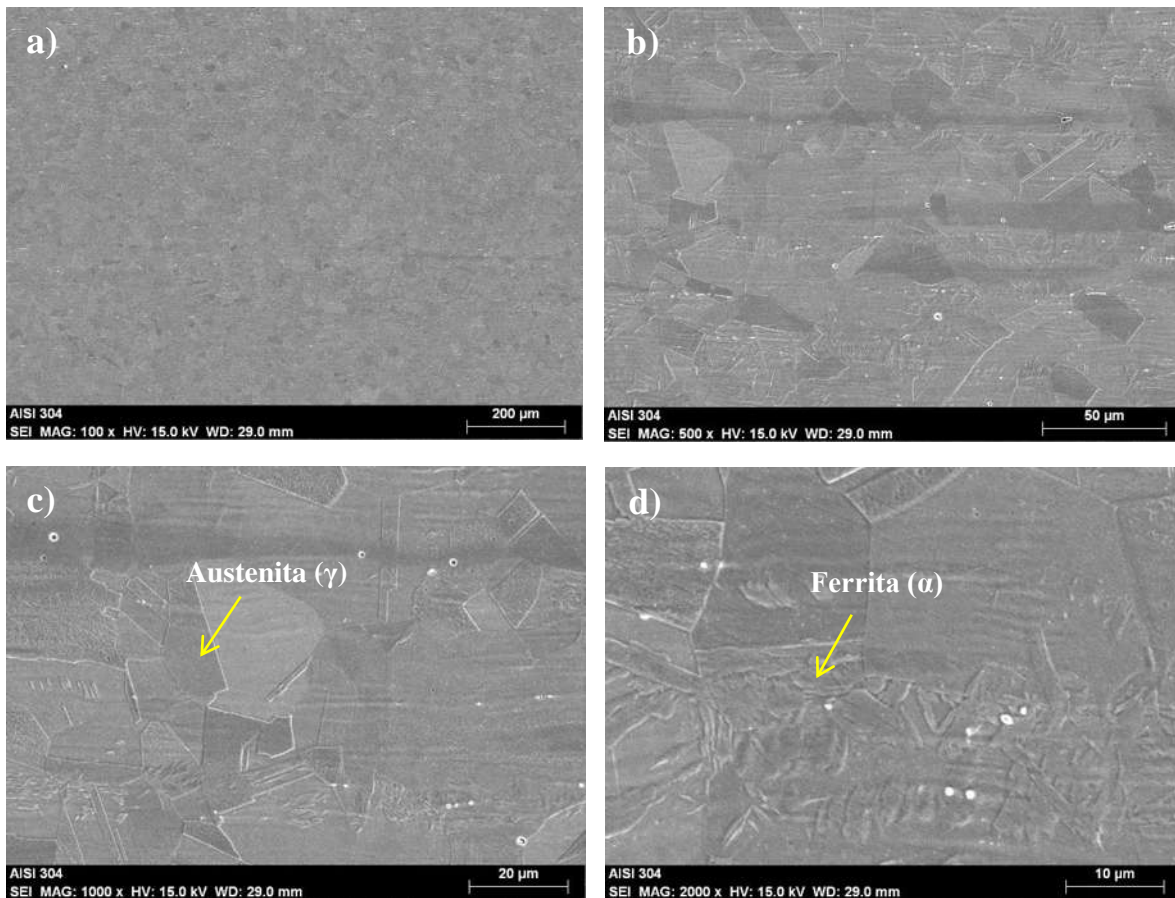
**Figura 4.4** Espectro EDS del microanálisis químico de la cinta metálica vítrea.

**Tabla 4.1** Composición química de la cinta metálica vítrea.

Material	% atómico				
	Fe	Cr	C	Si	B
Cinta base Fe	74.5	3.5	--	10	12
	78.2	4.41	5.84	11.53	--

### 4.1.2 Acero inoxidable austenítico AISI 304

Se realizó metalografía y ataque químico con glyceregia y electroquímica para revelar así la estructura del acero inoxidable AISI 304 con el propósito de observar su estructura austenítica por medio del microscopio electrónico de barrido (MEB) a diferentes resoluciones, como se muestra en la figura 4.5. Sin embargo, en este tipo de aceros no solo se observa la fase austenítica sino también cierto contenido de ferrita.

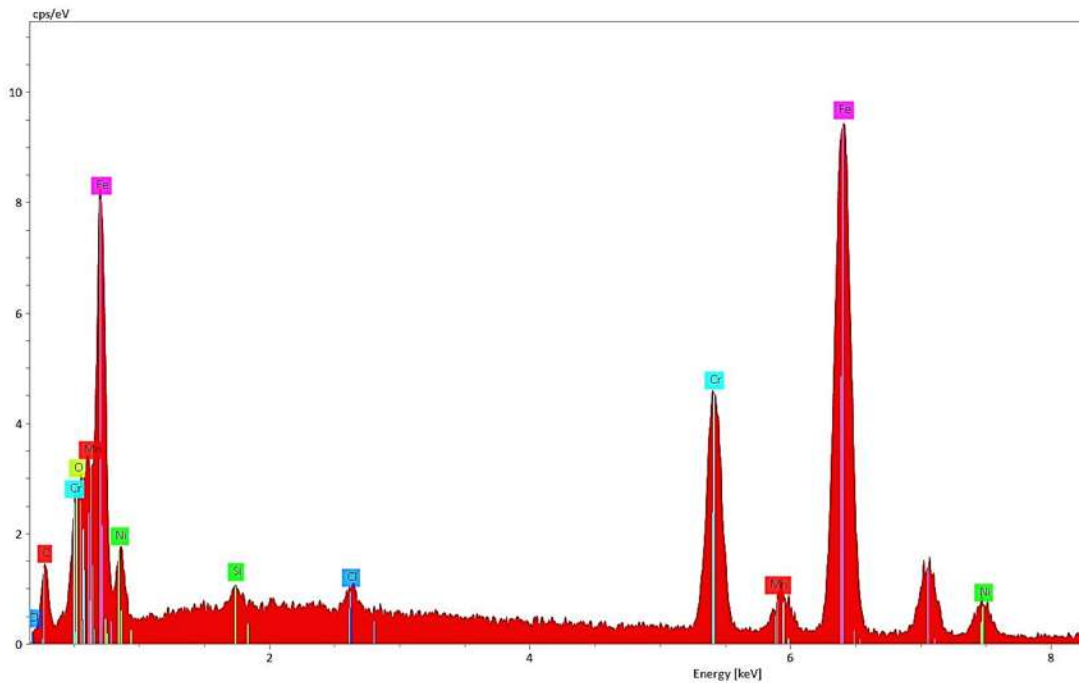


**Figura 4.5** Micrografía del acero inoxidable austenítico AISI 304 (a) 100X, (b) 500X, (c) 1000X y (d) 2000X.

Así mismo se realizó microanálisis químico de elementos, con la finalidad de corroborar los elementos que conforman el acero AISI 304, los resultados obtenidos se presentan en el espectro EDS de la figura 4.6, aquí también se detectaron impurezas de Cl y O integrados



durante el proceso del ataque químico. El Fe y Cr se localiza en mayor proporción, seguidos del Mn, Ni y C.



**Figura 4.6** Espectro EDS del microanálisis químico del acero inoxidable austenítico AISI 304.

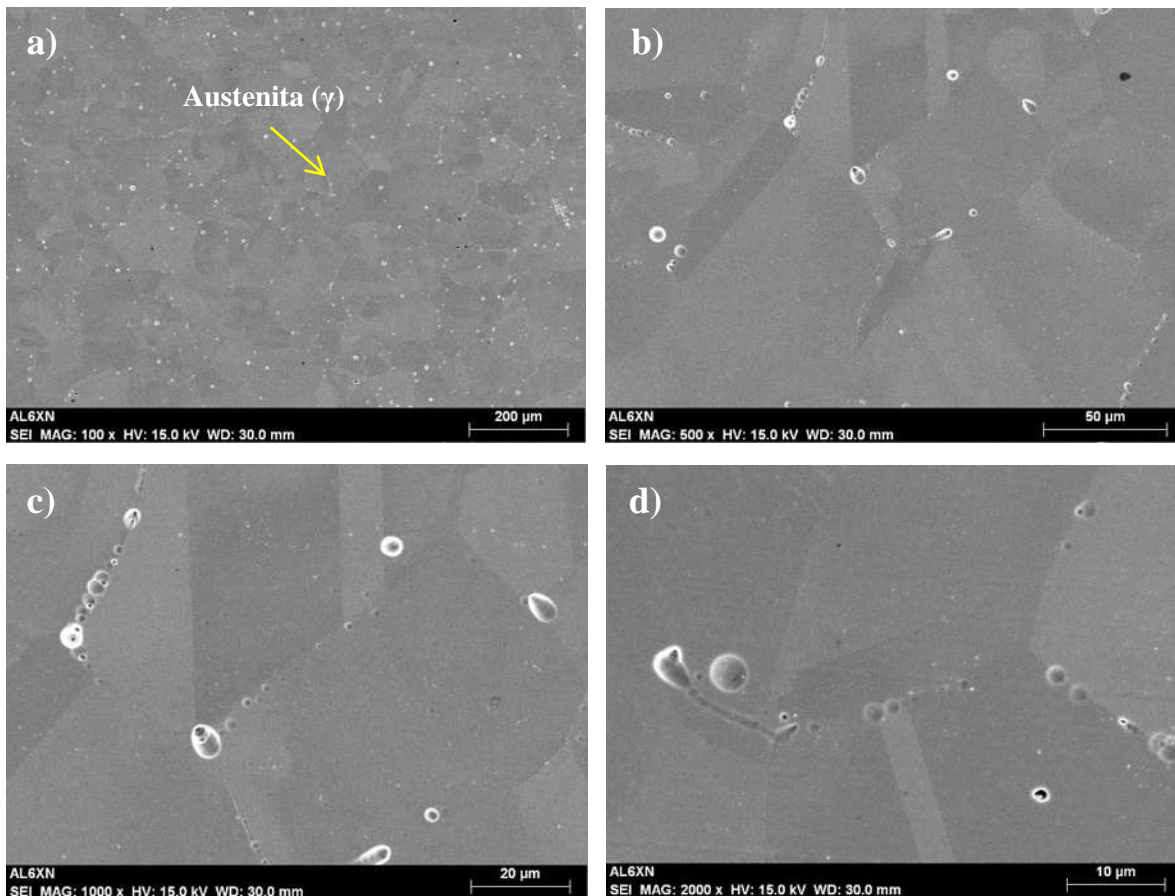
En la tabla 4.2 se hace igualmente una comparación de la composición química del acero inoxidable AISI 304, de acuerdo con la composición que maneja American Special Metals [45] y los resultados obtenidos en este análisis, se tienen algunas variaciones en su composición como menor cantidad de Cr, Ni, Si y Mn, además de que los elementos de menor cantidad en la aleación como el N, P y S no se cuantificaron en el espectro.

**Tabla 4.2** Composición química del acero inoxidable austenítico AISI 304.

Material	% en peso								
	Fe	Cr	Ni	C	N	Si	Mn	P	S
AISI 304	Resto	18-20	8-12	0.08	0.10	0.75	2	0.045	0.03
	59.88	16.67	6.38	1.47	--	0.46	0.93	--	--

### 4.1.3 Acero inoxidable súper austenítico AL6XN

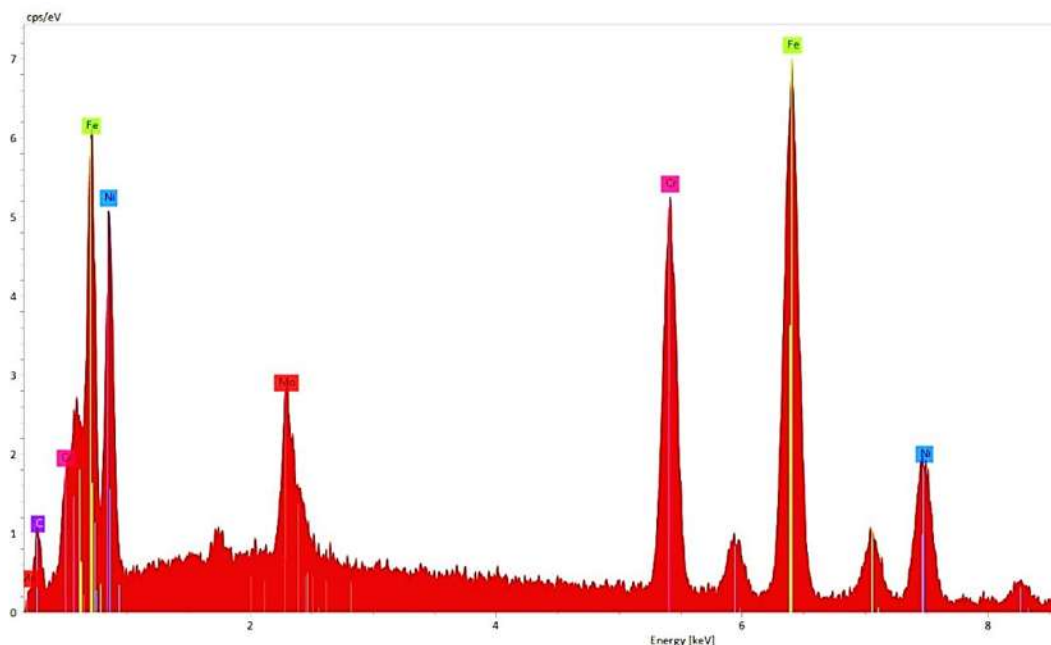
De la misma manera que para el acero AISI 304 se realizó metalografía y ataque químico con glyceregia y electroquímica para revelar la estructura súper austenítica del acero inoxidable AL6XN con la finalidad de ser igualmente observada en MEB a diferentes resoluciones. En la figura 4.7 se observan las micrografías obtenidas de esta prueba, cada una a diferente resolución.



**Figura 4.7** Micrografía del acero inoxidable súper austenítico AL6XN (a) 100X, (b) 500X, (c) 1000X y (d) 2000X.

En el microanálisis químico de elementos para el acero inoxidable AL6XN se obtuvieron grandes cantidades de los elementos cuantificados, a excepción del C, en esta ocasión no se detectó presencia de algún elemento ajeno a la aleación, ya que este acero cuenta con

excelentes características de resistencia, lo cual causo dificultad a la hora de realizar el ataque químico para revelar su estructura. El espectro de este análisis se muestra en la figura 4.8.



**Figura 4.8** Espectro EDS del microanálisis químico del acero inoxidable súper austenítico AL6XN.

En cuanto a la cuantificación de los elementos Cu, C, N, Si, Mn, P y S no fueron registrados ni cuantificados durante el microanálisis químico, la explicación puede ser la misma mencionada anteriormente. Puesto que su cantidad requerida en la aleación es mínima para estos elementos. En la tabla 4.3 se muestra la composición química del acero inoxidable AL6XN obtenida en la prueba.

**Tabla 4.3** Composición química del acero inoxidable súper austenítico AL6XN.

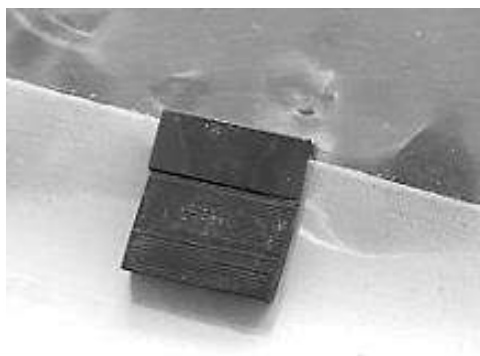
Material	% en peso										
	Fe	Cr	Ni	Mo	Cu	C	N	Si	Mn	P	S
AL6XN	Resto	20-22	23.5-25.5	6-7	0.75	0.03	0.18-0.25	1	2	0.04	0.03
	44.44	19.95	20.53	5.58	--	1.14	--	--	--	--	--

## 4.2 Uniones de acero inoxidable AISI 304/cinta metálica base Fe/acero inoxidable AL6XN

Una vez caracterizados los materiales de inicio y establecidas las condiciones a las que se realizaron las uniones, se procedió a la preparación superficial de los materiales base a unir, así como a la limpieza superficial de la cinta metálica vítrea para finalmente realizar el proceso de unión a una temperatura de unión de 1140 °C en tres tiempos de permanencia: 5, 10 y 15 minutos. La tabla 4.4 muestra las condiciones y resultados de las uniones realizadas, los cuales fueron satisfactorios para todos los tiempos de permanencia. Esto indica que es posible obtener buenos resultados de unión bajo las condiciones establecidas y sin haber llegado necesariamente a la temperatura de fusión de la cinta metálica vítrea. En la figura 4.9 se observa una de las piezas ya unidas por difusión en estado sólido.

**Tabla 4.4 Condiciones y resultados de la unión AISI 304/cinta Fe<sub>74.5</sub>Cr<sub>3.5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>12</sub>/AL6XN.**

Condiciones			Resultado
Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Atmósfera	Pieza unida
1140	5	Medio ambiente	Si
	10		Si
	15		Si



**Figura 4.9** Ensamble después del proceso de unión.

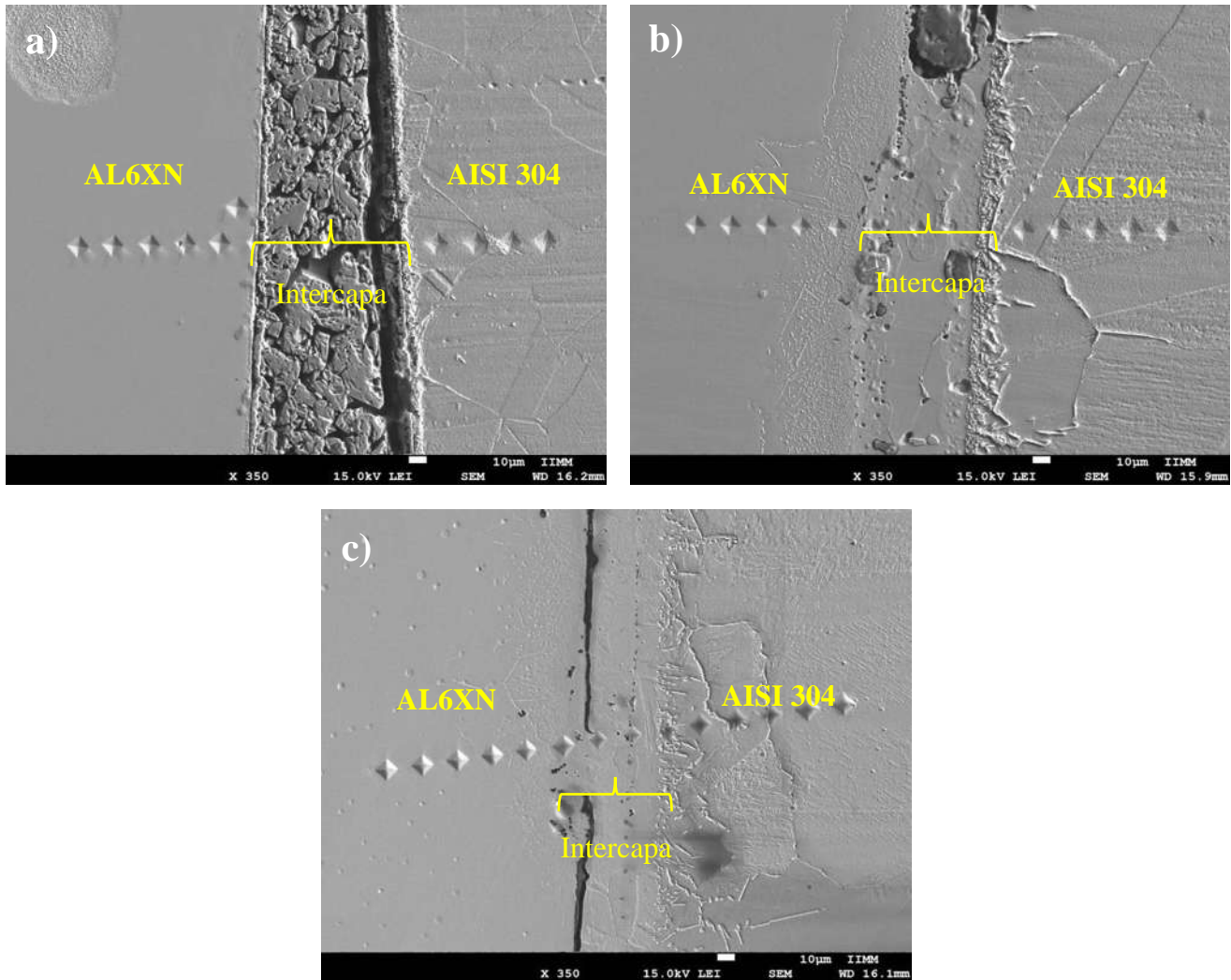
### **4.3 Caracterización interfacial de las uniones AISI 304/cinta Fe74.5Cr3.5Si10B12/AL6XN**

Posterior a las pruebas de unión se realizó un corte transversal de las muestras unidas, para poder caracterizar la zona interfacial y evaluar la interacción que hay entre el metal/cinta/metal llevado a cabo durante el proceso de unión y de esta manera analizar el comportamiento en la zona de reacción en función del tiempo y temperatura.

En la figura 4.10 se muestran micrografías a 350X de la sección trasversal de las uniones obtenidas a 1140 °C en 5, 10 y 15 min. Con forme va aumentando el tiempo de permanencia la claridad de la interfase formada en la zona de unión se va haciendo menos marcada.

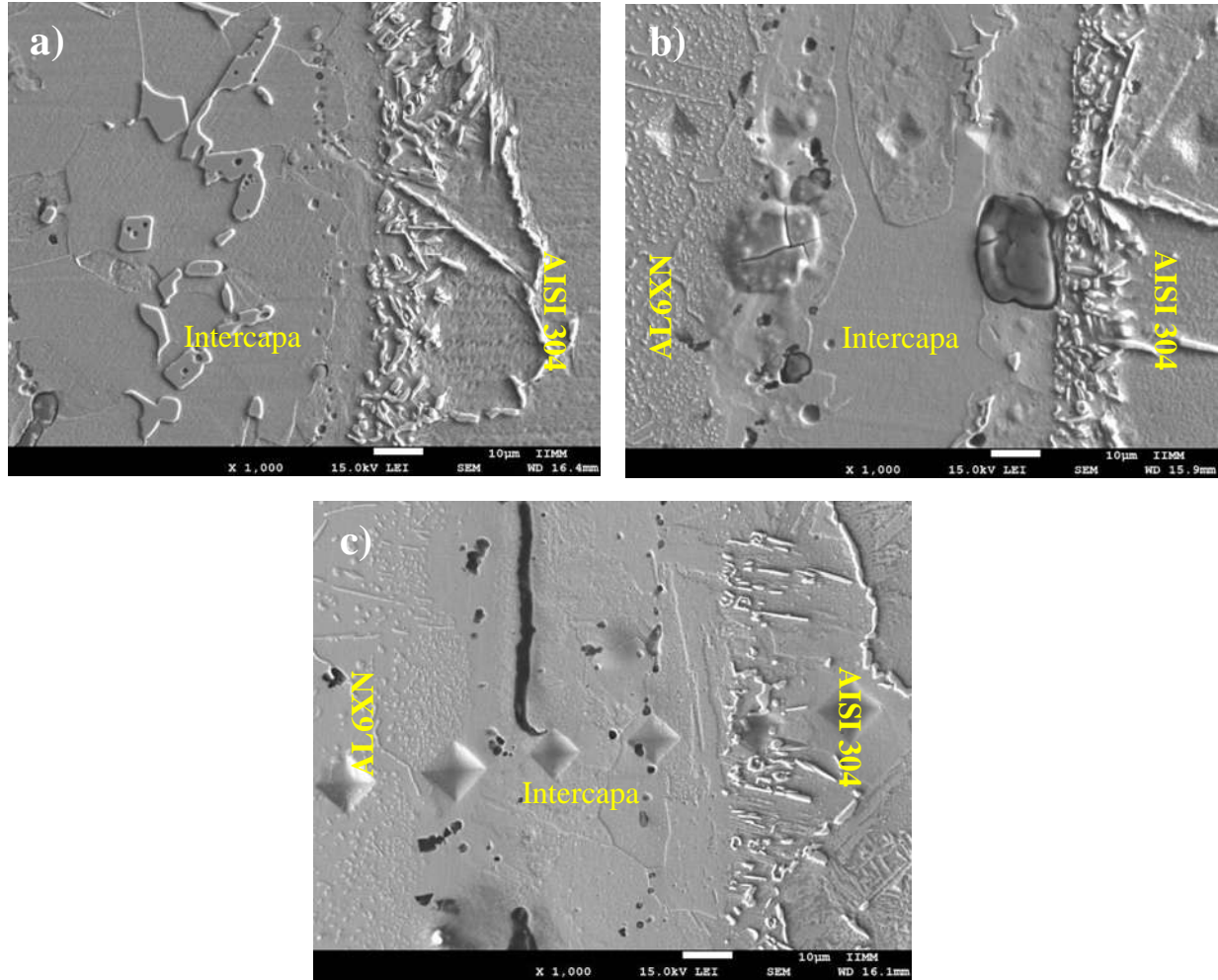
Para la micrografía de 5 min de permanencia (a) la interfase es más evidente que en los otros tiempos de permanencia, ya que se observa que no hay gran difusión entre los metales y la cinta metálica vítrea, la cual presenta cierta rugosidad y muy poca interacción con el acero inoxidable AISI 304. Por otro lado, en la micrografía de 10 min de permanencia (b) la interfase presenta precipitados y mayor interacción con ambos aceros, mientras que la interfase entre la cinta metálica vítrea y el acero AISI 304 sigue siendo muy notoria, debido a que se formaron pequeñas formas alargadas entre la cinta y el acero, mientras entre la cinta y el acero inoxidable AL6XN se pueden observar la formación de pequeños poros. Por último, en la micrografía de 15 min de permanencia el acero inoxidable AL6XN presenta pequeñas marcas circulares distribuidos a lo largo de este tipo acero, sin embargo en este tiempo la unión muestra mucha mayor difusión en ambos metales, principalmente para el acero AL6XN, lado de la interfase donde se formaron dos líneas delgadas a lo largo de la interfase, esto podría ser causa de alguna reacción entre sus elementos, mientras que en la interfase que hay entre la cinta y el acero AISI 304 las formas alargadas formadas en 10 min son menos y con mayor distribución.

De esta manera podemos observar de forma general que una sola variación en un parámetro, en este caso el tiempo de permanencia puede traer grandes cambios para la unión.



**Figura 4.10** Micrografías a 350X de la sección transversal en la zona de unión a 1140 °C en tiempos de permanencia en (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos.

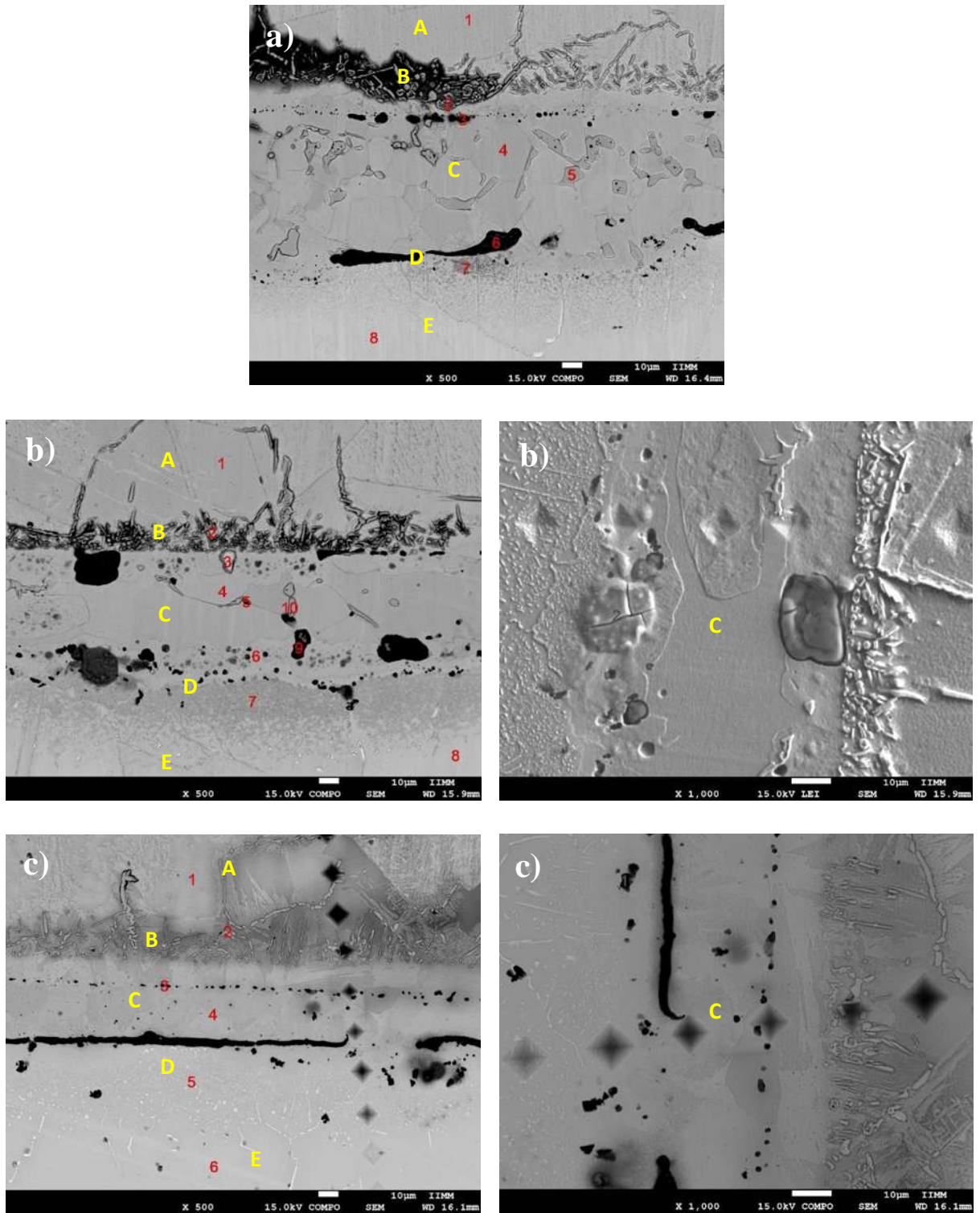
En la figura 4.11 se muestran micrografías a mayor resolución para observar con más claridad la interfase en cada uno de los tiempos de permanencia. Donde se observa que conforme aumenta el tiempo de permanencia la interacción y por lo tanto la difusión se vuelven mayor entre las aleaciones y la interfase, provocando que la interfase se reduzca conforme aumenta el tiempo de permanencia.



**Figura 4.11** Micrograffas a 1000X de la sección transversal en la zona de unión a 1140 °C en tiempos de permanencia en (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos.

#### **4.4 Análisis microestructural de las uniones AISI 304/cinta Fe74.5Cr3.5Si10B12/AL6XN**

El análisis microestructural que se realizó fue un microanálisis químico puntal para establecer los componentes de las fases formadas a través de la interfase o probables concentraciones de elementos en alguna área de la zona de unión. El análisis se llevó a cabo por zonas (A, B, C, D y E), las cuales se muestran en las micrograffas de la figura 4.12.

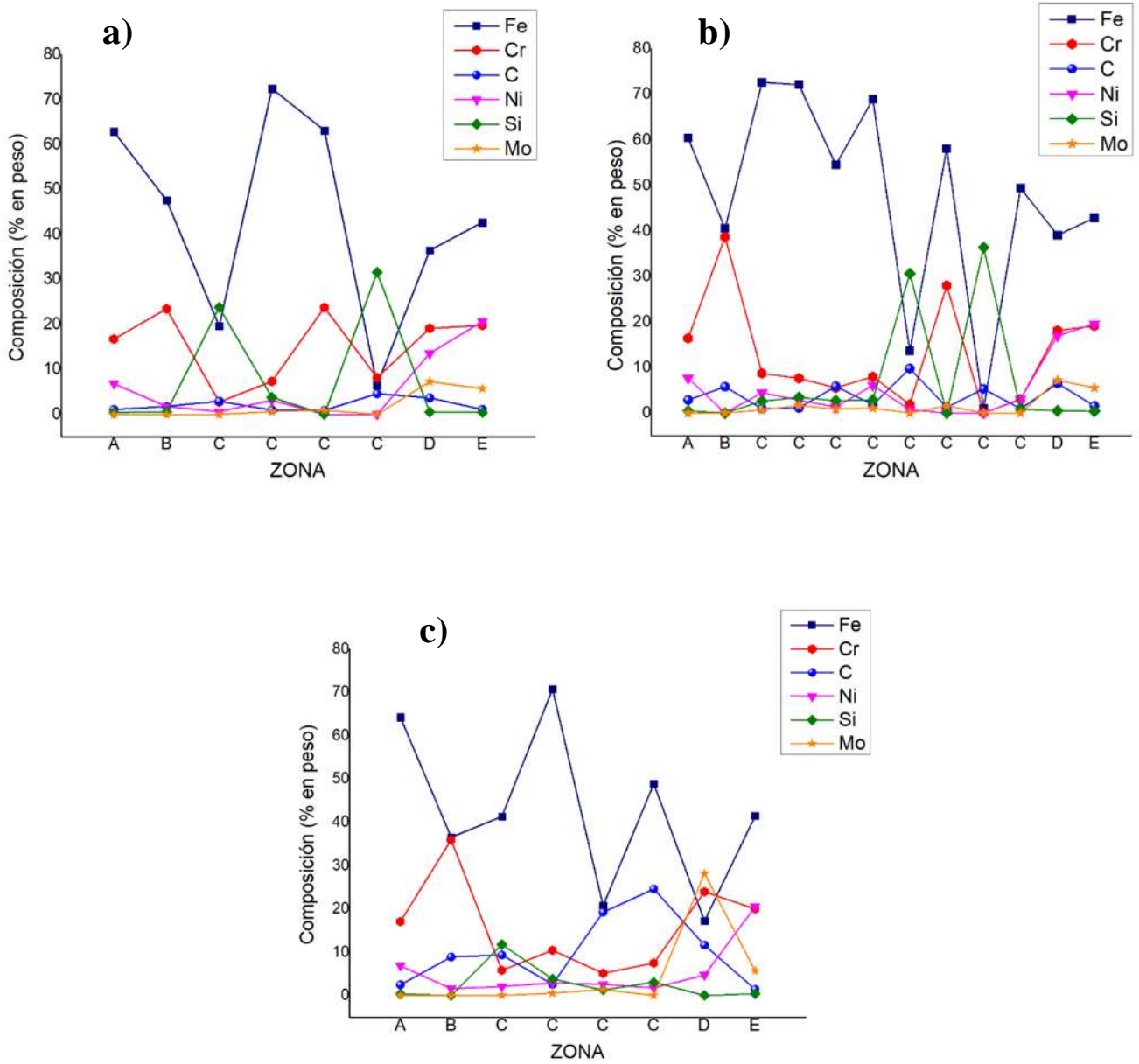


**Figura 4.12** Micrografías de las zonas examinadas por microanálisis químico puntual en diferentes tiempos de permanencia (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos.



Los resultados de este análisis se presentan en la tabla 4.5 siguiendo el orden de las zonas establecidas en las micrografías de la figura 4.12, dichos resultados se muestran también de forma gráfica para cada tiempo de permanencia en la figura 4.13, donde se observa con mayor claridad el porcentaje de los elementos identificados en cada zona de la unión para los diferentes tiempos de permanencia. Se observa que los elementos con mayor frecuencia son también los de mayor variación de porcentaje en la distribución de las zonas identificadas de la unión.

Los resultados obtenidos en la zona de la interfase que a su vez abarca las zonas B, C y D indica que los elementos principales que conforman estas zonas son el Fe y el Cr con bajo porcentaje de C, además de que a lo largo de la interfase existe ahora la presencia de Ni y Mo. En la zona A (acero inoxidable AISI 304) es muy poca la variación que hay entre cada tiempo de permanencia, se compone principalmente de Fe, Cr y Ni, mientras aumenta el tiempo de permanencia, los elementos principales aumentan su porcentaje muy ligeramente, además de estar formados por C, Mn y Si en menores proporciones, mismos elementos que lo conformaban en un inicio, lo cual indica que su composición no tiene cambio. Por el contrario, en la zona E (acero inoxidable AL6XN) hay un ligero porcentaje de Si en su composición que al igual que en la zona A, los componentes originales de la aleación varían ligeramente sus elementos, dicha zona está compuesta principalmente por Fe, Cr y Ni con porcentajes menores de C, Mo y Si.

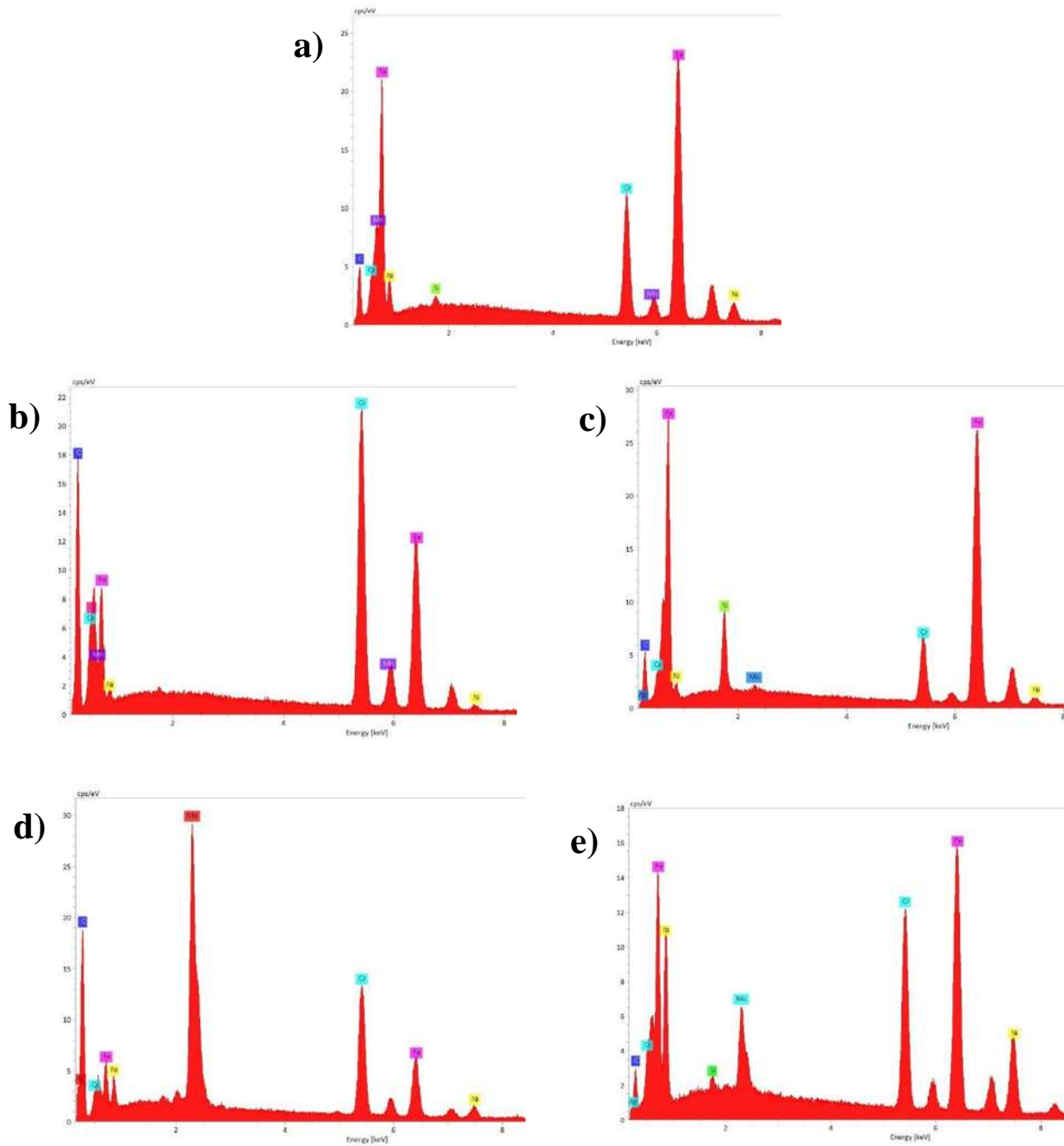


**Figura 4.13** Gráficas de la composición elemental en % en peso a lo largo de la zona de unión en los diferentes tiempos de permanencia (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos.

**Tabla 4.5 Composición química de las uniones a 1140 °C en 5, 10 y 15 minutos de permanencia.**

Zona		Tiempo (min)	Fe	Cr	C	Mn	Ni	Si	O	Cl	N	Mo	Al	V	
AISI 304	A	1	5	62.92	16.74	1.06	1.07	6.84	0.42	--	--	--	--	--	
		1	10	60.37	16.39	2.85	0.97	7.63	0.43	--	--	--	--	--	
		1	15	64.21	17.07	2.48	1.12	6.87	0.37	--	--	--	--	--	
Interfase	B	2	5	47.65	23.48	1.79	--	1.75	0.53	4.05	2.42	--	--	--	
		2	10	40.51	38.64	5.75	--	--	--	--	--	--	--	--	
		2	15	36.53	35.94	8.89	0.93	1.58	--	0.63	--	--	--	--	
	C	5	3	5	19.63	2.76	2.92	--	0.62	23.78	26.8	2.37	1.07	--	--
			4		72.45	7.34	0.98	--	3.13	3.8	--	--	--	0.64	--
			5		63.17	23.76	0.89	--	--	--	--	--	--	0.93	--
			6		6.54	8.18	4.63	1.32	--	31.56	30.16	1.14	--	--	--
		10	3	10	72.59	8.71	0.94	--	4.44	2.58	--	--	--	0.66	--
			4		72.08	7.6	1.08	--	2.8	3.44	--	--	--	1.64	--
			5		54.48	5.54	5.86	--	1.32	2.7	--	--	--	0.86	--
			6		68.85	7.95	1.85	--	6.07	2.88	--	--	--	1.04	--
			9		13.64	1.86	9.76	--	0.71	30.6	19.64	--	2.04	--	0.74
			10		58.09	28	1.26	--	--	--	--	--	--	1.57	--
			1C		0.92	--	5.28	--	--	36.36	30.27	--	--	--	--
			2C		49.36	2.98	0.95	--	3.08	0.83	10.63	10.92	0.71	--	--
		15	3	15	41.33	5.82	9.36	--	2.09	11.78	5.59	--	--	--	--
			4		70.71	10.44	2.59	--	2.87	3.79	--	--	--	0.53	--
			1C		20.72	5.12	19.21	--	2.58	1.27	--	--	2.4	1.38	--
			2C		48.89	7.5	24.59	--	1.75	3.08	--	--	--	--	--
		D	7	5	36.5	19.11	3.68	--	13.55	0.52	3.55	0.58	--	7.28	--
			7	10	39.07	18.09	6.47	--	16.92	0.48	--	--	--	7.2	--
	5		15	17.21	23.95	11.62	--	4.71	--	--	--	--	28.16	--	
	AL6XN	E	8	5	42.73	19.79	1.1	--	20.67	0.43	--	--	5.73	--	
			8	10	42.84	19.13	1.56	--	19.55	0.39	--	--	5.53	--	
6			15	41.45	19.98	1.41	--	20.53	0.39	--	--	5.69	--		

En la figura 4.14 se observa los espectros EDS de las zonas A, B, C, D y E de la unión a 1140 °C en 15 min de permanencia. Se toma este tiempo como referencia ya que es representativo de las mismas zonas para las demás condiciones de unión.

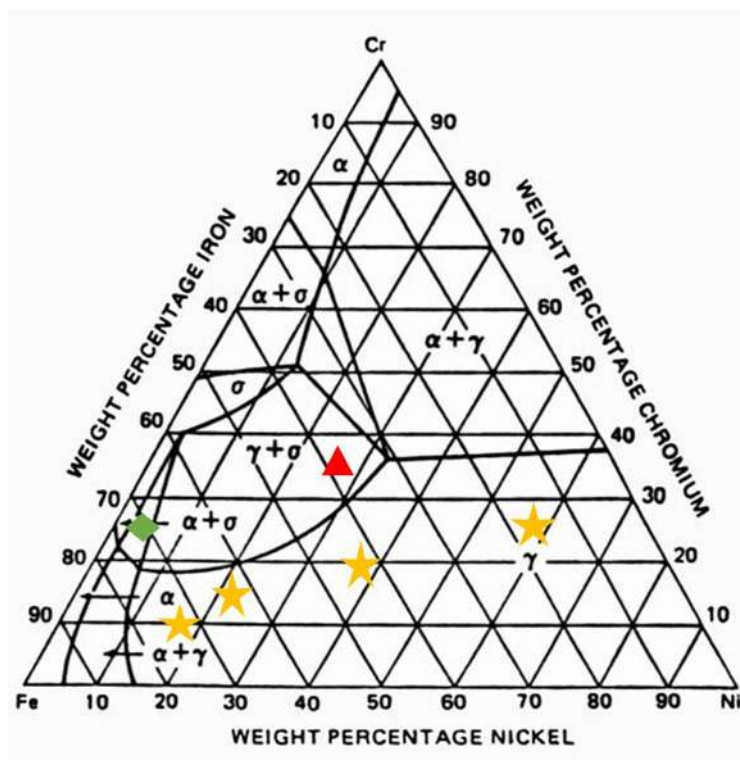


**Figura 4.14** Espectros EDS del microanálisis químico puntual de las zonas examinadas en 15 minutos de permanencia (a) zona A, (b) zona B, (c) zona C, (c) zona D y (e) zona E.

En base a la isoterma a 650 °C el diagrama de equilibrio ternario Fe-Cr-Ni constituido por Raynor y Rivlin [53] como se muestra en la figura 4.15. Este diagrama se utilizó para comprender un poco más de las fases formadas, precipitados y compuestos intermetálicos de cada zona analizada. Los resultados de este análisis se encuentran en la tabla 4.6 donde se observa que las zonas A, C y E presentan fase  $\gamma$ , la zona B presenta una fase  $\gamma + \sigma$  y la zona D fases  $\gamma$  y  $\alpha + \gamma$ .

**Tabla 4.6 Fases determinadas en las diferentes zonas en el diagrama ternario.**

Zona	Fase	Símbolo
A	$\gamma$	★
B	$\gamma + \sigma$	▲
C	$\gamma$	★
D	$(\gamma), (\alpha + \gamma)$	★ ◆
E	$\gamma$	★



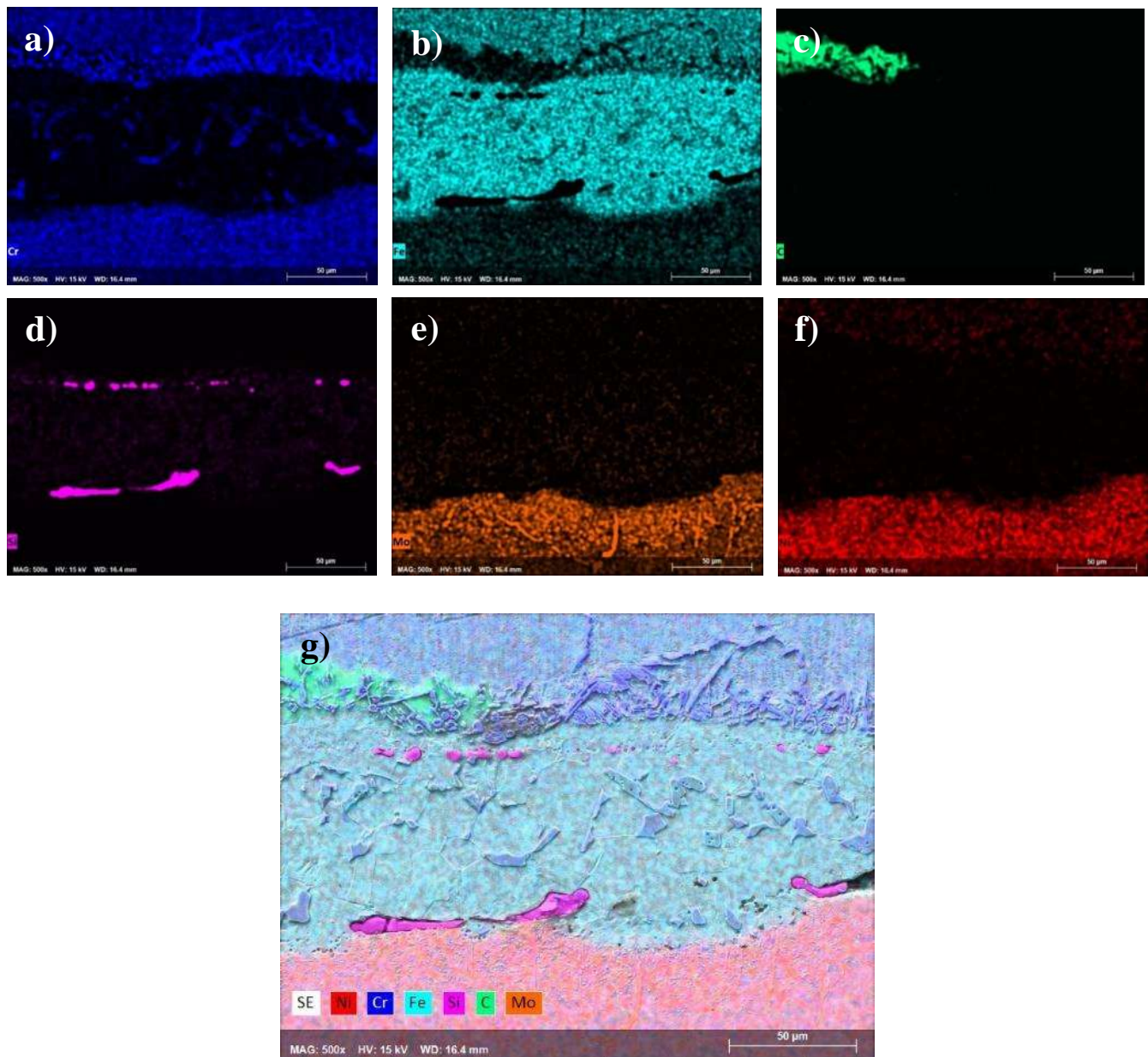
**Figura 4.15** Isoterma a 650 °C de los diagramas de equilibrio ternario de Fe-Cr-Ni para determinar las fases presentes en las uniones AISI 304/cinta Fe<sub>74.5</sub>Cr<sub>3.5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>12</sub>/AL6XN.

#### **4.5 Difusión del elemento de aporte a través de la interfase**

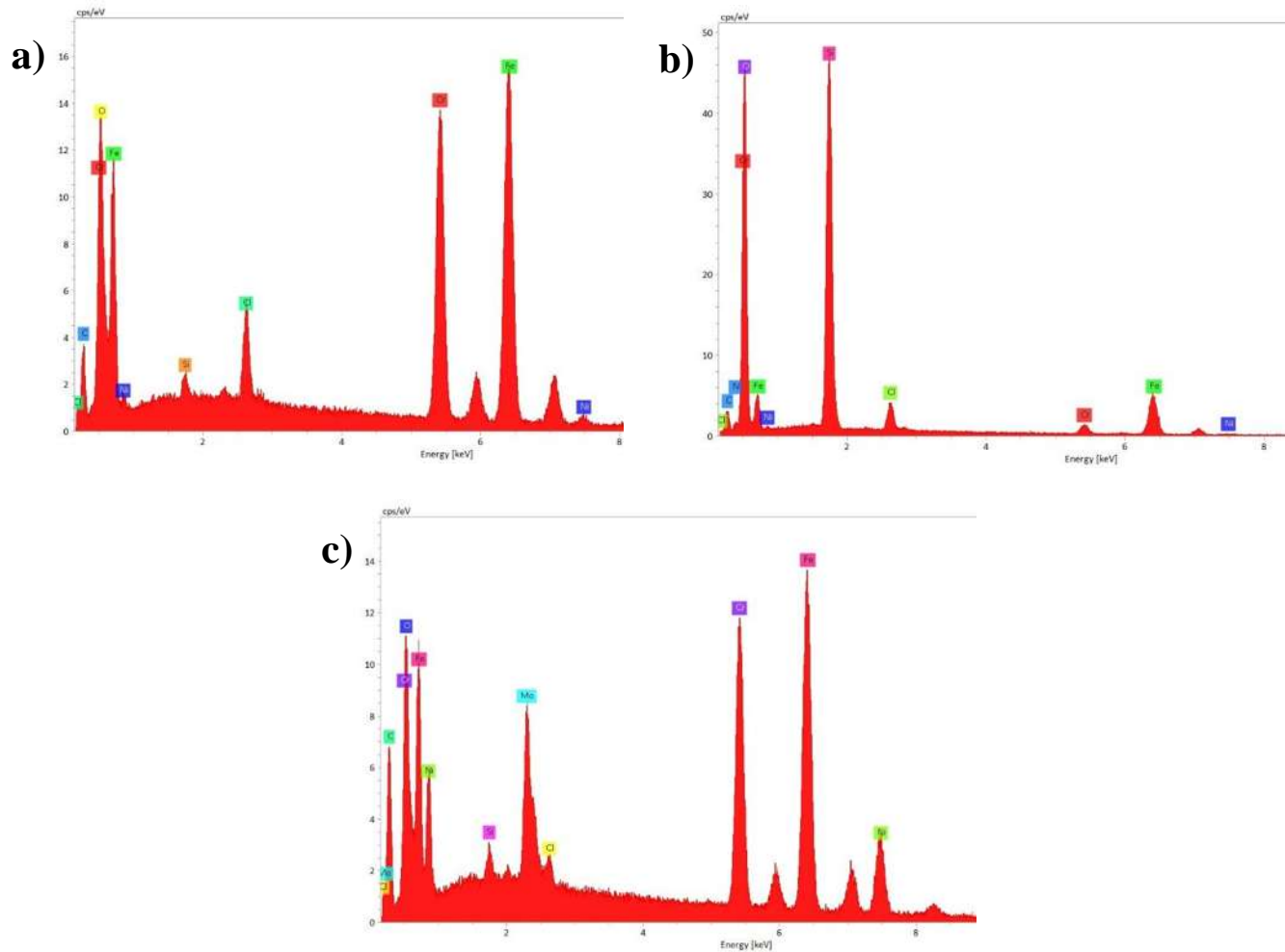
Por otro lado, se realizó un mapeo en la sección transversal de las uniones a 5, 10 y 15 min de permanencia con la finalidad de observar con mayor claridad el comportamiento de difusión en los elementos que componen la interfase y el material de aporte, principalmente elementos como el Fe, Cr, Ni, C y Si que son los presentes con mayor regularidad a lo largo de la unión. Los resultados obtenidos para 5 min de permanencia se presentan en la figura 4.16 y los espectros de las zonas B, C y D mostradas en (a) de la figura 4.12 se observan en la figura 4.17, en estas imágenes observamos la difusión y comportamiento de los elementos presentes en la unión en 5 min de permanencia.

Se puede observar que el Fe es el elemento de mayor presencia, principalmente en la interfase y en el acero AISI 304, seguido del Cr presente principalmente en los materiales de aporte, en general en este tiempo de permanencia se observa que no hay gran difusión en los elementos, ya que todos los elementos se encuentran concentrados principalmente en el material de aporte o en la interfase. El Mo (e) es el elemento que muestra más que los demás un poco de interacción entre la interfase y el acero AL6XN.

En la imagen (g) se observa cómo se distribuyen los elementos presentes en la interfase y los materiales de base, donde claramente se puede ver que existe división entre cada elemento que lo conforma.



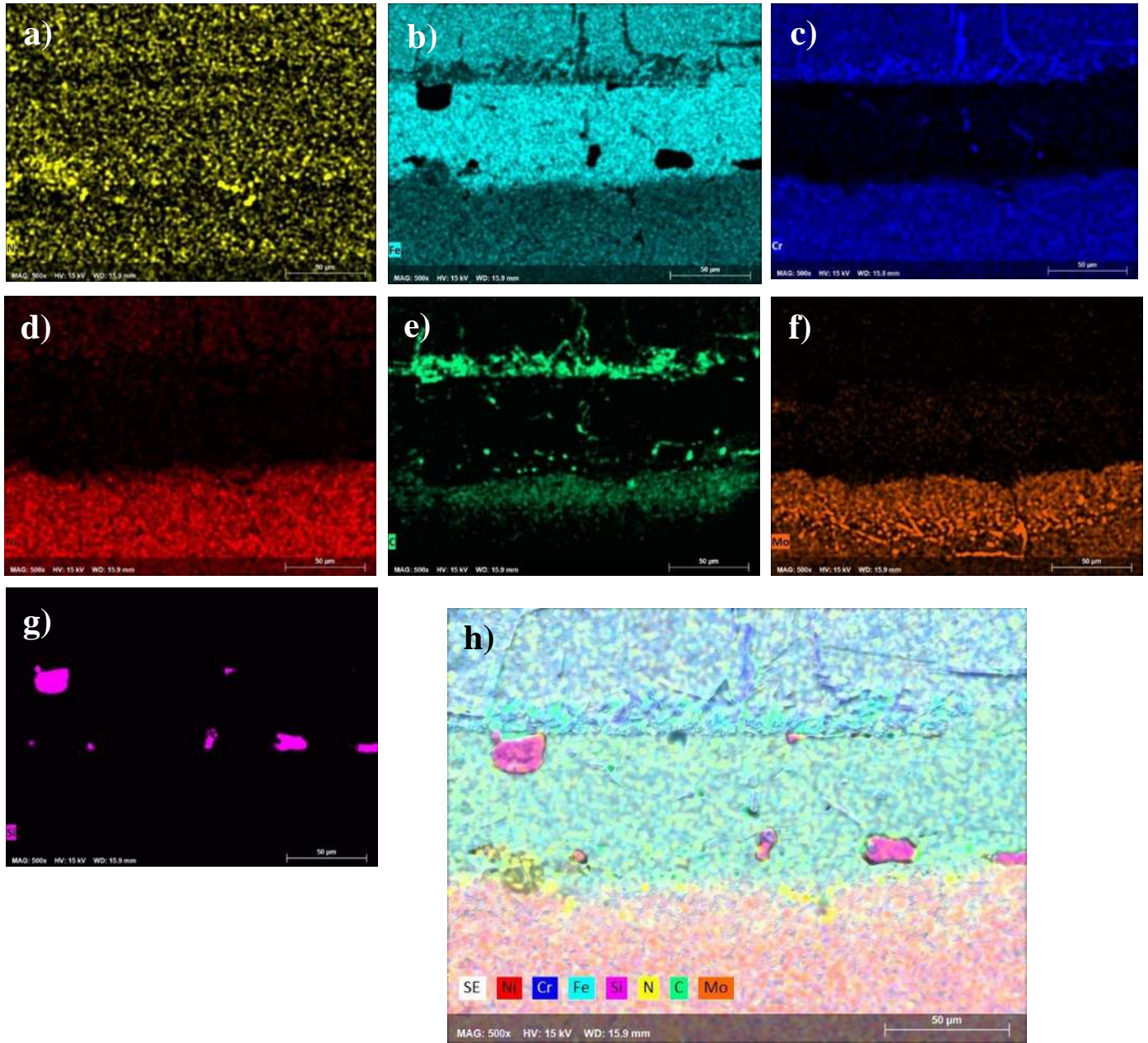
**Figura 4.16** Mapeo cualitativo de la unión en 5 minutos de permanencia (a) Cr, (b) Fe, (c) C, (d) Si, (e) Mo, (f) Ni y (g) distribución de los elementos Cr, Fe, C, Si, Mo y Ni.



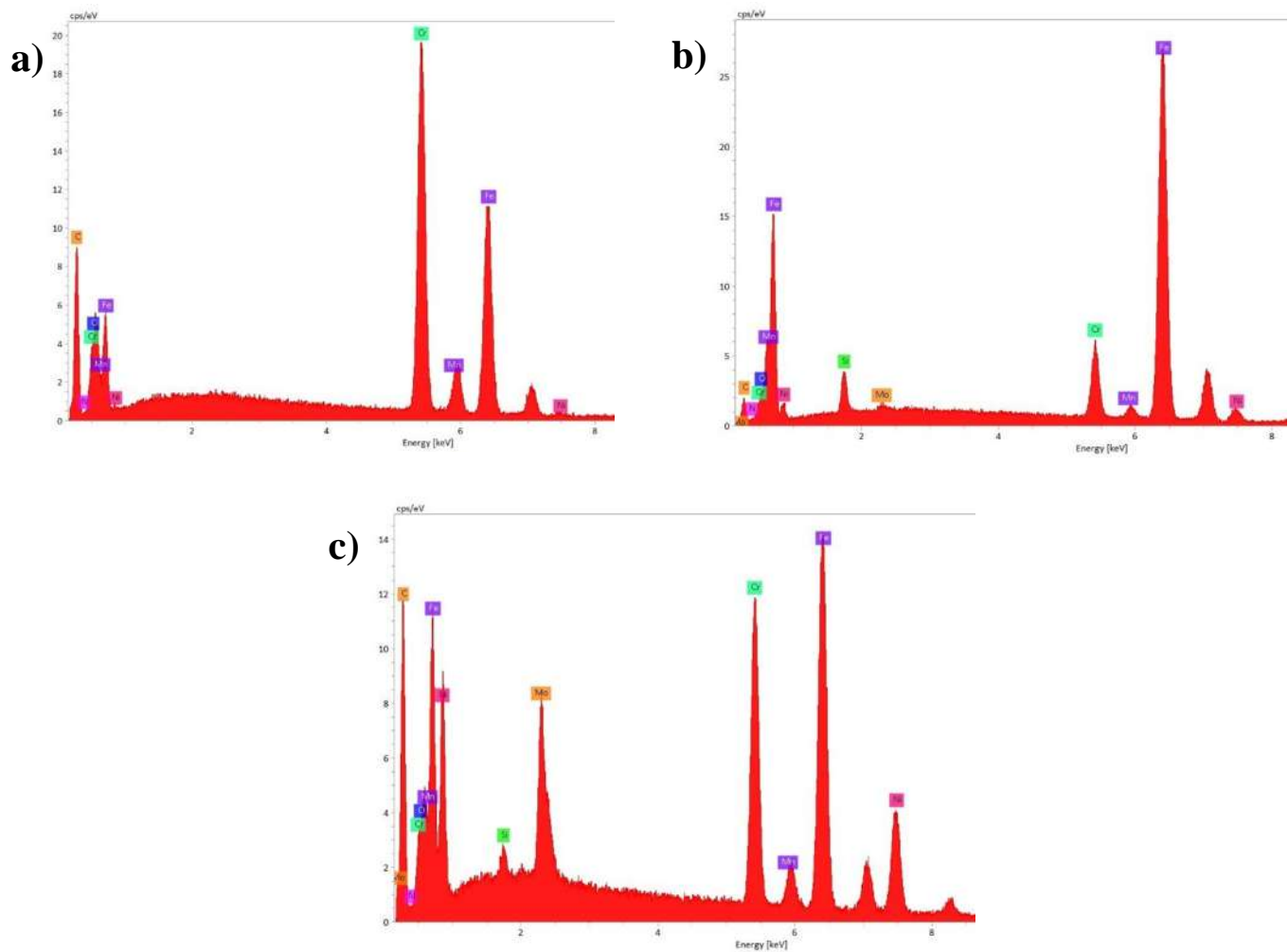
**Figura 4.17** Espectros EDS del microanálisis químico puntual de las zonas examinadas en 5 minutos de permanencia (a) zona B, (b) zona C y (c) zona D.

En la figura 4.18 se observan los resultados obtenidos en 10 min de permanencia y los espectros para este tiempo de las zonas B, C y D mostradas en (b) de la figura 4.12 se observan en la figura 4.19, en estas imágenes se observa la difusión y comportamiento de los elementos presentes como el N, Fe, Cr, Ni, C, Mo y Si. En este tiempo de permanencia es posible observar una mayor difusión del N, Fe y el C, mientras que el Mn, Ni y Cr no muestran variación con respecto al análisis de 5 min de permanencia.



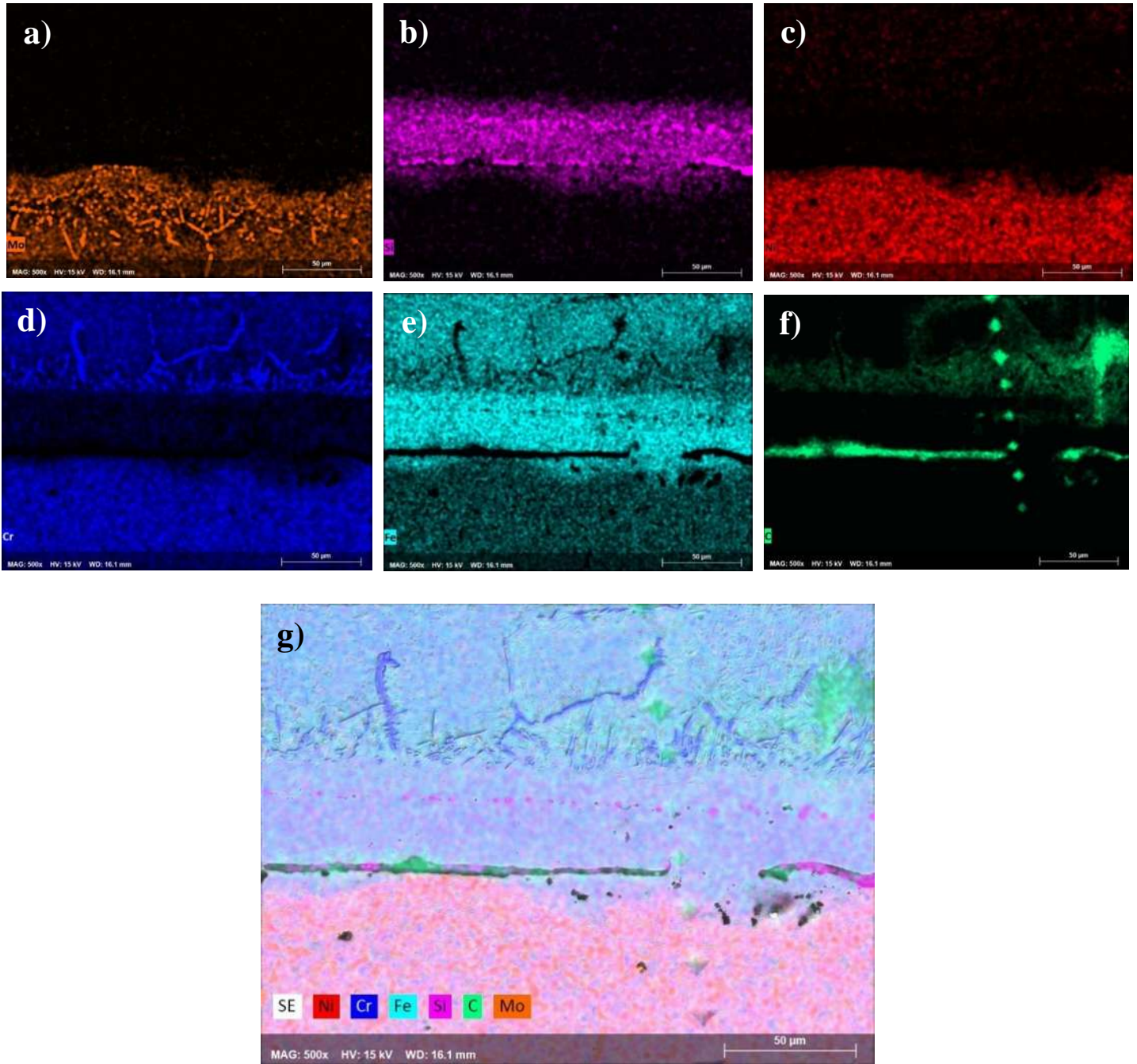


**Figura 4.18** Mapeo cualitativo de la unión en 10 minutos de permanencia (a) N, (b) Fe, (c) Cr, (d) Ni, (e) C, (f) Mo, (g) Si y (h) distribución de los elementos N, Fe, Cr, Ni, C, Mo y Si.

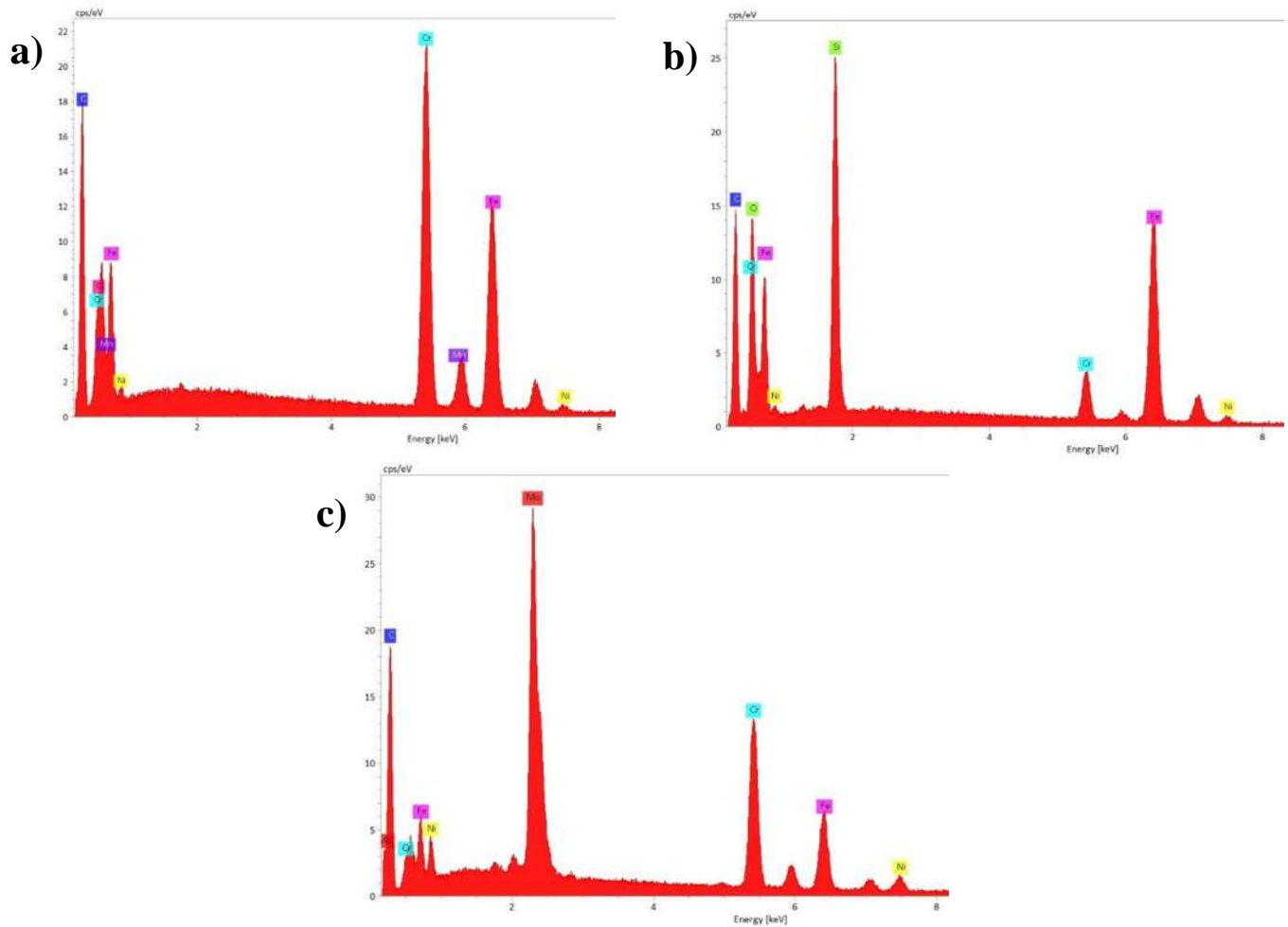


**Figura 4.19** Espectros EDS del microanálisis químico puntual de las zonas examinadas en 10 minutos de permanencia (a) zona B, (b) zona C y (c) zona D.

Los resultados obtenidos en 15 min de permanencia se observan en la figura 4.20 y los espectros de las zonas B, C y D de este tiempo de permanencia mostradas anteriormente en (c) de la figura 4.12 se observan en la figura 4.21, en el mapeo realizado se observa nuevamente la difusión y comportamiento de los elementos presentes. Donde se aprecia que el Fe y Cr siguen teniendo buena difusión, además se observa también que el Si se distribuyó a lo largo de la interfase eliminando los precipitados de Si formados en los tiempos anteriores.



**Figura 4.20** Mapeo cualitativo de la unión en 15 minutos de permanencia (a) Mo, (b) Si, (c) Ni, (d) Cr, (e) Fe, (f) C y (g) distribución de los elementos Mo, Si, Ni, Cr, Fe y C.

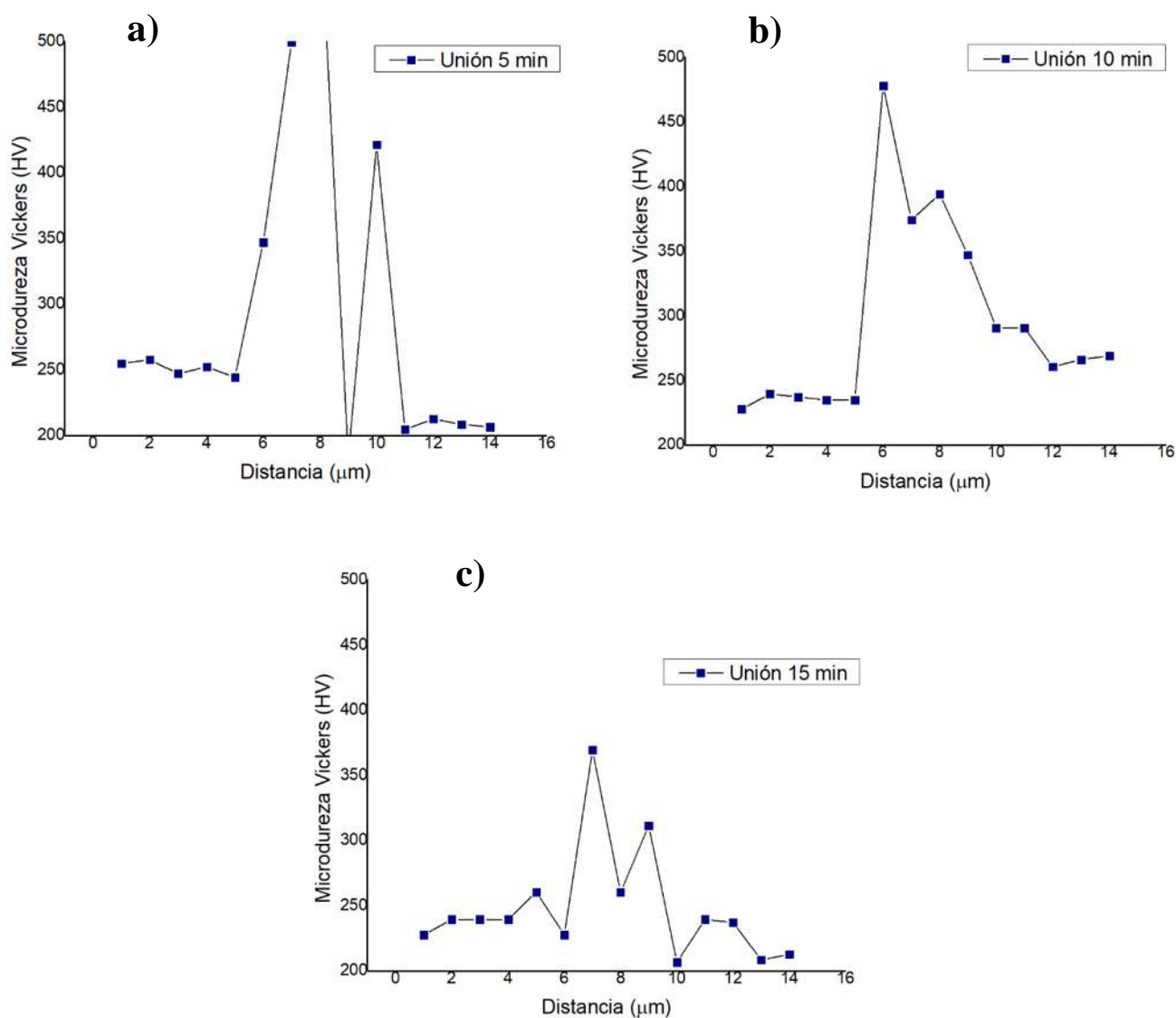


**Figura 4.21** Espectros EDS del microanálisis químico puntual de las zonas examinadas en 15 minutos de permanencia (a) zona B, (b) zona C y (c) zona D.

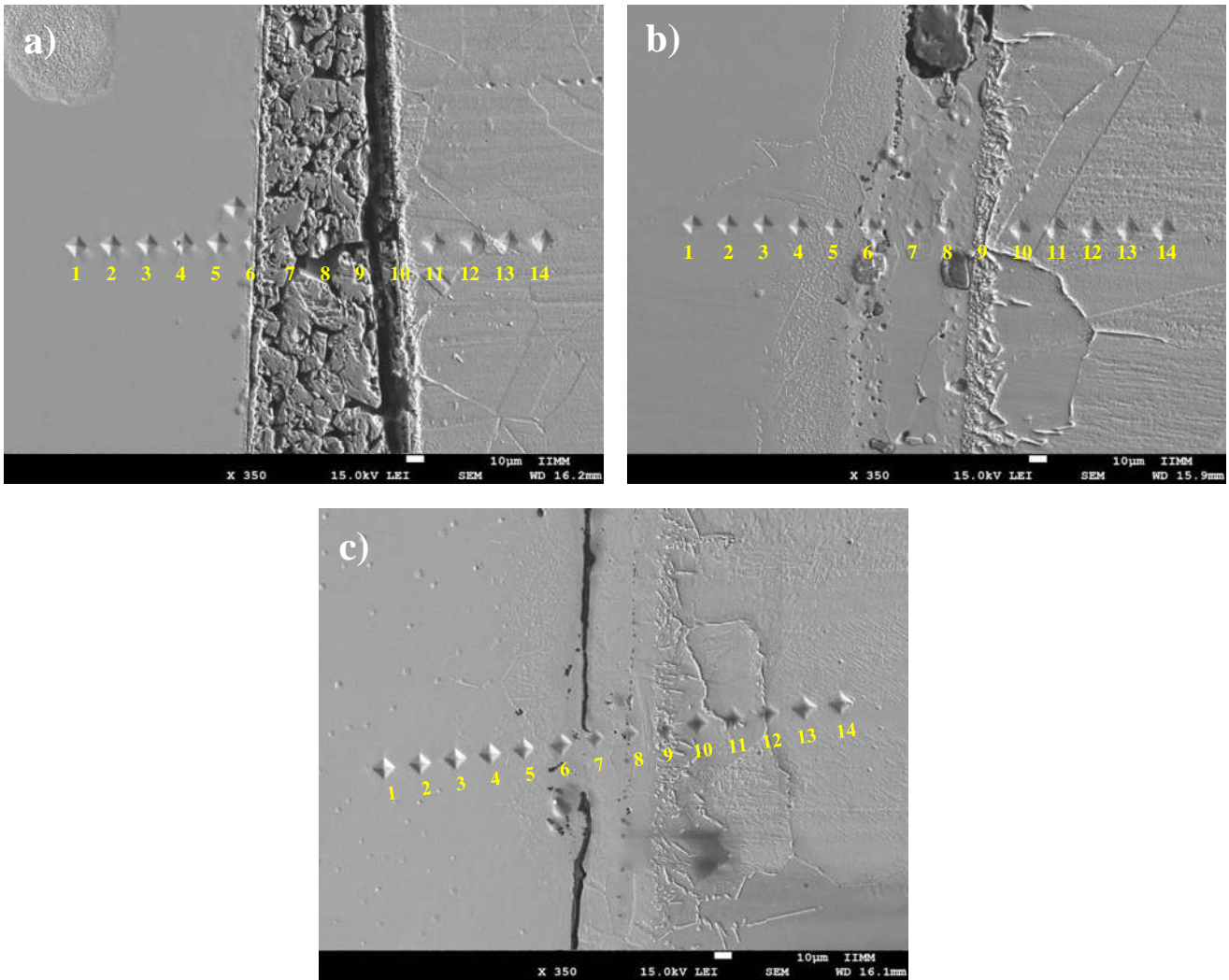
#### 4.6 Análisis de microdureza en las uniones AISI 304/cinta Fe74.5Cr3.5Si10B12/AL6XN

Para analizar la dureza de la zona de unión se realizaron mediciones de microdureza Vickers aplicando una carga de 20 g durante 15 segundos. En la figura 4.22 se observan de manera gráfica los resultados obtenidos en estas pruebas para los diferentes tiempos de permanencia, donde se observa con mayor claridad que la dureza es más alta a lo largo de la interfase que en los aceros inoxidable. Estas se graficaron en función de la distancia entre cada indentación en el orden que se muestra en la figura 4.23, en la cual se muestran las huellas de indentación sobre la superficie de las muestras unidas a 5, 10 y 15 minutos de

permanencia, las cuales se hicieron cada 20  $\mu\text{m}$  a lo largo de la unión, en función de la distancia entre huellas iniciando del metal base pasando por la interfase y finalizando en el otro metal base, fueron enumeradas de izquierda a derecha para su identificación, se realizaron 14 mediciones en total, 5 en cada uno de los aceros y 4 en la interfase para así evaluar la dureza en toda la zona de unión.



**Figura 4.22** Gráficas de las durezas obtenidas a lo largo de las uniones a (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos de permanencia.



**Figura 4.23** Micrografías de las huellas de microdureza de las uniones a (a) 5, (b) 10 y (c) 15 minutos de permanencia.

Los resultados fueron obtenidos directamente por el software AVPAK20 y se muestran en la tabla 4.7 por orden de indentación en cada tiempo de permanencia. Conforme aumenta el tiempo de permanencia la dureza en la interfase disminuye notablemente mientras que para los aceros la variación de la dureza es mínima.

**Tabla 4.7 Resultados obtenidos de las pruebas de microdureza.**

Zona	Indentación	5 min	10 min	15 min
AL6XN	1	254.9	227.6	227.6
	2	257.6	239.4	239.4
	3	247	237	239.4
	4	252.2	234.6	239.4
	5	244.4	234.6	260.4
	Promedio	251.22	234.64	241.24
Interfase	6	346.9	478.1	227.6
	7	499.6	374.1	369.4
	8	601.8	394.1	260.1
	9	183.1	346.9	311.4
	10	421.3	--	--
	Promedio	414.57	398.3	292.125
AISI 304	10	--	290.6	206.5
	11	204.5	290.6	239.4
	12	212.5	260.4	237
	13	208.4	266	208.4
	14	206.5	268.9	212.5
	Promedio	207.97	275.3	220.76

Para el acero inoxidable AL6XN se obtuvo un promedio de microdureza de 241.24 mayor que el obtenido del AISI 304, el cual fue de 220.76, dicha diferencia de la microdureza se da debido a la fase súper austenítica del acero AL6XN como lo menciona Zamora y colaboradores [54] donde presentaron resultados de microdureza del acero AL6XN de 260. Sin embargo, existe mayor variedad de microdurezas en la zona más cercana a la unión, esto se atribuye a la heterogeneidad que tiene la interfase y el acero inoxidable AISI 304.

Como ya se mencionó, la interfase presenta una microdureza alta, propiedad que resalta notoriamente en comparación con los materiales base AL6XN y AISI 304 con promedios que varían de acuerdo con su tiempo de permanencia durante el proceso de unión respectivamente. En 5 min la interfase tiene una microdureza de 414.57, en 10 min de 398.3 y en 15 de 292.125; como se observa, conforme aumenta el tiempo de permanencia la microdureza de la interfase disminuye, esto se asocia a los fenómenos de difusión que ocurren durante el proceso de unión, ya que la composición general de la interfase está formada por Fe, Cr y Ni elemento que aumentan la microdureza de esta.



## CAPÍTULO V. CONCLUSIONES

De acuerdo con el presente trabajo de investigación sobre el estudio interfacial de unión por difusión entre los aceros inoxidable AL6XN y AISI 304 utilizando una cinta metálica vítrea base Fe en tres tiempos de permanencia diferentes (5, 10 y 15 minutos) se definen las siguientes conclusiones:

1. Es posible producir uniones disimiles por medio de soldadura suave entre los aceros inoxidable AL6XN y AISI 304 a 1140 °C en los tres tiempos de permanencia utilizados. Sin embargo, la difusión y la microdureza son diferentes para cada tiempo y por consecuencia la fuerza de unión es distinta también, siendo más fuerte a 15 minutos de permanencia.
2. La unión realizada a 1140 °C en 15 minutos de permanencia presenta mejor difusión de sus elementos que las uniones realizadas a menor tiempo de permanencia, obteniendo una distribución homogénea a lo largo de la zona de unión, siendo este tiempo de permanencia la más eficiente para la unión por difusión del ensamble AL6XN/cinta/AISI 304.
3. La composición general de la unión está formada principalmente por Fe, Cr, Ni, Si, C y Mo. Los elementos Fe, Cr y Si son los de mayor variación de porcentaje en la distribución de las zonas identificadas de la unión, dicha variación forma una composición irregular, por otro lado, los elementos en menor porcentaje de composición tienen una distribución más homogénea, dichos elementos son el Ni, C y Mo.
4. La fase central en la interfase (zona C) está compuesta principalmente por una solución sólida Fe-Cr-Ni-Si que de acuerdo con el diagrama Fe-Cr-Ni presenta una fase “ $\gamma$ ” misma fase que presentan los aceros utilizados en la unión (zonas A y E), mientras que la zona B presenta una fase “ $\gamma + \sigma$ ” y la zona D presenta las zonas “ $\gamma$ ” y “ $\alpha + \gamma$ ”.

5. Se obtuvieron valores de microdureza más altos para la interfase, donde al incrementar el tiempo de permanencia, la microdureza en esta zona disminuye significativamente pasando de 414.57 a 292.125 HV esto sucede debido a la difusión de los elementos que la componen, consiguiendo así una microdureza de mayor homogeneidad en la unión a 15 minutos de permanencia.

## CAPÍTULO VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Wang, W., *Bulk metallic glasses with functional physical properties*. Advanced Materials, 2009. **21**(45): p. 4524-4544.
2. Sheng, H., et al., *Atomic packing and short-to-medium-range order in metallic glasses*. Nature, 2006. **439**(7075): p. 419-425.
3. Cheng, Y. and E. Ma, *Atomic-level structure and structure–property relationship in metallic glasses*. Progress in materials science, 2011. **56**(4): p. 379-473.
4. Jiao, Z., et al., *Effects of alloying elements on glass formation, mechanical and soft-magnetic properties of Fe-based metallic glasses*. Intermetallics, 2011. **19**(10): p. 1502-1508.
5. Li, H., et al., *Fe-based bulk metallic glasses: Glass formation, fabrication, properties and applications*. Progress in Materials Science, 2019. **103**: p. 235-318.
6. Inoue, A. and A. Takeuchi, *Recent development and application products of bulk glassy alloys*. Acta Materialia, 2011. **59**(6): p. 2243-2267.
7. Jia, Z., et al., *Disordered atomic packing structure of metallic glass: toward ultrafast hydroxyl radicals production rate and strong electron transfer ability in catalytic performance*. Advanced Functional Materials, 2017. **27**(38): p. 1702258.
8. Chen, S.-Q., et al., *Effect of residual stress on azo dye degradation capability of Fe-based metallic glass*. Journal of Non-Crystalline Solids, 2017. **473**: p. 74-78.
9. Zhang, L.C. and S.X. Liang, *Fe-based Metallic Glasses in Functional Catalytic Applications*. Chemistry–An Asian Journal, 2018. **13**(23): p. 3575-3592.
10. Téllez Arias, M.G., *Unión de acero inoxidable AISI 316L usando una cinta metálica amorfa (Ni<sub>76</sub>. 5Fe<sub>4</sub>. 2Cr<sub>13</sub>B<sub>2</sub>. 8Si<sub>4</sub>. 5)*. 2006.
11. Bautista Mendoza, E., *Estudio interfacial y de corrosión en uniones de acero inoxidable AISI 304 producidas con cintas amorfas*. 2010.
12. Ortega Mondragón, T.E., *Unión de los aceros inoxidables 316L/AL-6XN mediante cinta metálica vítrea base Fe y Ni*. 2015.
13. Leal Maldonado, B., *Caracterización electroquímica por ruido en unión de acero inoxidable AISI 316L con INCONEL 600 mediante Brazing con cinta metálica vítrea base Fe/Ni*. 2017.
14. García Custodio, N.B., *Estudio interfacial de uniones disimiles Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ti*. 2012.

15. Castro Doñate, F., *Producción y caracterización de uniones disímiles alúmina/AISI410S por difusión en fase líquida usando un elemento de unión 45Cu-55Ti*. 2020.
16. Cabrera-de la Cruz, D., C.A.L. Patiño, and R. Galván-Martínez, *Análisis de la corrosión de uniones por soldadura fuerte de compósitos matriz cobre*. Matéria (Rio de Janeiro), 2018. **23**.
17. Takeda, T., et al., *Feasibility study on the applicability of a diffusion-welded compact intermediate heat exchanger to next-generation high temperature gas-cooled reactor*. Nuclear engineering and design, 1997. **168**(1-3): p. 11-21.
18. Pra, F., et al., *Promising designs of compact heat exchangers for modular HTRs using the Brayton cycle*. Nuclear Engineering and Design, 2008. **238**(11): p. 3160-3173.
19. Herranz, L., J. Linares, and B. Moratilla, *Power cycle assessment of nuclear high temperature gas-cooled reactors*. Applied Thermal Engineering, 2009. **29**(8-9): p. 1759-1765.
20. Xu, Y. and K. Zuo, *Overview of the 10 MW high temperature gas cooled reactor—test module project*. Nuclear Engineering and Design, 2002. **218**(1-3): p. 13-23.
21. Sort, J., *Vidrios metálicos*. Investigación y Ciencia, 2011. **412**.
22. Klement, W., R.H. Willens, and P.O.L. Duwez, *Non-crystalline structure in solidified gold–silicon alloys*. Nature, 1960. **187**(4740): p. 869-870.
23. Chen, M., *A brief overview of bulk metallic glasses*. NPG Asia Materials, 2011. **3**(9): p. 82-90.
24. Moya, J.A., *Vidrios Metálicos y Aleaciones Nanocristalinas: Nuevos Materiales de Estructura Avanzada*. Cuadernos de Ingeniería, 2009(4): p. 9-21.
25. Narasimhan, M.C., *Continuous casting method for metallic strips*. 1979, Google Patents.
26. Hasegawa, R., *Glassy metals: magnetic, chemical and structural properties*. 1983: CRC press Boca Raton, FL.
27. Masaaki, N., H. Koji, and M. Tsuyoshi, *Effect of chromium addition on corrosion resistance of amorphous Fe-BC and Fe-B-Si alloys*. 東北大学研究所報告. A 集, 物理学・化学・冶金学= Science reports of the Research Institutes, Tohoku University. Ser. A, Physics, chemistry and metallurgy, 1976(26): p. 283-289.

28. Roy, R. and A. Majumdar, *Thermomagnetic and transport properties of metglas 2605 SC and 2605*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1981. **25**(1): p. 83-89.
29. Rabinkin, A., *Brazing with (NiCoCr)–B–Si amorphous brazing filler metals: alloys, processing, joint structure, properties, applications*. Science and Technology of Welding and Joining, 2004. **9**(3): p. 181-199.
30. Sjödin, P., C. Wolfe, and B. Wilhelmsson, *A Novel Type of All-Stainless Steel Plate Heat Exchanger*. 2005.
31. Rasmus, J. and P. Sjödin. *Joining Aspects of Large Plate Heat Exchangers in Stainless Steel*. in *Proceeding of the 3rd International Brazing and Soldering Conference, ASM and AWS*. 2006.
32. Rangaswamy, S. and D. Fortuna, *Novel high chromium containing braze filler metals for heat exchanger applications*. 2007.
33. Hartmann, T. and D. Nuetzel. *New amorphous brazing foils for exhaust gas applications*. in *Proceedings of the 4th International Brazing and Soldering Conference*. 2009. Citeseer.
34. Elder, R. and R. Allen, *Nuclear heat for hydrogen production: Coupling a very high/high temperature reactor to a hydrogen production plant*. Progress in Nuclear Energy, 2009. **51**(3): p. 500-525.
35. McDonald, C.F., *Compact buffer zone plate-fin IHX—The key component for high-temperature nuclear process heat realization with advanced MHR*. Applied Thermal Engineering, 1996. **16**(1): p. 3-32.
36. Wu, X., et al., *Induction brazing of Inconel 718 to Inconel X-750 using Ni–Cr–Si–B amorphous foil*. Journal of Materials Processing Technology, 2000. **104**(1-2): p. 34-43.
37. Wu, X., et al., *Brazing of Inconel X-750 to stainless steel 304 using induction process*. Materials Science and Engineering: A, 2000. **288**(1): p. 84-90.
38. Lopez, R.O., H.A. Corrales, and H. Parra, *Soldabilidad en aceros inoxidable y aceros disimiles*. Scientia et technica, 2007. **13**(34): p. 273-278.
39. INDURA, S., *Sistema de Materiales y Soldadura*. Recuperado de [http://www.indura.com.ec/\\_file/file\\_2182\\_manual% 20de% 20soldadura% 20indura](http://www.indura.com.ec/_file/file_2182_manual%20de%20soldadura%20indura), 2007. **202007**.

40. Askeland, D.R., *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Vol. 3. 1998: International Thomson Editores México.
41. Padilla, E.D., *Aplicaciones de los aceros inoxidable*s. Revista del Instituto de Investigación de la Facultad de Ingeniería Geológica, Minera, Metalúrgica y Geográfica, 1999. **2**(3): p. 11-22.
42. Bhadeshia, H. and R. Honeycombe, *Steels: microstructure and properties*. 2017: Butterworth-Heinemann.
43. del Cid, A., et al., *Study of the localised corrosion resistance of the 24.1 Cr22Ni7. 1 Mo superaustenitic stainless steel in mixtures containing chloride and chloride-fluoride ions*. Revista de Metalurgia, 2001. **37**(4): p. 499-508.
44. Mahdavinejad, R. and S. Saeedy, *Investigation of the influential parameters of machining of AISI 304 stainless steel*. Sadhana, 2011. **36**(6): p. 963-970.
45. *Aceros inoxidable*s 2015 [cited 2022 20 de enero ]; Available from: <https://www.americanspecialmetals.com/StainlessSteels.html>.
46. AL-6XN®. [cited 2022 20 de enero]; Available from: <https://www.neonickel.com/es/alloys/aceros-inoxidables/al-6xn/>.
47. Nicholas, M.G., *Joining processes*. 1998: Springer Science & Business Media.
48. Dunford, D.V. and A. Wisbey, *Diffusion bonding of advanced aerospace metallics*. MRS Online Proceedings Library (OPL), 1993. **314**.
49. Lemus, J. and R. Drew, *Diffusion bonding of silicon nitride to titanium*. British ceramic transactions, 2000. **99**(5): p. 200-205.
50. Smith, W.F., et al., *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*. 2006: McGraw-Hill México, DF.
51. Kittel, C., *Introducción a la física del estado sólido*. 2012: Reverté.
52. Adamovic, D. and F. Zivic, *Hardness and Non-Destructive Testing (NDT) of Ceramic Matrix Composites (CMCs)*, in *Encyclopedia of Materials: Composites*, D. Brabazon, Editor. 2021, Elsevier: Oxford. p. 183-201.
53. Raynor, G.V. and V.G. Rivlin, *Phase equilibria in iron ternary alloys--a critical assessment of the experimental literature*. The Institute of Metals, 1 Carlton House Terrace, London SW 1 Y 5 DB, UK, 1988., 1988.

54. Zamora Rangel, L., et al., *Evaluación de una soldadura disimilar de acero inoxidable AL6XN y AISI 316L*. 2011.