

**CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**FACTIBILIDAD DEL USO DE LA TÉCNICA DE NANOINDENTACIÓN Y  
MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (AFM) PARA CARACTERIZAR EL  
CORDÓN DE SOLDADURA UNIDO POR BRAZING DE ALEACIONES  
BASE COBALTO**

**POR**

**GERARDO HERNÁNDEZ GONZÁLEZ**

**MONOGRAFÍA**

**EN OPCIÓN COMO ESPECIALISTA**

**EN TECNOLOGÍA DE LA SOLDADURA INDUSTRIAL**

**Saltillo Coahuila, México**

**agosto de 2016**

**CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**FACTIBILIDAD DEL USO DE LA TÉCNICA DE NANOINDENTACIÓN Y  
MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (AFM) PARA CARACTERIZAR EL  
CORDÓN DE SOLDADURA UNIDO POR BRAZING DE ALEACIONES  
BASE COBALTO**

**POR**

**GERARDO HERNÁNDEZ GONZÁLEZ**

**MONOGRAFÍA**

**EN OPCIÓN COMO ESPECIALISTA EN TECNOLOGÍA DE LA  
SOLDADURA INDUSTRIAL**

**Saltillo Coahuila, México**

**agosto de 2016**

**Corporación Mexicana de Investigación en Materiales**  
**Gerencia de Desarrollo Humano**  
**División de Estudios de Posgrado**

Los miembros del Comité Tutorial recomendamos que la Monografía **FACTIBILIDAD DEL USO DE LA TÉCNICA DE NANOINDENTACIÓN Y MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (AFM) PARA CARACTERIZAR EL CORDÓN DE SOLDADURA UNIDO POR BRAZING DE ALEACIONES BASE COBALTO**, realizada por el alumno **GERARDO HERNÁNDEZ GONZÁLEZ**, con número de matrícula **15ES-195** sea aceptada para su defensa como Especialista en Tecnología de la Soldadura Industrial.

El Comité Tutorial



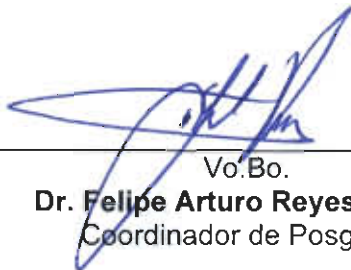
**Dr. Héctor Manuel Hernández García**  
Tutor Académico



**Dr. Pedro Pérez Villanueva**  
Tutor en Planta



**Dra. Marcela Nohemí Ibarra Castro**  
Asesor



Vó.Bo.  
**Dr. Felipe Arturo Reyes Valdés**  
Coordinador de Posgrado

**Corporación Mexicana de Investigación en Materiales**  
**Gerencia de Desarrollo Humano**  
**División de Estudios de Posgrado**

Los abajo firmantes, miembros del Jurado del Examen de especialización del alumno **GERARDO HERNÁNDEZ GONZÁLEZ**, una vez leída y revisada la Monografía titulada **FACTIBILIDAD DEL USO DE LA TÉCNICA DE NANOINDENTACIÓN Y MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (AFM) PARA CARACTERIZAR EL CORDÓN DE SOLDADURA UNIDO POR BRAZING DE ALEACIONES BASE COBALTO**, aceptamos que la referida monografía revisada y corregida, sea presentada por el alumno para aspirar al grado de Especialista en Tecnología de la Soldadura Industrial durante la defensa de la monografía correspondiente.

Y para que así conste firmamos la presente a los 19 días del mes de agosto del 2016.



**Dr. Felipe de Jesús García**  
**Vázquez**  
Presidente



**Dra. Alejandra Hernández**  
**Rodríguez**  
Secretario



**Dr. Héctor Manuel Hernández**  
**García**  
Vocal

# AGRADECIMIENTO

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología y a la Corporación Mexicana de Investigación en Materiales por su patrocinio y por todo el apoyo brindado.

También un sincero agradecimiento a mis asesores, el **Dr. Héctor Manuel Hernández García** y la **Dra. Marcela Nohemí Ibarra Castro**, su esfuerzo y dedicación.

Sus conocimientos, sus orientaciones, su manera de trabajar, su persistencia, su paciencia y su motivación han sido fundamentales para mi formación.

A su manera, se han ganado mi admiración, así como sentirme en deuda con ellos por todo lo recibido durante el periodo de tiempo que ha durado la especialidad.

## DEDICATORIA

Dedico esta monografía a mis padres quienes me apoyaron todo el tiempo. A mis maestros quienes nunca desistieron al enseñarme. A mis compañeros de estudio, y amigos, a los sinodales quienes revisaron la monografía y a todos los que me apoyaron para escribir y concluir esta monografía.

Para ellos es esta dedicatoria de tesis, pues es a ellos a quienes se las debo por su apoyo.

# INDÍCE

<b>1</b>	<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>2</b>
1.1	ANTECEDENTES .....	2
1.2	OBJETIVOS .....	3
1.2.1	OBJETIVO GENERAL .....	3
1.2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	3
1.3	JUSTIFICACIÓN .....	3
1.4	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	4
1.5	APORTACIÓN TECNOLÓGICA .....	4
1.6	ALCANCE .....	4
<b>2</b>	<b>ESTADO DEL ARTE.....</b>	<b>5</b>
2.1	PROCESOS DE BRAZING.....	5
2.1.1	BRAZING POR FASE LÍQUIDA TRANSITORIA (TLP) .....	7
2.1.1.1	FUSIÓN DE LA CAPA INTERMEDIA Y TIEMPO DE DISOLUCIÓN .....	7
2.1.1.2	HOMOGENIZACIÓN DE LA UNIÓN.....	11
2.1.1.3	SOLIDIFICACIÓN ISOTÉRMICA.....	12
2.1.2	BRAZING AL VACÍO.....	15
2.1.3	BRAZING POR INDUCCIÓN .....	16
2.1.4	BRAZING UTILIZANDO SOPLETE .....	19
2.1.5	BRAZING EN HORNO .....	20
2.1.6	BRAZING POR RESISTENCIA .....	21
2.1.7	BRAZING POR INMERSIÓN .....	22
2.2	PARÁMETROS DE SOLDADURA POR BRAZING.....	22
2.2.1	TEMPERATURA .....	22
2.2.2	TIEMPO.....	22
2.2.3	METAL DE APORTE .....	23
2.2.4	USO DE NANOPARTÍCULAS EN EL PROCESO BRAZING.....	23
2.3	MICROESTRUCTURAS DE ALEACIONES DE COBALTO.....	23

2.3.1	USO DE ALEACIONES DE COBALTO .....	27
2.4	MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA (AFM) .....	28
2.4.1	MODO DE CONTACTO .....	31
2.4.2	MODO DINÁMICO .....	31
2.4.3	OTRAS VARIANTES DEL USO DEL AFM EN MEDIOS ACUOSOS .....	33
2.5	MÉTODOS DE MEDICIÓN DEL MÓDULO ELÁSTICO .....	36
2.5.1	MEDICIÓN DEL MÓDULO ELÁSTICO MEDIANTE EL ENSAYO DE TENSIÓN UNIAxIAL .....	36
2.5.2	MEDICIÓN DEL MÓDULO ELÁSTICO POR ULTRASONIDO .....	39
2.5.3.	MEDICIÓN DEL MÓDULO ELÁSTICO POR MEDIO DE NANOINDENTACIÓN INSTRUMENTADA.....	39
2.5.3.1	INDENTACIÓN CONVENCIONAL CONTRA INSTRUMENTADA .....	39
2.5.3.2	CÁLCULO DE DUREZA .....	41
2.5.3.3	CÁLCULO DEL MÓDULO ELÁSTICO .....	42
2.5.3.4	VERIFICACIÓN Y CALIBRACIÓN DEL INSTRUMENTO DE NANOINDENTACIÓN .....	43
2.6	APLICACIONES DE LA NANOINDENTACIÓN INSTRUMENTADA.....	44
2.6.1	APLICACIONES BIOMÉDICAS.....	44
2.6.2	APLICACIONES EN TRATAMIENTOS TÉRMICOS .....	45
2.6.3	ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL EN ACEROS DE FASE DUAL (DP) UNIDOS POR SOLDADURA POR PUNTOS. ....	46
2.6.4	MEDICIÓN DE ESFUERZOS RESIDUALES EN SOLDADURA POR FRICCIÓN AGITACIÓN EN ALEACIONES DE ALUMINIO.....	49
<b>3</b>	<b>ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>51</b>
<b>4</b>	<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>53</b>
	BIBLIOGRAFÍA .....	55
	LISTADO DE FIGURAS .....	59
	LISTADO DE TABLAS .....	61



# SÍNTESIS

En la actualidad se están aplicando capas delgadas de aleaciones de base Co mediante la técnica de brazing, con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas en aplicaciones a altas temperaturas conocidas como barreras térmicas en componentes de turbinas.

Una de las propiedades mecánicas más importantes en determinar es el módulo elástico o módulo de Young. En este caso, es necesario utilizar una técnica que permita evaluar el módulo elástico de diferentes fases de un cordón de soldadura. Para este fin, es imprescindible que el instrumento cuente con una resolución en nanómetros para asegurar que los datos de la medición corresponden a la fase evaluada y no a las adyacentes. Por este motivo, se utiliza la técnica de nanoindentación para la caracterización de fases y zonas en escala de nanómetros.

Por otro lado, la técnica de AFM utilizada para caracterizar la topografía de superficies delgadas, permite obtener información relevante sobre el efecto del tiempo de brazing en otros parámetros.

En este trabajo monográfico se recopiló información sobre el fundamento y aplicaciones de las técnicas de nanoindentación y AFM para caracterizar cordones de soldaduras unidos por brazing de aleaciones base Co.

# 1 INTRODUCCIÓN

## 1.1 ANTECEDENTES

Las aleaciones de base Co se utilizan en la fabricación de componentes para la industria aeroespacial, entre ellos se encuentran las turbinas impulsadas por gas. Estas aleaciones se caracterizan por tener excelentes propiedades mecánicas a altas temperaturas bajo servicio. Para soldar este tipo de aleaciones se utiliza el proceso de brazing, ya que permite que la microestructura y la composición química del cordón de soldadura, sean semejantes a las del material base. Lo que no es posible lograr con técnicas como GMAW, SMAW, GTAW etc. Por lo tanto, el brazing es empleado para la reparación de componentes aeroespaciales.

Por otro lado, la adición de nanopartículas de tungsteno (W) se han estado empleando para modificar los intermetálicos  $\sigma$ ,  $\mu$ ,  $\chi$  y Laves; mediante la formación de barreras difusivas del mismo elemento (W) que impiden la difusión del Cr, Ni y Mo, ya que enriquecen los intermetálicos antes mencionados.

Sin embargo, no se han realizado mediciones de los módulos elásticos en las zonas de unión del cordón de soldadura mediante el empleo de nanopartículas de W. Por lo tanto, en este trabajo monográfico se establecerá mediante el análisis bibliográfico, la factibilidad del uso de la nanoindentación-AFM en superaleaciones base Co unidos mediante nanopartículas de W por el proceso brazing.

## 1.2 OBJETIVOS

### 1.2.1 OBJETIVO GENERAL

Recopilar y analizar el estado del arte sobre la medición del módulo de Young (elástico) mediante la técnica de Nanoindentación y caracterización topográfica por AFM (por sus siglas en inglés, Microscopía de Fuerza Atómica) en cordones unidos por brazing en aleaciones base cobalto.

### 1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1) Revisar el estado del arte acerca de la medición del módulo elástico mediante la nanoindentación.
- 2) Analizar la literatura acerca del uso de las aleaciones base Co unidas por brazing.
- 3) Describir el principio del uso de la técnica del AFM y las aplicaciones para caracterizar cordones de soldadura.

## 1.3 JUSTIFICACIÓN

La evaluación del módulo elástico por métodos convencionales (ensayo de tensión uniaxial) requiere del empleo de galgas extensiométricas en muestras con una previa preparación de maquinado. El valor elástico medido asigna un valor global del material. No obstante, las muestras unidas por Brazing comúnmente tienen tres zonas: 1) Metal base, 2) Zona Isotérmica y 3) Zona de Fusión, por lo que es necesario evaluar por cada zona el módulo de elasticidad. Asimismo, en los cordones de soldadura se forman fases de diferentes tipos y tamaños, por lo se requiere conocer el valor elástico de las mismas. Esto con el fin de obtener un valor necesario como dato para una ecuación matemática o establecer fenómenos de endurecimiento en las zonas de unión. Por otro lado, en combinación con la técnica del AFM se obtendrá medidas de huella que produjo el nanoindentador y una caracterización topográfica a detalle de las fases a escala nanométrica.

#### **1.4 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

Para obtener el módulo elástico de diferentes fases de un cordón de soldadura obtenido por brazing, es necesario utilizar una técnica como la nanoindentación-AFM. Debido a que en el proceso brazing solidifican diversas zonas como son: Zona de solidificación isotérmicas y de fusión. En ésta última zona se forman una variedad de fases, carburos y precipitados de diversos tamaños (micras a nanométricos) que se forman y crecen en función de la temperatura y tiempo. Por lo tanto, es recurrente en saber los valores elásticos por zonas y de las fases.

#### **1.5 APORTACIÓN TECNOLÓGICA**

Las técnicas de la nanoindentación y AFM permiten un modo de caracterizar cordones de soldadura, con el fin de obtener valores del módulo elástico por fase o en general y, la descripción secuencial por AFM de la disolución de fases por temperatura, corrosión, etc.

#### **1.6 ALCANCE**

El análisis bibliográfico se enfocará exclusivamente a la técnica de nanoindentación, con el fin de obtener una constante elástica. Así mismo, se discutirá la ventajas del uso de la información topográfica por AFM que permita caracterizar micro o nanométricamente fases, carburos o precipitados en las zonas de fusión, isotérmica o metal base.

## 2 ESTADO DEL ARTE

### 2.1 PROCESOS DE BRAZING

La soldadura brazing es un proceso de unión de dos piezas en la cual mediante calor y un material de aporte, se funde a una temperatura superior a  $450^{\circ}\text{C}$  y, por debajo del punto de fusión de las piezas soldadas. La presentación y composición química del material de aporte varía según el material de las piezas a unir. El brazing se utiliza comúnmente para unir piezas de aleaciones de cobre, plata, níquel, cobalto, aluminio y magnesio. Esta técnica produce uniones de buena calidad con poco material de aporte, en comparación con otras técnicas de soldadura como GMAW, SMAW, GTAW, etc. Uno de los principios físicos importantes es el flujo capilar entre el material de aporte y el metal base. El brazing necesita que el material de aporte humecte la superficie del metal base para penetrar en la unión. Las dos piezas deberán espaciarse de modo que permitan una acción capilar eficiente. En términos más específicos, la capilaridad es un resultado de la tensión superficial entre los metales base y el material de aporte, promovida por el ángulo de contacto entre ellos. Un ángulo de contacto menor a  $90^{\circ}$  entre el sólido y el líquido indica mojabilidad. Cuando el ángulo de contacto es mayor de  $90^{\circ}$  indica que no ha humectado, ver Figura 2.1 (1).

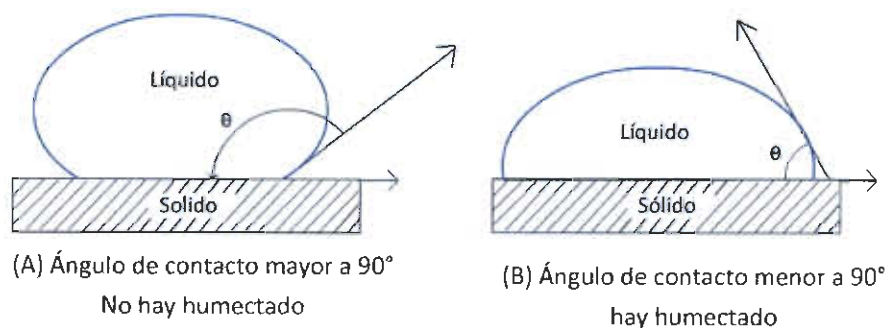


Figura 2.1 Ángulo de humectado (1).

Antes de llevar a cabo el proceso brazing, las superficies de las piezas a unir se limpian mediante procesos mecánicos o químicos para eliminar contaminantes y óxidos. Terminada la etapa de limpieza se recubren con fundente, que actúan como depresores del punto de fusión del metal base (2). Asimismo, este fundente disuelve los óxidos metálicos y además evita una posible re-oxidación (3). Posteriormente, el área de unión se calienta hasta que el fundente funde, lo que a su vez limpia el metal base y evita la oxidación. Finalmente, la pieza se enfría y solidifica llevando a cabo la unión del metal. Una fluidez elevada, es una característica necesaria en los metales de aporte; al mismo tiempo que la acción capilar debe ser lo suficiente alta para contener al metal de aporte viscoso en la unión (1).

En el proceso brazing se utilizan gases o mezclas de hidrógeno, argón y/o amoníaco disociado, para el control de atmosfera. En el caso de las aleaciones susceptibles a la oxidación (titanio, zirconio y metales refractarios), se utiliza vacío (1).

En ocasiones, se utilizan sujetadores para mantener las piezas alineadas dentro del horno. En este caso los sujetadores deberán colocarse lejos del área de unión para minimizar la pérdida de calor por conducción. El sujetador debe tener una elevada resistencia mecánica a la temperatura de brazing, con el fin de mantener el ensamble y no fundirse en los puntos de contacto. Generalmente, los sujetadores se fabrican con materiales cerámicos o se diseñan como aislantes térmicos. Una vez finalizado el proceso de brazing, se eliminan los residuos del fundente con agua caliente. El aspecto físico del fundente saturado con óxidos es vidrioso y difícil de eliminar; no obstante, la mayor parte de éstos son eliminados junto con el fundente. Sin embargo, en el caso de los óxidos de cromo, aluminio, titanio y manganeso es necesario aplicar un tratamiento especial para eliminarlos (1).

Los procesos de brazing se nombran de acuerdo con las fuentes o los métodos de calentamiento. Algunos ejemplos de unión por brazing son los siguientes: brazing con soplete, en horno, por inducción, por resistencia, por inmersión y al infrarrojo (1).

### 2.1.1 BRAZING POR FASE LÍQUIDA TRANSITORIA (TLP)

Utilizar este tipo de proceso, tiene como ventaja que la microestructura y composición química del cordón de soldadura son semejantes a las del material base. Se utiliza un metal de aporte de composición química cercana a la eutéctica o que tiene la capacidad de formar un eutéctico por difusión con el material base. Básicamente, se requiere que el metal de aporte alcance una temperatura de fusión formando una fase líquida para iniciar la difusión en estado líquido entre el metal base y el metal de aporte. Posteriormente, el material base se disuelve en el fundido. En consecuencia, se conduce a la homogeneización de la zona fundida. Finalmente, prosigue una solidificación isotérmica (difusión en estado sólido), permaneciendo constantes en esta etapa, las concentraciones de soluto y el tiempo que se necesita para solidificar. La literatura sugiere que el proceso de TLP favorece la formación de un eutéctico (4).

El proceso TLP presenta las etapas siguientes:

- Fusión de la capa intermedia
- Disolución del material base
- Homogeneización de la unión
- Solidificación isotérmica

#### 2.1.1.1 FUSIÓN DE LA CAPA INTERMEDIA Y TIEMPO DE DISOLUCIÓN

Reportes en la literatura (5) detallan el efecto de los elementos altamente difusivos como el boro, durante el proceso brazing considerando el punto invariante eutéctico, ver Figura 2.2.

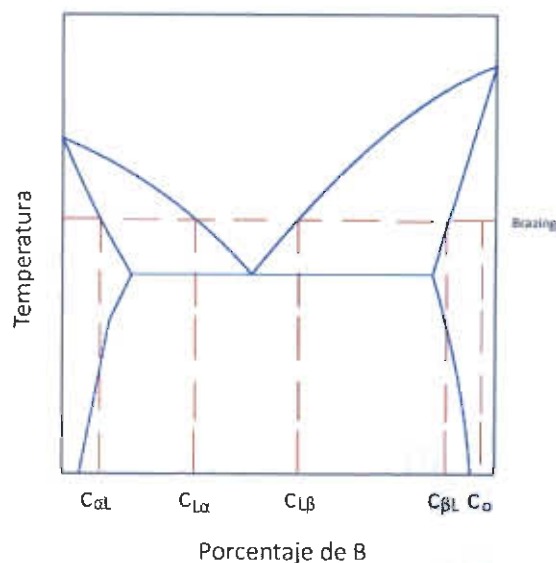


Figura 2.2 Diagrama binario de reacción invariante eutéctica (5).

En la Figura 2.3 (a), se muestra el perfil de composición inicial del metal base. Una vez que inicia la entrada de calor comienza la difusión, formándose una capa estrecha de líquido en cada lado de la intercara. De esta manera se tiene un perfil de composición química distinta, como se muestra en la Figura 2.3 (b). En consecuencia, se presentan dos regiones con sólidos disueltos en una fase líquida que incrementan en espesor mientras que la intercara sólida disminuye. En el momento en que la intercara del sólido es consumida, se tiene sólo una única zona líquida de composición que va desde  $C_{L\alpha}$  a  $C_{L\beta}$ , como se muestra en la Figura 2.3 c, d y e. El líquido contiene sólidos de  $\alpha$  y  $\beta$  (5).

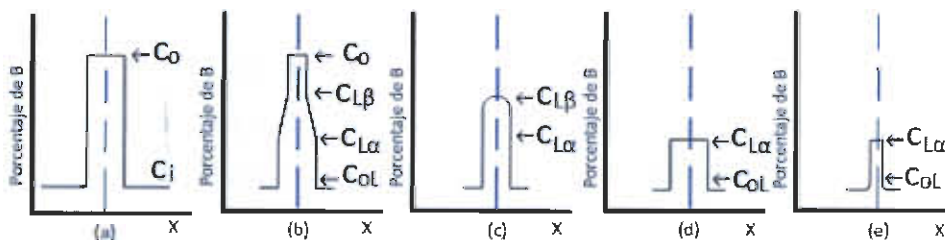


Figura 2.3 Ilustración del perfil de fases formadas durante la etapa de disolución en el brazing en función de la concentración de soluto en el líquido (5).



Cabe mencionar que la Figura 2.3 muestra la variación la composición sólido-líquido en función de la intercapa en el proceso de brazing. De la Figura 2.3 (a) a la Figura 2.3 (c) fusión de la capa intermedia; Figura 2.3 (d) Disolución del material de sustrato; Figura 2.3 (e) Solidificación isotérmica.

En las siguientes ecuaciones, Ramírez y Liu, proponen que el tiempo de difusión ( $t_d$ ) de una capa de espesor  $2h$ , a una temperatura específica es calculada mediante la ecuación [1] (5).

$$t_d = \frac{(2h)^2}{16K^2D_L} \quad [1]$$

Donde  $D_L$  es la difusión del boro en la fase líquida ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ) y  $K$  es una constante que depende del sistema de aleación. No obstante,  $K$  se obtiene de la ecuación [2].

$$\frac{C_{LB}}{C_O} = \text{erf}(K) \quad [2]$$

$C_O$  y  $C_{LB}$  concentraciones definidas por el eutéctico  $\text{Ni}_3\text{B}$  (porcentaje que se encuentra en el diagrama de equilibrio Níquel-Boro). A las temperaturas de  $1125$  y  $1150^\circ\text{C}$ ,  $K$  tiene valores de  $0,78$  y  $1,10$ , respectivamente. Debido a la falta de datos divulgados para la difusión del boro en el líquido, Ramírez (5) establece valores de  $D_L = 1,0 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{s}$  ( $104 \mu\text{m}^2/\text{s}$ ) (5).

Considerando los valores anteriormente mencionados y substituyendo en las ecuaciones [1] y [2], se obtiene el gráfico del tiempo de disolución en función del espesor de capa del sistema Ni-Ni<sub>3</sub>B (Figura 2.4). Se aprecia que al incrementar la temperatura, el tiempo de disolución disminuye, debido a las elevadas tasas de difusión que se generan en la intercapa líquida con el metal base (5).

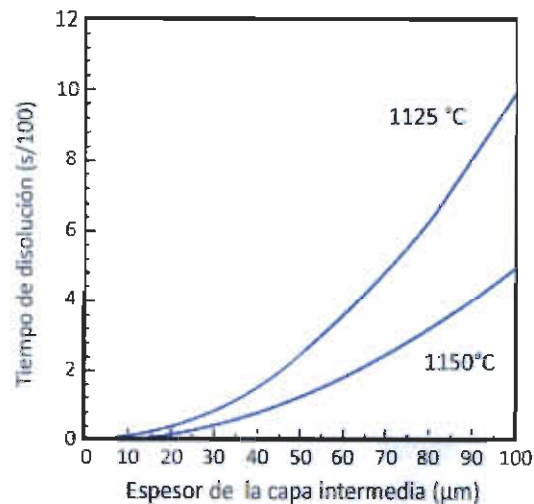


Figura 2.4 Gráfico del tiempo de disolución en función del espesor de la capa intermedia (5).

Una vez que la capa líquida está en contacto con el metal base adyacente, ocurre un incremento en la velocidad de difusión de los elementos de la aleación. Los elementos presentes en la fase líquida se difunden en el metal base (en estado sólido); mientras los elementos del metal base migran hacia la fase líquida dando lugar a la homogenización de la región del líquido. Lo anterior propicia una mayor fusión del metal base. Esto se ejemplifica específicamente en la Figura 2.3 (d) (5).

La transferencia de elementos altamente difusivos se lleva a cabo del sólido al líquido, o viceversa, aunque el fenómeno difusivo depende de las propiedades atómicas del elemento en el sólido y líquido. La tasa de transferencia de masa, es una función de los gradientes de concentración de los elementos de aleación en el sistema (5).

La transferencia de masa isotérmica (temperatura constante) del sólido al líquido ocurre en dos pasos secuenciales. En primer lugar, se producirá una reacción superficial en la que los átomos difunden del sólido en la fase líquida (Figura 2.5). En segundo lugar, los átomos acumulados en la zona junto a la interfaz sólido-líquido migrarán a la mayor parte del líquido (5).

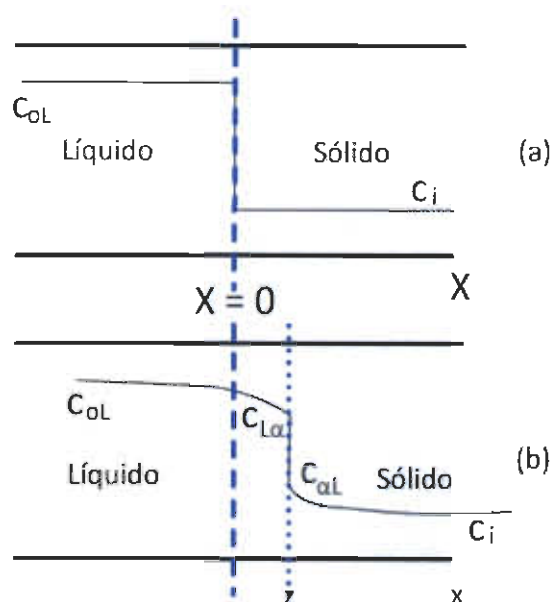


Figura 2.5 Esquematación de la homogenización de la región líquida (5).

#### 2.1.1.2 HOMOGENIZACIÓN DE LA UNIÓN

Cuando se mantiene la unión solidificada a la temperatura de brazing, se activa el proceso de difusión de los elementos en la región de la unión en el metal base. Lo anterior permite una distribución uniforme de los elementos de la aleación. Por lo tanto, la composición final y la microestructura de la unión por brazing se asemejan a la del metal base (5).

Según el modelo matemático desarrollado por Ramírez et. al (5), el tiempo necesario para reducir la concentración del soluto en la línea central de la unión, de  $C_0$  a un nivel requerido  $C_r$  (concentración después de homogenización), está dada por la ecuación [3]. En la Figura 2.6 donde se observa el tiempo requerido para reducir la concentración de boro en la parte central de la unión en función del espesor de la intercapa, del sistema Ni-Ni<sub>3</sub>B-Ni, donde  $K_1$  y  $K_2$  están definidas en las ecuaciones [4] y [5].

$$t = \left( \frac{t}{k_2^2} - \frac{1}{k_1^2} \right) \frac{(2h)^2}{16D_s} \quad [3]$$

Donde.

$$\frac{C_{\alpha L}}{C_0} = \text{erf}(K_1) \quad [4]$$

$$\frac{C_r}{C_0} = \text{erf}(K_2) \quad [5]$$

$C_{\alpha L}$  = Concentración líquido en la fase  $\alpha$

$C_0$  = Concentración Inicial

$C_r$  = Concentración después de la homogenización

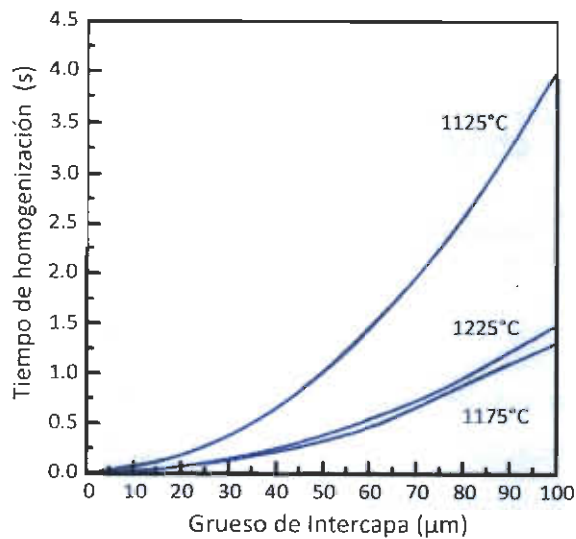


Figura 2.6 Tiempo de homogenización (5).

### 2.1.1.3 SOLIDIFICACIÓN ISOTÉRMICA

Cuando la concentración de la zona de líquido alcanza la  $C_{L\alpha}$  cambian las condiciones del entorno difusivo y la concentración del soluto. Por ende, el soluto difunde completamente hacia el metal base. Esto conducirá a un cambio de composición en la unión y elevará el punto de fusión de la capa de líquido. Como resultado de esto, comenzará la solidificación isotérmica revirtiendo la dirección del movimiento de la intercara. (Figura 2.7) Entre mayor difusión se lleve a cabo en la capa líquida eventualmente desaparece

(Figura 2.3 e). Contrariamente a las anteriores etapas, la solidificación isotérmica que se produce en la región de líquido, es un proceso lento. Es importante mencionar que esta zona isotérmica adquiere las propiedades mecánicas del metal base, esto resulta benéfico para la unión. Además, en esta etapa inicia propiamente la difusión en estado sólido del brazing (5).

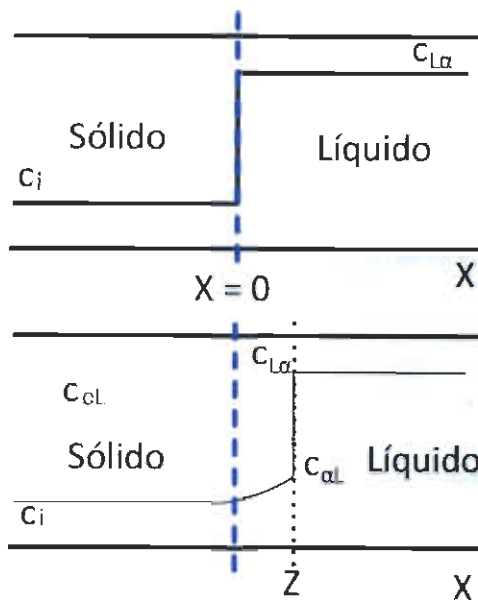


Figura 2.7 Solidificación isotérmica (5).

Por otro lado, el análisis de la solidificación isotérmica se describe a continuación bajo las siguientes condiciones: Difusión unidimensional, líquido-estático, coeficiente de difusión constante, equilibrio en la interface y zona constante de interface sólido-líquido (5).

El desplazamiento de la interface sólido-líquido, (5)  $Z$  y el tiempo de solidificación  $t_s$  se establecen mediante las siguientes ecuaciones [6] y [7].

$$Z = \gamma_s \sqrt{4D_s t_s} \quad [6]$$

$$\gamma_s = \frac{C_{OL} - C_{L\alpha}}{C_{L\alpha} - C_{\alpha L}} * \frac{\exp(-\gamma_s^2)}{1 + \text{erf}(\gamma_s)} * \frac{1}{\sqrt{\pi}} \quad [7]$$

$C_{OL}$  = Concentración inicial

$$C_{\alpha L} = M_S(T_{MA} - T) \quad [8]$$

$$C_{L\alpha} = M_L(T_{MA} - T) \quad [9]$$

Donde:

$M_S$  = Pendiente de la línea de solidus

$M_L$  = Pendiente de la línea de liquidus.

$T_{MA}$  = Es la temperatura de fusión del metal A

Utilizando ecuaciones [8] y [9], se obtiene la siguiente ecuación. [10]

$$\frac{C_{L\alpha} - C_i}{C_{L\alpha} - C_{\alpha L}} = \frac{M_S}{M_L - M_S} - \frac{C_i}{(M_L - M_S)(T_{MA} - T)} \quad [10]$$

En el trabajo mencionado se utilizaron cupones de níquel de alta pureza (5) por lo que el  $C_i$  (concentración inicial del boro en el metal base) es asumido igual a cero, eliminando así la necesidad conocer la temperatura. Sustituyendo la ecuación [7] en [10],  $\gamma_s$  es descrita en la ecuación [11].

$$\gamma_s = \frac{M_S}{M_L - M_S} * \frac{\exp(-\gamma_s^2)}{1 + \text{erf}(\gamma_s)} * \frac{1}{\sqrt{\pi}} \quad [11]$$

La Figura 2.8 muestra una secuencia de solidificación de la zona isotérmica del cordón de soldadura del sistema Ni-Ni<sub>3</sub>B-Ni. Comparativamente, se aprecia que la Figura 2.8 (a) y (b) no tienen una zona isotérmica, ya que el material solidificado muestra que se generó una gran cantidad de líquido durante el brazing. Por lo tanto, tiene mayor microsegregación y esto provoca una disminución en las propiedades mecánicas. En contraste, la Figura 2.8 (c) muestra la formación de la zona isotérmica sin presentar zonas de microsegregación. Este tipo de solidificación tiene valores en propiedades mecánicas semejantes al del metal base (5).

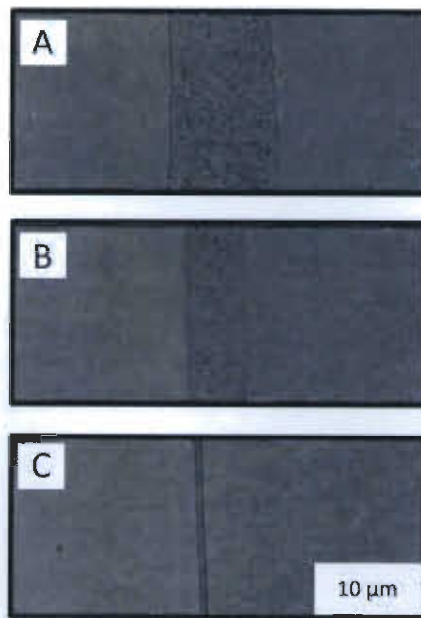


Figura 2.8 Secuencia y formación de la zona isotérmica en función del tiempo (5).

### 2.1.2 BRAZING AL VACÍO.

El brazing al vacío produce uniones de componentes metálicos con buena resistencia mecánica. Los hornos que se utilizan para este proceso comúnmente manejan vacíos de  $1 \times 10^{-3} \text{ torr}$  a  $1 \times 10^{-6} \text{ torr}$  (Figura 2.9). Este proceso es ampliamente utilizado en las industrias como un medio efectivo y económico que ofrece ciertas ventajas sobre otros procesos de soldadura convencionales. El brazing al vacío se utiliza para unir ensambles complicados entre secciones gruesas y delgadas, así como geometrías complejas. En el proceso convencional de brazing, es necesario que se mantenga un espacio de unión aproximadamente de 0 -1.5 mm para asegurar la atracción capilar. Además, una propiedad esencial de este proceso es la difusión de unión entre el metal de aporte y el metal base, lo cual da como resultado un cordón de soldadura de resistencia y dureza similar al del metal base. Este proceso también es utilizado en la reparación de componentes de turbinas de gas fabricados con aleaciones base níquel, principalmente (6). El uso de metales de aporte que contienen boro forma eutécticos por difusión en la intercapa con el metal base (6). Reportes en la literatura (6) establecen que el contenido de silicio en el metal de aporte forma fases intermetálicas duras

y frágiles que disminuyen las propiedades mecánicas. De igual forma, la formación de constituyentes eutécticos y otras partículas de segundas fases (6).

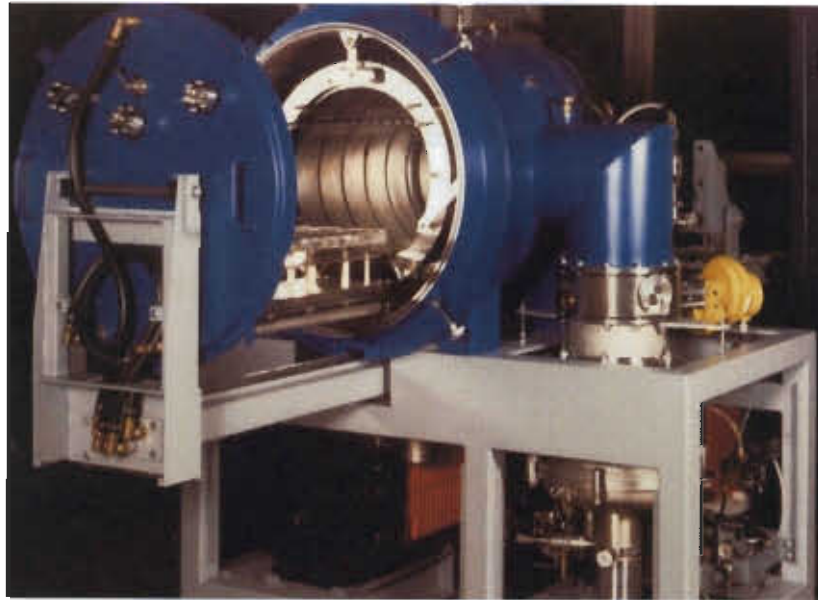


Figura 2.9 Horno de alta temperatura y vacío (7).

### 2.1.3 BRAZING POR INDUCCIÓN

Es un proceso por el cual las superficies de los componentes que van a ser unidos son calentados a la temperatura de brazing mediante la energía eléctrica suministrada por un equipo de inducción (Figura 2.10). Cuando la corriente circula a través de una bobina, se genera un campo magnético que varía con la corriente que a su vez depende del número de espiras de la bobina. Si un objeto metálico se sitúa en el campo de acción de la bobina se inducen corrientes eléctricas en él. La resistencia que ofrece el material al paso de la corriente es la que proporciona el calor necesario para la realización de la soldadura. Por tanto, el calor va a estar limitado a unas capas delgadas cercanas al inductor. La distribución del calor a otras áreas es por conducción térmica. La respuesta del campo electromagnético generado depende de la frecuencia de la corriente alterna, la naturaleza de los materiales, el diseño de la bobina y la distancia entre el inductor y el componente a soldar (8).



Las corrientes inducidas son más activas en la superficie del objeto, y van disminuyendo hacia el centro; Esto debido a las corrientes inducidas generadas dentro de la pieza, que tienen su propio campo magnético en contraposición a la bobina, impidiendo que las líneas magnéticas producidas por la bobina penetren en el interior de la pieza. El incremento de la frecuencia de la corriente alterna disminuye la profundidad de penetración y por lo tanto, la zona calentada en la pieza de trabajo es menor. Los rangos de frecuencia varían entre 60 Hz y 450 KHz. Comparativamente, los materiales que tienen mayor resistencia eléctrica (por ejemplo aceros inoxidable), poseen una mayor profundidad de penetración que los materiales de aluminio y cobre (8).



Figura 2.10 Unión entre un tubo de Cu y un accesorio de latón mediante brazing por inducción (9).

La capacidad ferromagnética de los materiales no afecta a la profundidad de la zona calentada por medio de inducción, debido a que las temperaturas de soldeo son generalmente superiores a la temperatura de Curie, donde el material se hace no magnético. El éxito del proceso de inducción depende de manera notable del diseño del inductor, que debe tener las dimensiones y configuración ideales para contar con una óptima distribución de calor en el montaje. Un diseño adecuado minimizará el tiempo de calentamiento que a su vez, reducirá la oxidación y disminuirá los tiempos de producción. Los inductores se obtienen a partir de tubos de cobre, con el fin de aprovechar su elevada conductividad, disponibilidad y bajo costo, y utilizan un sistema de enfriamiento por agua además de tienen un recubrimiento cerámico para

evitar la formación de arcos eléctricos entre la bobina y la pieza de trabajo. El índice de calor varía inversamente con la distancia entre el inductor y la pieza, esta relación es no lineal, por lo que el calor suministrado cae muy rápidamente cuando la distancia se incrementa hasta que en una cierta separación, el efecto electromagnético cesa (8).

Ventajas del proceso (1):

- La alta potencia resulta en un calentamiento rápido y concentrado que reduce el tiempo de producción, minimiza la oxidación, haciendo más sencillos los procesos de limpieza posteriores, disminuye el área afectada térmicamente y además reduce el riesgo de deformación de las piezas.
- Al ser el calor dirigido directamente al interior de la pieza, y al tener la máquina un elevado rendimiento, se reduce el uso de energía. A su vez, esto genera menor riesgo originando un ambiente de trabajo más agradable que los métodos convencionales.
- Posible automatización del proceso de soldadura lo que se traduce en un proceso fácil de ejecutar y repetitivo.
- El proceso emplea cantidades predeterminadas de material de aporte, ya sea en forma de lámina, anillos etc., por lo que se evita la posibilidad de utilizar más aleación que la necesaria.

Limitaciones del proceso (1):

- El tiempo de preparación llega a ser superior en algunos casos en relación con otros procesos. Esto se debe a que el material de aporte tiene que ser precolocado en algunas aplicaciones.
- Dificultad en el calentamiento de piezas complejas ya sea por la forma que tenga el inductor como por la necesidad de espacio para poder colocar la pieza dentro del inductor.

#### 2.1.4 BRAZING UTILIZANDO SOPLETE

En este tipo de técnica se aplica fundente en la superficie de las piezas y se usa un soplete para dirigir la flama cerca de la unión. Se utiliza una flama neutra para reducir la oxidación. Las áreas de la unión se calientan y luego se agrega el material de relleno en forma de alambre, varilla o pastas metálicas. Esta técnica se utiliza para soldar acero al carbono, acero inoxidable, aleaciones de níquel, hierro gris y maleable, titanio, monel, inconel, acero para herramientas, aluminio, latón, fundiciones, cobre y sus respectivas aleaciones. El calentamiento se realiza con uno o más sopletes de gas, dependiendo de la temperatura requerida, se emplean los siguientes gases: acetileno, propano, butano, etc. Es recomendable mover el soplete para evitar calentamiento local, una variante del proceso es mecanizar y automatizar el movimiento del o los sopletes si se requiere unir elementos en serie. Al momento de efectuar la soldadura se debe mantener el extremo de la varilla de aporte constante en la llama, sin agitarla en el baño de soldadura. Es mejor balancear la llama moviéndola en dirección al eje de unión soldada y no transversalmente (10).

El brazing por soplete necesita protección con fundente para evitar la oxidación. No es recomendable sobrecalentar el metal base y el metal de aporte ya que éste difundirá con rapidez y saldrá de la unión por efecto de la gravedad. La soldadura debe realizarse en un solo paso. En caso extremo de hacer repeticiones debe precalentarse la unión en el lugar donde se empiecen dichas repeticiones. Como regla general si se requieren varias pasadas, se debe usar soldadura por arco. Al finalizar la soldadura se debe proteger el metal fundido manteniéndolo bajo la llama reductora hasta la solidificación del material de aporte. La técnica con soplete es la más sencilla, ya que le permite ver al operador la unión que está realizando y controlarla, direccionando el calor hacia la unión. Es necesario tener control de la composición química de la llama, porque existe el riesgo de combustión excesiva del elemento de aleación (llama excesivamente oxidante) o de una carburación (llama excesivamente reductora), por lo que se tendrá un desconocimiento sobre la calidad real de la unión. La boquilla del soplete debe ser pequeña para que

produzca el calor necesario, la mezcla de gases al forzar su salida por un orificio mas pequeño provoca el incremento de la velocidad obteniendose una mayor temperatura (10).

### 2.1.5 BRAZING EN HORNO

Para poder utilizar este proceso se necesita que los elementos a unir se sostengan dentro del horno por medio de guías, y que la varilla de aporte se coloque en contacto con las superficies a unir. Es recomendable que el calentamiento sea de manera uniforme evitando el calentamiento local. La fuente de calor proviene por combustión de gas o bien utilizando resistencias eléctricas; El control de temperatura es una de las variables importantes del proceso, por esto se recomienda que el horno cuente con un control automático de temperatura. Las piezas a soldar se calientan en el horno hasta llegar a temperatura de brazing, luego el metal de aporte se funde penetrando en la unión. Es necesario calentar hasta lograr que el metal de aporte fluya al interior de la unión. No se debe sobrecalentar ya que se daría una excesiva interacción entre los metales de aporte y base. El tiempo de calentamiento depende del espesor de las partes a unir. Existen varios tipos de hornos: de lotes, de vacío (aplicación en campo aeroespacial y nuclear), continuos que necesitan aire o atmósfera controlada. Los hornos tipo lote calientan por individual cada carga de trabajo mientras que los hornos continuos reciben flujo constante de elementos para unir (Figura 2.11). En el caso de calentamiento por horno, el proceso consiste en limpiar las superficies de unión, colocar la junta y colocar el material de aporte con el fundente; la entrada de los elementos al horno generalmente es por bandas transportadoras (10).

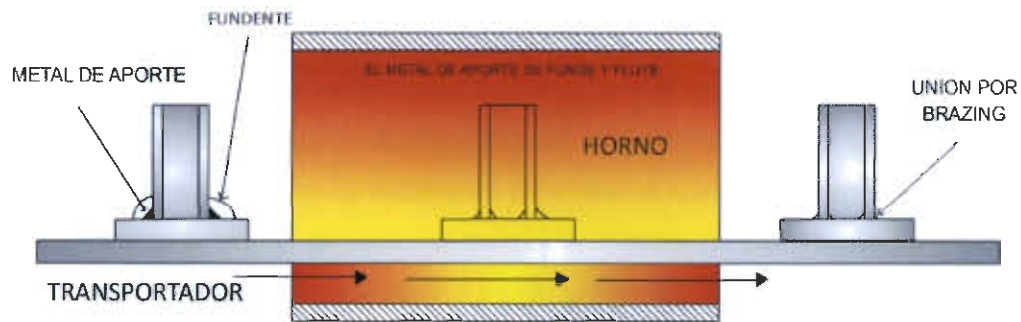


Figura 2.11 Proceso de soldadura fuerte en horno continuo (1).

La regulación de la llama del horno es importante, lo ideal es utilizar llama neutra o ligeramente reductora. Una variación del brazing en horno, es el brazing al infrarrojo, el calentamiento se suministra por radiación luminosa de onda larga que proviene de lámparas de cuarzo de alta intensidad (5000 watts energía radiante). Con ayuda de reflectores se enfoca la radiación a los elementos de la unión (10).

#### 2.1.6 BRAZING POR RESISTENCIA

Por medio de los electrodos se conduce corriente eléctrica, las piezas a unir forman parte del circuito eléctrico, el material de aporte es colocado previo al paso de corriente y los fundentes en este caso se escogen según su conductividad. El procedimiento es semejante al proceso de soldadura por puntos, es decir, las piezas son sostenidas por dos electrodos que generalmente son de tungsteno, molibdeno, grafito y en ocasiones de acero. Para el caso de las varillas de aporte con contenido de plata es necesario proteger la unión con atmósfera o usar fundente húmedo debido a que los fundentes secos se comportan como aislantes. Una de las desventajas de este procedimiento es el sobrecalentamiento debido a la falta de un control del flujo de corriente. También al sobrepasar el tiempo de exposición se provoca oxidación. El espesor grueso del metal base, dificulta que la corriente circule por la superficie, causando que los electrodos sufran daños (10).

### 2.1.7 BRAZING POR INMERSIÓN

Los dos métodos más usados son: baño de metal fundido y baño químico fundido. El método de baño de metal fundido consiste en calentar un crisol de grafito hasta la temperatura necesaria para que el metal de aporte fluya, se debe garantizar que el tamaño del crisol y el método de calentamiento sean los correctos para alcanzar la temperatura de brazing. Esta técnica sirve para unir elementos pequeños y requiere de fundente. El método de baño químico fundido requiere calentamiento del fundente en un recipiente hasta el rango de temperatura de soldadura brazing, en este caso el material de aporte se coloca previamente y se requiere de limpieza y precalentamiento de las piezas para garantizar que la temperatura del fundente sea menor que el rango de temperatura brazing. La limpieza posterior es obligatoria debido a que el fundente se adhiere a la unión.

## 2.2 PARÁMETROS DE SOLDADURA POR BRAZING

### 2.2.1 TEMPERATURA

En soldadura brazing se requiere que el metal de aporte alcance una temperatura de fusión, con el objeto de formar una fase líquida y así iniciar la difusión entre el metal base y el metal de aporte. Posteriormente, el material base se disuelve en el fundido produciéndose una homogenización de la zona fundida (2).

### 2.2.2 TIEMPO

El proceso de brazing por fase líquida transitoria se define en tres tiempos principales que son: 1) Tiempo de disolución: es el tiempo que tarda en difundir elementos de la fase líquida, a una distancia  $h$  en el metal base 2) el tiempo de solidificación y 3) el tiempo de homogenización: es el tiempo necesario para reducir la concentración del soluto en la línea central de la unión, de una concentración inicial a la concentración requerida (1).

### 2.2.3 METAL DE APORTE

La composición química del metal de aporte que se emplea en el brazing debe ser similar o igual la composición química del metal base, pero con punto de fusión más bajo. El punto de fusión disminuye adicionando elementos de aleación a la composición del metal base o una aleación de composición similar. Por ejemplo para disminuir el punto de fusión de una aleación base níquel se adicionan bajos contenidos de silicio o boro. Cuando el metal de aporte se funde y humecta las superficies de unión del metal base se inicia el proceso de difusión en estado sólido (1).

### 2.2.4 USO DE NANOPARTÍCULAS EN EL PROCESO BRAZING

Se ha estado investigando la utilización de nanopartículas como las de W, en superaleaciones para incrementar las fuerzas capilares, la mojabilidad y crear sitios de nucleación, debido a que las nanopartículas tienen una gran penetración en espesores pequeños. Las superaleaciones base níquel con alto contenido de Al y Ti son susceptibles a la formación de microfisuras y capas de óxidos entre la soldadura y el metal base, disminuyendo las propiedades mecánicas a causa de la discontinuidad interfacial y a una mala distribución de esfuerzos del área soldada y el metal base. Por esta razón los materiales de aporte utilizados en brazing contienen elementos similares al de la aleación base níquel (11).

## 2.3 MICROESTRUCTURAS DE ALEACIONES DE COBALTO

Las aleaciones de cobalto se utilizan en componentes que están expuestos a ambientes corrosivos y esfuerzos mecánicos a altas temperaturas. (12). Asimismo, esta cualidad de resistencia mecánica-corrosiva es debido a la estabilidad de la fase  $\gamma$  y  $\gamma'$ . Las aleaciones de base cobalto y aleaciones de Ni-Co se utilizan para la fabricación de componentes de turbinas a gas, ya que están ensambladas en las zonas de combustión e inyección de combustibles. Las aleaciones de base cobalto con alta resistencia térmica están constituidas principalmente en una matriz de Co con 20% Cr. Las excelentes propiedades

mecánicas que poseen a altas temperaturas de funcionamiento, son debido a la formación de carburos y por la precipitación de las fases de solución sólida y la alta estabilidad térmica de  $\gamma'$  ( $\text{Al}_3\text{Co}$ ) embebida en una matriz de  $\gamma$  (Co). La fase  $\gamma'$  es un precipitado coherente con la matriz, por lo que incrementa su resistencia mecánica. La resistencia a la oxidación de alta temperatura se incrementa no sólo por el contenido de cromo, sino también por la adición de Al, Y y La (13).

El comportamiento de un material frente al desgaste es dependiente de su microestructura por adición de elementos aleantes. Un ejemplo de ello es la adición de itrio en la aleación Stellite 6. Este elemento permite una mejor distribución de fases, así como un refinamiento de la microestructura. Además, favorece una estructura fina eutéctica. Por otro lado, el incremento de la microdureza se atribuye a la formación de segundas fases además de un tamaño de grano fino. El aumento de la dureza se traduce en un incremento al desgaste (14).

En la Figura 2.12 (a) y (b) se muestra la matriz de la aleación Stellite 706k en forma de bandas y granos equiaxiales. A detalle se aprecia una fase  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  (Figura 2.12 a) que está en los límites de grano. Otras fases de  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  (Figura 2.12 b) están dentro de los granos de la matriz. Estas dos fases precipitadas de carburo tienden a formarse por difusión sustitucional del Mo por Cr. El crecimiento de grano preferencial y la distribución de carburos son típicas de laminados en caliente de aleaciones base Co (15).



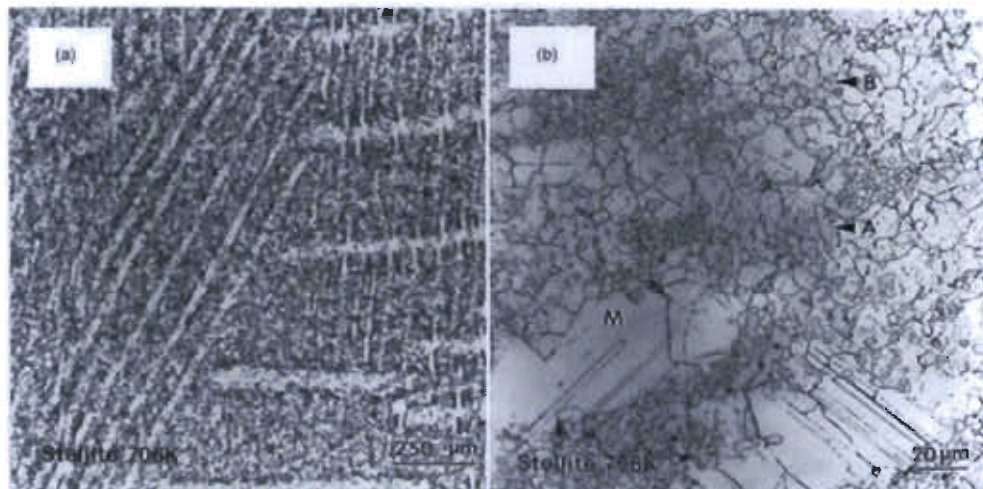


Figura 2.12 Micrografía óptica de la aleación Stellite 706k (a) vista a 60x y (b) a 480x (15).

Por otro lado, en reportes previos sugieren (16) que el tiempo de sostenimiento de la temperatura brazing a  $1100^{\circ}\text{C}$  por 2 h permite la formación completa de la zona isotérmica, la microdureza disminuye al valor del metal base. Debido a que tiene una composición química semejante y estructuras cristalinas al del metal base. La Figura 2.13 muestra una serie de cordones de soldadura de una aleación base Co que muestra zonas de fusión a 0.5 y 1 h de sostenimiento del brazing (Figura 2.13 A y B). En contraste, a tiempo de 2 h se cierra completamente el cordón de la soldadura por una zona isotérmica (Figura 2.13 C).

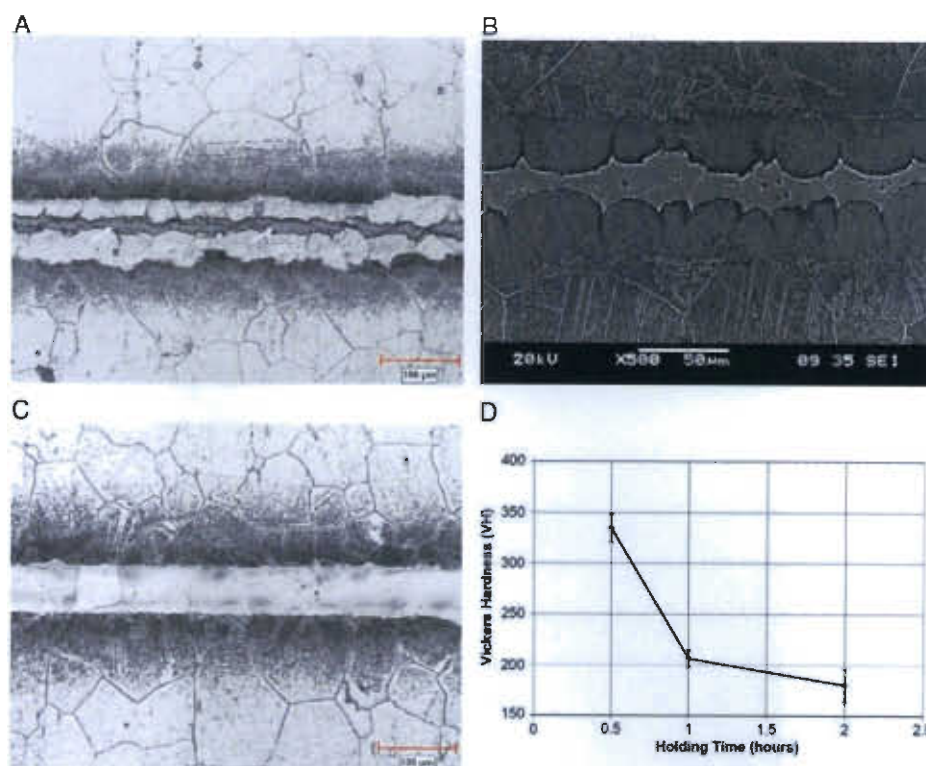


Figura 2.13 Micrografía de unión por brazing (16).

Estudios recientes (16) sugieren que la formación de barreras difusoras entre el metal base y una capa de nanopartículas de W modifican la morfología, tamaño y distribución de las fases. Comparativamente, la Figura 2.14 muestra micrografías de cordones de soldadura unidos por brazing a  $1200^{\circ}\text{C}$  por 1 h de aleaciones base Co con y sin nanopartículas de W. En la Figura 2.14 se aprecia las diferencias en la microestructura en la zona de fusión producidas por las nanopartículas de W, donde la columna (a) son micrografías sin nanopartículas de W y (b) con W (16).

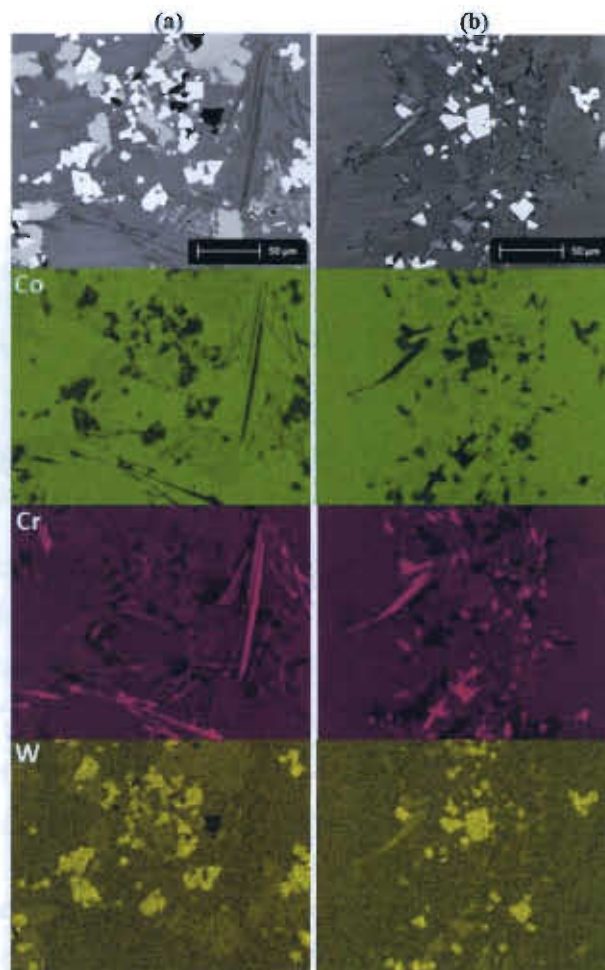


Figura 2.14 Imagen de microscopía electrónica de barrido (SEM) de unión por brazing de aleación base Co (16).

### 2.3.1 USO DE ALEACIONES DE COBALTO

Las aleaciones de base cobalto son resistentes a la corrosión y mantiene sus propiedades mecánicas a altas temperaturas; sin embargo, el primer uso que se le da es la resistencia al desgaste. Las composiciones con alta dureza se utilizan en las toberas de las turbinas a gas y las de baja dureza como recubrimiento en los alavés de las turbinas. El cobalto en aleaciones de base níquel está presente en composiciones que van del 10% al 15% disminuyendo la solubilidad de aluminio y titanio, lo que aumenta el volumen de precipitación de la fase gamma,  $\gamma'$  (NiAl) que es la fase necesaria para que el material cuente con resistencia a alta temperatura y resistencia a la erosión del material. Otro de los efectos del Co en aleaciones base níquel, es la reducción

de precipitación de carburos en el límite de grano, reduciendo también el agotamiento de cromo en los límites de grano (17).

Las aleaciones de base Co pueden clasificarse en tres grupos:

- Las aleaciones con alto carbono para aplicaciones de alto desgaste
- Aleaciones de bajo carbono para aplicaciones de alta temperatura.
- Aleaciones de bajo carbono resistentes a la corrosión y al desgaste.

## **2.4 MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA (AFM)**

El AFM o microscopio de fuerza atómica es un instrumento que tiene la capacidad de detectar cambios en la superficie a escala nanométrica. Algunos de estos instrumentos tienen una resolución de 0.1  $\mu\text{m}$  en los ejes X y Y y 1 nm en el eje Z. Lo que permite identificar los mecanismos de deformación, como las dislocaciones mediante la observación de las líneas de deslizamiento y grietas (18).

El componente principal de medición topográfica del AFM es una punta montada sobre un voladizo (cantiléver). Este tiene una punta de nitruro de silicio (19) o cuarzo (20) (Ver Figura 2.15) que se mueve según las diferentes fuerzas de interacción con la superficie (atracción o repulsión). Un láser mide la desviación de la punta lo que permite detectar la topografía de la superficie (Ver Figura 2.16). Los tipos de contacto de la punta y la superficie más comunes son: dinámico y de contacto. En el primero, la punta oscila y pulsa la superficie; en el segundo, la punta barre continuamente por lo que la descripción topográfica en comparación al modo dinámico es más rápida (18).

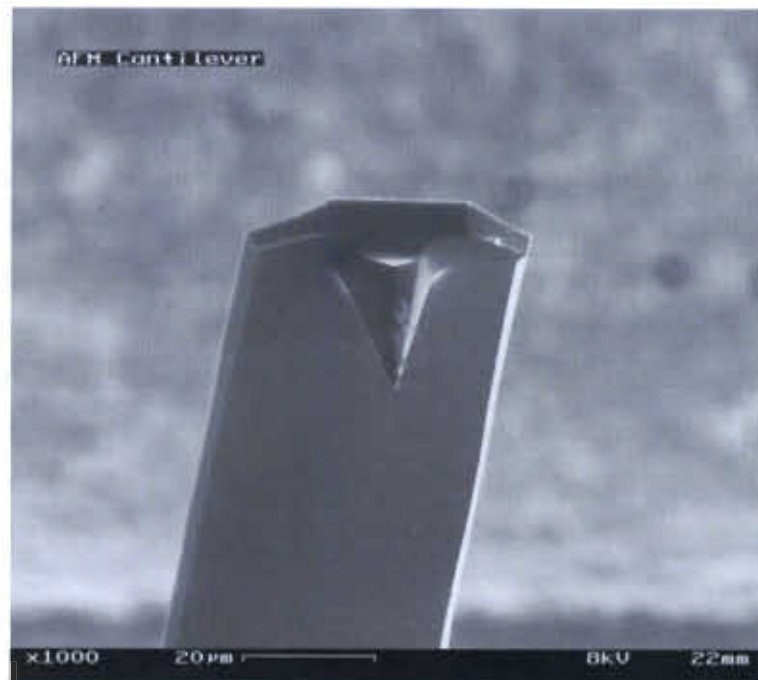


Figura 2.15 Imagen del Cantilvér obtenida por electrones secundarios (18).

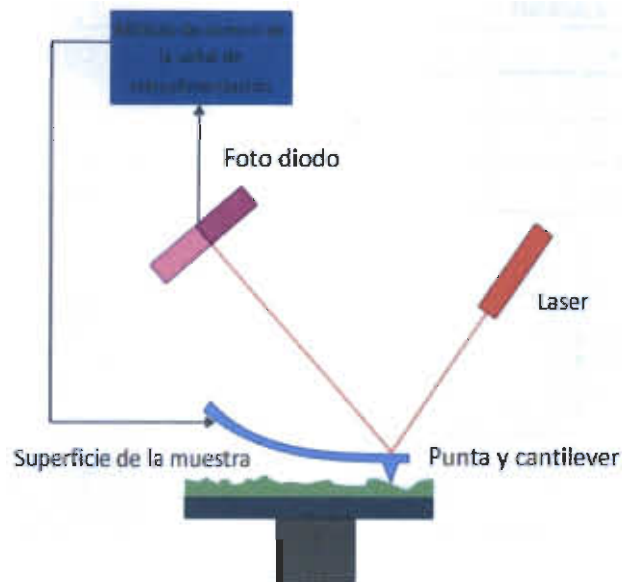


Figura 2.16 Microscopio de fuerza atómica (18).

Las fuerzas intermoleculares o de energía potencial de interacción se clasifican en largo y corto alcance (Ver Figura 2.17). Las primeras, están constituidas por tres tipos de energía: electrostática, inducción y dispersión. (Ver Tabla 1). La energía electrostática es determinada por las interacciones

entre los momentos eléctricos permanentes de cada molécula. Asimismo, la energía de inducción viene determinada por la interacción de los momentos eléctricos permanentes de una molécula con los momentos eléctricos inducidos de otra molécula (21). Mientras tanto, la energía de dispersión es el resultado de la interacción de los momentos inducidos de ambas moléculas. En este caso, las fuerzas de dispersión se presentan en todos los tipos de moléculas, polares o no polares. La energía de interacción de corto alcance decrece rápidamente con el incremento de la distancia y aparecen cuando las moléculas tienen muy poca distancia de separación entre sus respectivas nubes electrónicas y éstas se recubren. Las fuerzas de corto alcance son atractivas o repulsivas, sin embargo, a pequeñas separaciones son repulsivas (22).

Tabla 1 Fuerzas de interacción considerando el rango de medición (22).

Rango	Tipo	Atractiva (-) Repulsiva (+)
Largo	Electrostatica	--+
	Induccion	-
	Dispersion	-
Corto	Recubrimiento	--+

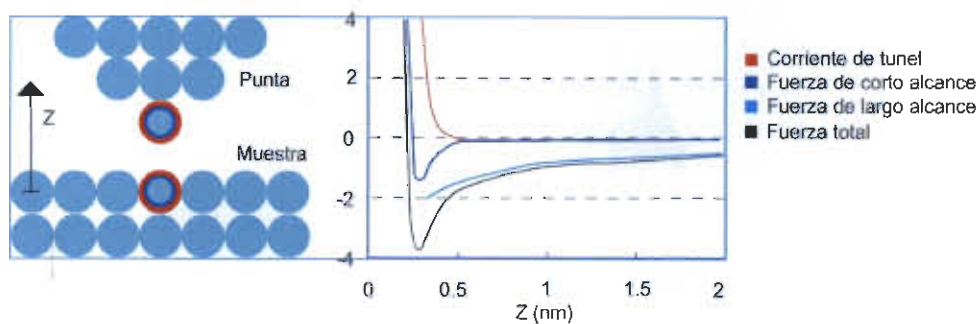


Figura 2.17 Fuerzas de interacción en función de la distancia en "z" (21).

### 2.4.1 MODO DE CONTACTO

En el modo de contacto, la punta se encuentra en contacto físico con la superficie de la muestra. Las fuerzas de interacción existentes entre ambas dan lugar a una deflexión vertical. El cantilever, se desplaza sobre la superficie de la muestra y revela información sobre los relieves topográficos generando una imagen. Cabe mencionar que la deflexión del cantilever se utiliza de retroalimentación. De esta manera, los ajustes de la posición de la punta en "z" son para mantener constante el valor de deflexión y obtener una imagen topográfica de la superficie (19).

### 2.4.2 MODO DINÁMICO

En la Figura 2.18 se muestra el cantiléver en modo dinámico, el cual oscila en el aire a una resonancia cercana a la frecuencia (natural). Una señal eléctrica excita el sustrato que está compuesto de un piezoeléctrico, provocando el movimiento vertical en el eje z del cantilever. Un rayo láser capta las diferencias de posición del cantilever revelando información sobre el relieve y, las características del material de la muestra. (Elasticidad, magnetismo y la presencia de fuerzas eléctricas) (19).



Figura 2.18 Cantilever en modo dinámico (19).

En el diagrama de bloques de la Figura 2.19 se resume el control OPERATIVO del cantilever.(control Q). Asimismo, El movimiento armónico de amortiguamiento del cantilever se expresa mediante la siguiente ecuación [12] (23).

$$m \frac{d^2}{dt^2} z(t) + \alpha \frac{d}{dt} (z) + kz(t) = E + Fe^{i\omega t} + Ge^{i\Phi} z(t) \quad [12]$$

Donde:

$t$  = Tiempo

$z(t)$  = Posición de la punta del canilever

$\frac{d}{dt} z(t)$  = Velocidad de la punta

$\frac{d^2}{dt^2} z(t)$  = Aceleración

$m$  = Masa total del cantiléver y la punta

$\alpha$  = Constante de amortiguación del cantiléver

$k$  = Constante elástica del cantiléver

$E$  = Fuerza de interacción entre la punta y la muestra

$F$  = Amplitud de impulsión del cantiléver ya convertido en fuerza a través del accionamiento piezoeléctrico

$G$  = Ganancia de la amplificación de la retroalimentación esta se convierte a movimiento por el actuador piezoeléctrico

$\omega$  = Frecuencia del cantilever. (Normalmente, cerca de la frecuencia de resonancia del cantiléver)

$\Phi$  = Desplazamiento de fase aplicado a la señal de retroalimentación

$e$  = Logaritmo natural

$i = \sqrt{-1}$



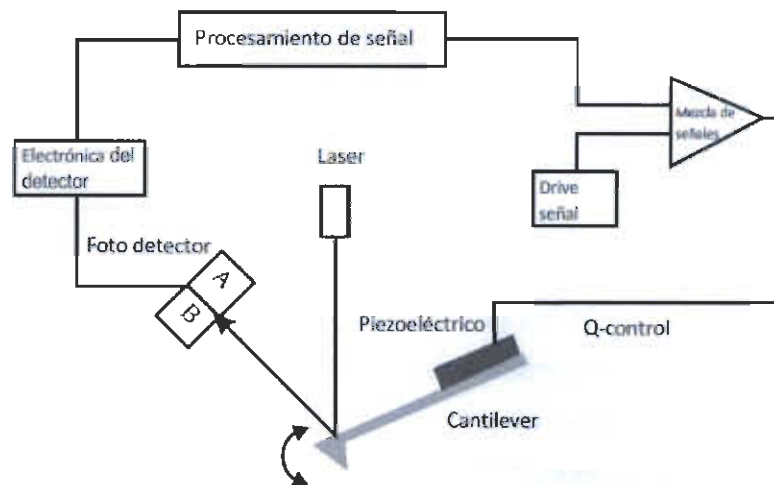


Figura 2.19 Diagrama de bloques de la señal de control de movimiento del cantilever (23).

Se aprecia que los términos en la ecuación consideran las propiedades del material, así como la aceleración del movimiento oscilatorio de amortiguamiento del cantilever durante las interacciones elásticas con la superficie del material (23).

#### 2.4.3 OTRAS VARIANTES DEL USO DEL AFM EN MEDIOS ACUOSOS

En la Figura 2.20 se muestra el relieve de una muestra de aleación CoCrMo generado por AFM en medios acuosos. El AFM en medios acuosos permite evaluar la descomposición de los carburos que es detectada por cambios del potencial de la señal (24).

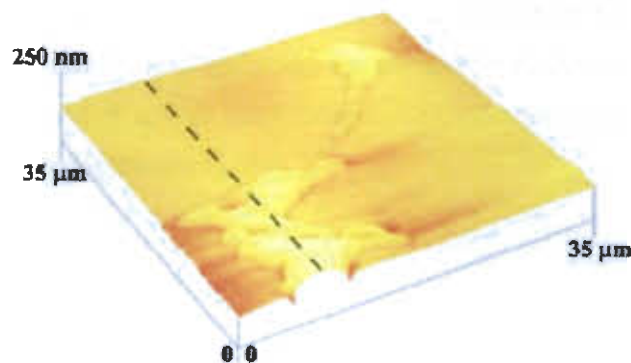


Figura 2.20 Relieves y topografías en 3D por AFM de la disolución de carburos (24).

La técnica AFM permite la evaluación relativa de los carburos en comparación de su matriz circundante. Se muestra un ejemplo de la topografía en 3D, así como los perfiles de línea. La imagen topografiada AFM (Figura 2.21 A) reveló diferentes formas y aglomeraciones. Las aglomeraciones de carburos más grandes detectados en el material tienen un tamaño de alrededor de 30-40  $\mu\text{m}$ , con una altura de 40-50 nm por encima de la matriz (Figura 2.21 C). Mientras tanto, en el mapa de potencial (Figura 2.21 B) las partículas de carburo aparecen brillantes debido a sus características atómicas (pertenece al bloque d de la tabla periódica y tiende a ceder protones más fácilmente). Aunque el valor de potencial por AFM varía dependiendo de las condiciones experimentales, como la preparación de la superficie, punta del AFM, etc. Se ha notado que la diferencia de potencial en los carburos, es más grande cuando son de mayor tamaño. Esto es debido a los alrededores de otras fases en la matriz. Una de las causas de la diferencia de potencial es el agotamiento de los elementos (Cr, Mo) de la aleación en la región límite adyacente a las partículas ricas en Cr y Mo. En consecuencia, desacelera la difusión de estos elementos de la matriz hacia sitios de nucleación de carburos durante el proceso de enfriamiento. La disminución de los elementos de aleación causa condiciones para que ocurra la corrosión localizada en el límite de grano (24).

El mapa topográfico en 3D, así como la gráfica de deflexión, sugiere que la región del límite de los carburos es el punto más débil del material. Por lo tanto, en los procesos de corrosión localizada y disolución detectados por AFM, sugiere que las disoluciones se llevan a cabo más fácilmente en los límites de grano, debido a la variación del contenido de los elementos en Cr, Mo y Co. Lo cual indica que la superficie de CoCrMo con un alto potencial es menos propensa a la corrosión (24).

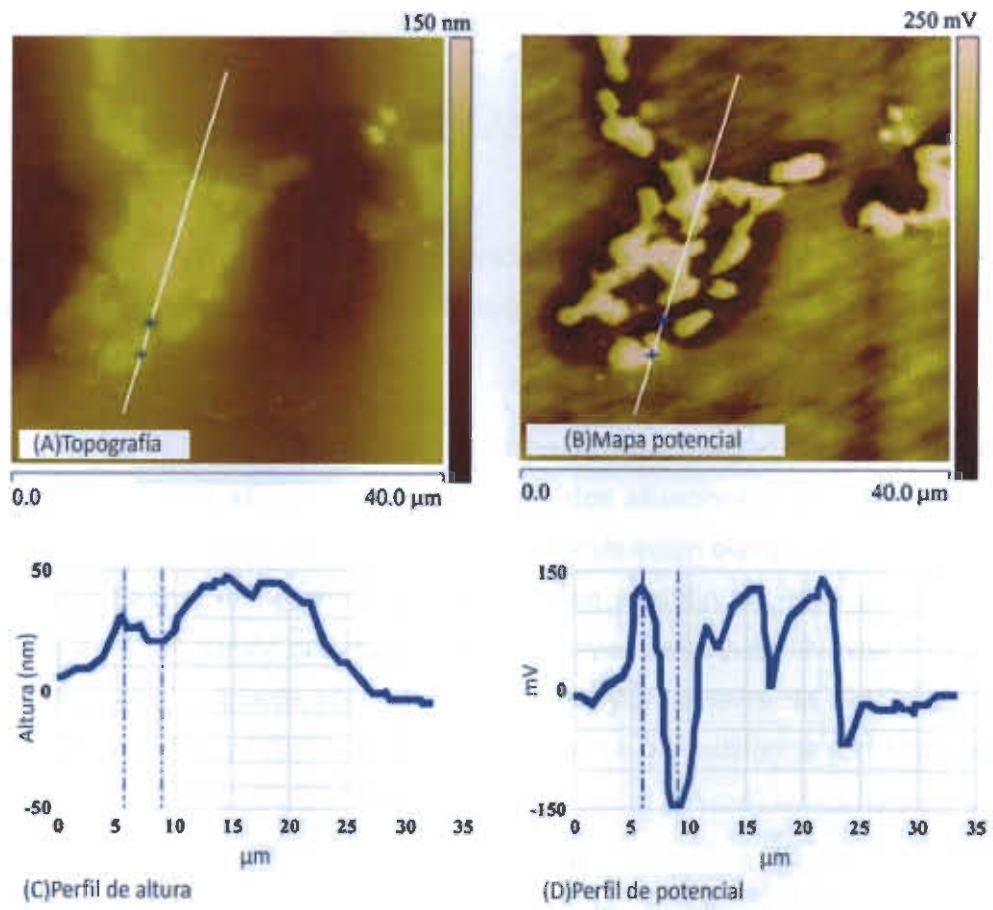


Figura 2.21 Topografía y mapa de potencial V (24).

## 2.5 MÉTODOS DE MEDICIÓN DEL MÓDULO ELÁSTICO

### 2.5.1 MEDICIÓN DEL MÓDULO ELÁSTICO MEDIANTE EL ENSAYO DE TENSIÓN UNIAXIAL

En esta sección se reportan los métodos empleados en la medición del módulo elástico. Asimismo, se detallará el principio de la medición con sus respectivas ventajas y desventajas.

Una de las características de los materiales metálicos sometidos a cargas es su capacidad de absorber la energía bajo dos situaciones: 1) Deformación elástica y 2) Deformación plástica. La primera situación elástica, es de interés en este trabajo monográfico, ya que en ése régimen se mide el módulo elástico de las curvas generadas en los ensayos de tensión uniaxial (Figura 2.22) donde, se puede observar el límite elástico, la zona de deformación plástica, el esfuerzo ultimo a la tensión y el punto de resistencia a la fractura. (25).

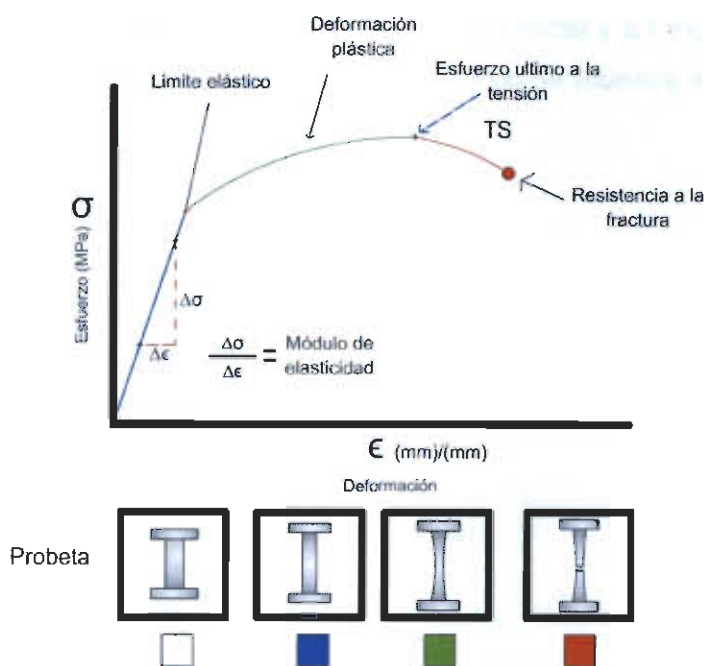


Figura 2.22 Gráfica esfuerzo-deformación (25).

Cabe mencionar, que la propiedad que tiene el material de absorber la energía elástica se le conoce como resiliencia (25). Por lo tanto, la magnitud del módulo elástico, es una medida de la resistencia a la separación de átomos durante la deformación sin romper las fuerzas de enlace interatómicas. En este contexto se determina matemáticamente el módulo elástico mediante la siguiente ecuación [13].

$$\text{Modulo elástico} = E = \frac{\text{Esfuerzo normal}}{\text{deformacion unitaria}} = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad [13]$$

$$\sigma = \frac{F_{\perp}}{A}$$

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$$

$$E = \frac{F_{\perp} * l_0}{A \Delta l}$$

Donde  $F_{\perp}$  fuerza aplicada,  $A$  es el área,  $l_0$  longitud inicial y  $\Delta l$  incremento en la longitud de la probeta. El diferencial de longitud se muestra en la Figura 2.23.

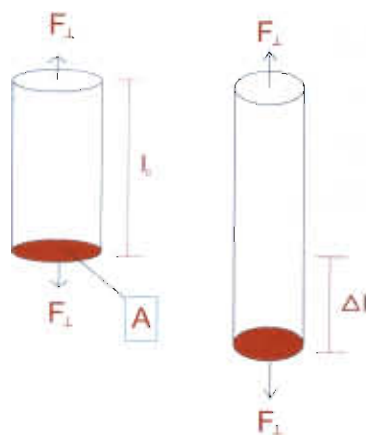


Figura 2.23 Diferencia de longitud de la probeta antes y después de la deformación (25).

Durante el ensayo de tensión una probeta de dimensiones estandarizadas (ASTM E-8), que es sometida bajo una carga uniaxial que va incrementando de forma gradual hasta la fractura de la probeta. Comúnmente, se emplea una máquina conocida como "máquina universal" (ver Figura 2.24).



Figura 2.24 Máquina universal (26).

Para la medición del módulo elástico, se utilizan las galgas uniaxiales como transductor, estas miden pequeños cambios de longitud por medio del efecto piezorresistivo que tienen ciertos materiales de cambiar su módulo resistencia eléctrica al ser deformados. Cuando se modifica la longitud de la galga, se registra un cambio en la resistencia. Las galgas uniaxiales solamente registran dicho cambio en una sola dirección. Como se muestra en la Figura 2.25. La galga se conecta a un puente de Wheatstone, donde sus dos salidas están conectadas a una tarjeta de adquisición de datos la cual tiene una conexión con una computadora. Cabe mencionar, que el puente de Wheatstone es un circuito altamente sensitivo a los cambios de resistencia, por lo que se utiliza en muchos instrumentos de medición. (27).

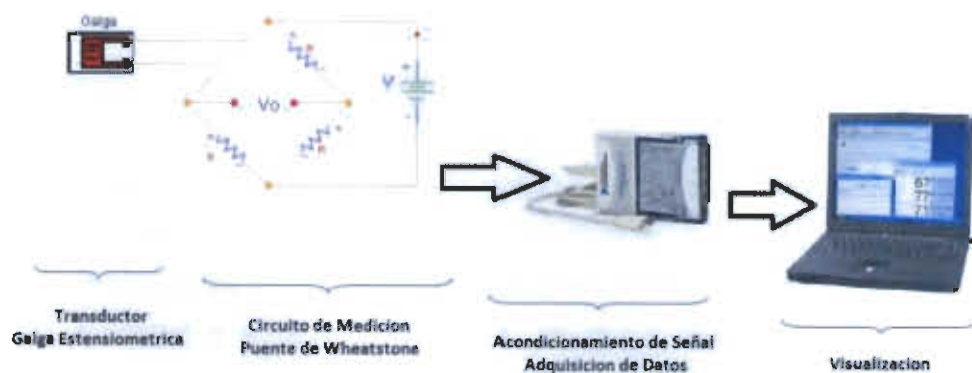


Figura 2.25 Proceso de visualización del módulo elástico (27).

## 2.5.2 MEDICIÓN DEL MÓDULO ELÁSTICO POR ULTRASONIDO

La obtención del módulo elástico por ultrasonido aprovecha el fenómeno de propagación de ondas en un medio. Una de sus principales ventajas es la de ser un ensayo no destructivo, lo que permite conservar intacta la muestra. Asimismo una de sus principales desventajas que no es efectiva para medir materiales heterogéneos ya que la propagación de onda no es conocida (28). En la ecuación [14] se define el coeficiente de Poisson y en la ecuación [15] el modulo elástico

$$\nu = 1 - \frac{1}{2} * \frac{1}{1 - \left(\frac{c_t}{c_l}\right)^2} \quad [14]$$

$$E = 2 * \rho * (1 + \nu) c_t^2 \quad [15]$$

Donde  $c_t$  y  $c_l$  representan las velocidades de onda transversal y longitudinal. Por ende,  $\nu$  es el coeficiente de Poisson y  $\rho$  la densidad de la aleación (28).

## 2.5.3. MEDICIÓN DEL MÓDULO ELÁSTICO POR MEDIO DE NANOINDENTACIÓN INSTRUMENTADA

### 2.5.3.1 INDENTACIÓN CONVENCIONAL CONTRA INSTRUMENTADA

En la "indentación convencional" se obtiene la dureza aplicando una carga estática mediante un indentador con una geometría establecida, por ejemplo

la punta Berkovich (29) deja una huella en la superficie y por medio de evaluación de imágenes obtenidas por un microscopio óptico se mide la superficie de la huella residual. Por ende, una de sus limitaciones es la necesidad de utilizar un microscopio óptico para hacer la medición, por este motivo, no se utiliza para indentaciones donde la huella es muy pequeña y no es factible calcular el módulo elástico. Por otro lado tenemos la "indentación instrumentada" que mide la profundidad de penetración del indentador, en función una carga aplicada  $F$  durante el ensayo, efectuando una carga y descarga. Esto permite medir la deformación plástica y elástica del material a analizar. La curva de carga-profundidad (ver Figura 2.26) permite determinar la dureza y el módulo elástico de la superficie de la muestra. Entre otras propiedades mecánicas que podemos obtener son la energía de recuperación y energía de deformación (29).

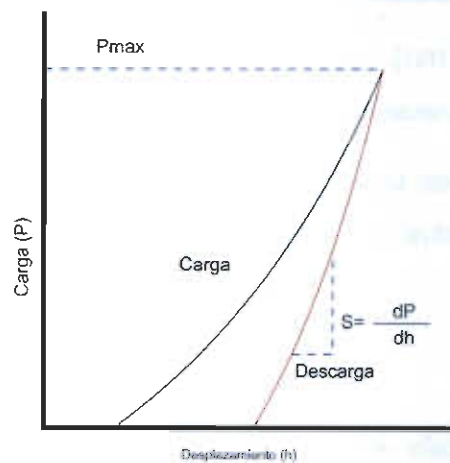


Figura 2.26 Grafica de carga y descarga (29).

En la técnica por nanoindentación instrumentada, el indentador es presionado lentamente en la superficie de la muestra, se producen dos procesos de deformación elástica y plástica, donde el área de contacto toma la forma del indentador. Asimismo, el desplazamiento o altura  $h$  y la carga  $P$  son continuamente registrados hasta que se alcanza la carga máxima  $P_{max}$  y  $h_{max}$  máxima. Cuando el indentador es lentamente retirado, solo la parte elástica se recupera registrando la carga hasta la altura residual  $h_f$ . El rango de carga máxima ( $P_{max}$ ) utilizada es de 0 a 200 mN y la profundidad de penetración



máxima ( $h_{max}$ ) es de 1000 nm. En la Figura 2.27 se muestran 6 diferentes curvas de nanoindentación donde se aprecia la diferencia de penetración máxima a una carga equivalente entre diferentes materiales (30).

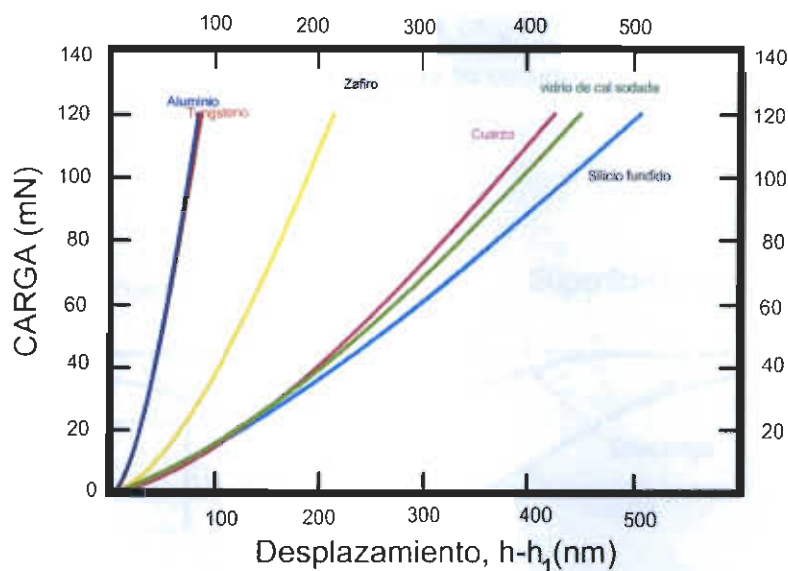


Figura 2.27 Curvas de descarga contra desplazamiento (28).

La pendiente de la curva de descarga es denotada como  $S = dP/dh$ , a este parámetro se le conoce como o rigidez de contacto (the elastic contact stiffness) (30).

### 2.5.3.2 CÁLCULO DE DUREZA

La dureza es obtenida a partir de la curva carga-desplazamiento  $P_{max}$ , el área  $A$ , es determinada a partir de la profundidad de contacto  $h_{max}$ , y utilizando la ecuación [16] se determina la dureza (29).

El módulo elástico  $E$  y la nanodureza  $H$  son obtenidos de la teoría de elasticidad, en la Figura 2.28 es mostrada la profundidad de penetración  $h_c$ . Para una indentación circular ideal sería  $E = 1$ , y la profundidad de contacto de un indentador Berkovich es de  $E = 0.72$  (29).

La relación entre  $H$  y  $E$  es determinada por:

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad [16]$$

Donde  $P_{max}$  es la carga y  $A$  es el área de contacto

En la Figura 2.28 se muestra el área de la carga y descarga donde se puede observar la parte elástica del material que se recupera (29).

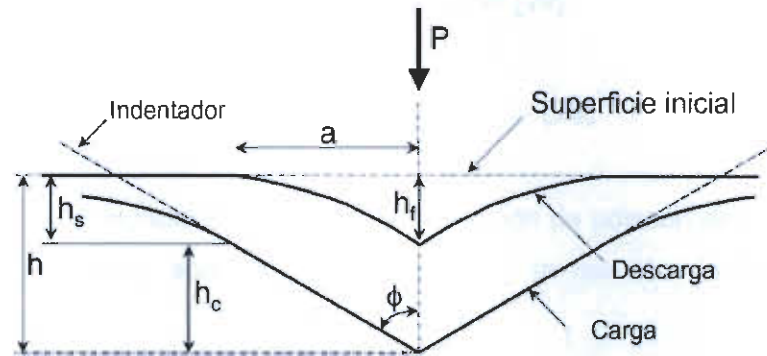


Figura 2.28 Huella del indentador (29).

### 2.5.3.3 CÁLCULO DEL MÓDULO ELÁSTICO

Oliver y Pharr (29) propusieron el siguiente método para el cálculo del módulo elástico. El módulo elástico se determina al considerar la rigidez de contacto  $S$ , que está definida por la pendiente de la curva de descarga. Este método solo es aplicable a materiales con valores bajos en la constante de poisson (no para hules). El valor de la rigidez de contacto se establece mediante la ecuación siguiente [17] (29).

$$S = \frac{dP}{dh} \quad [17]$$

Utilizando la siguiente ecuación se determina el módulo elástico.

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A} \quad [18]$$

En la ecuación [19] el autor Yovanovich (30) muestra otra forma de representar la ecuación [18], donde  $E_{eff} = Er$ , que es el modulo elástico reducido y  $\beta$  es una constante que depende de la geometría del indentador,  $A$  es el área de contacto y  $S$  rigidez de contacto (30).

$$Er = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} * \frac{S}{\sqrt{A}} \quad [19]$$

El modulo reducido es definido por la ecuación [20]:

$$\frac{1}{Er} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad [20]$$

Donde  $E$  es el modulo elástico y  $\nu$  es la relación de poisson del espécimen. Asimismo,  $E_i$  y  $\nu_i$  son el modulo elástico y la relación de Poisson del indentador.

#### 2.5.3.4 VERIFICACIÓN Y CALIBRACIÓN DEL INSTRUMENTO DE NANOINDENTACIÓN

La verificación y calibración es necesaria para obtener resultados fiables de las nanoindentaciones. Por medio de la verificación y calibración se determina la desviación entre el valor obtenido y el valor verdadero mediante el uso de patrones y de esta forma es conocida su incertidumbre. Asimismo, también permite saber las condiciones operacionales en que se encuentra el instrumento (31).

La verificación se divide en dos partes:

- 1) Verificación directa, donde se checan las funciones principales del instrumento de nanoindentación.
- 2) Verificación indirecta para determinar la repetitividad.

En la Tabla 2 se muestra los principales métodos de calibración actualmente utilizados (31).

Tabla 2 Métodos de calibración (31).

Calibración	Método de medida
Geometría del indentador	Microscopio óptico, AFM
Prueba de fuerza	Balanza electrónica, calibración de peso muerto, sensor de nano fuerza, rayo flexible.
Profundidad de indentación	Laser interferometría, sensor capacitivo, LDVT
Confiabledad de la maquina	Materiales de referencia.
Área del indentador	AFM, materiales de referencia
Ciclo de prueba	Ciclo de 0.1s de certidumbre

## 2.6 APLICACIONES DE LA NANOINDENTACIÓN INSTRUMENTADA

### 2.6.1 APLICACIONES BIOMÉDICAS.

La nanoindentación no es considerada como una prueba destructiva que a diferencia de otras técnicas como la prueba de tensión uniaxial. Debido a la dimensión de la huella producida por la indentación tiene una escala nanométrica, la alteración producida por la deformación en la geometría de la pieza es despreciable. Por lo tanto, esta técnica tiene una gran versatilidad para el campo de la investigación biomédica más concretamente en investigaciones relacionadas con implantes.

En el estudio que efectuó Arciniegas (28), utilizó la técnica de nanoindentación instrumentada con indentadores Berkovich y punta esférica 25 mm y ultrasonido para comparar los módulos elásticos y observar las diferencias entre estas dos técnicas. Las probetas que utilizó son de aleaciones de Ti libres de Ni para aplicaciones biomédicas.

Arciniegas (28) menciona que a pesar de los avances actuales, uno de los problemas que se presenta es el llamado "apantallamiento de tensiones" que tiene lugar en el acoplamiento hueso-implante metálico. Este fenómeno provoca una liberación de iones de Ni al tejido del entorno lo que conlleva a reacciones adversas como alergias. Este problema se presenta debido a una diferencia en propiedades elásticas entre el hueso y el implante. Provocando que las cargas sean absorbidas por el material que presente mayor rigidez (28).

Los ensayos con punta esférica tienen una mayor recuperación elástica en todas las condiciones ensayadas. Debido a que este tipo de indentado no tiene concentradores de esfuerzo que amplifiquen localmente la tensión que provoca que el material tenga una deformación plástica (28).

## 2.6.2 APLICACIONES EN TRATAMIENTOS TÉRMICOS

En la investigación que llevo a cabo Van Tyne (32) encontró que las propiedades y características de la capa superficial de los dados o matrices utilizados para la forja, son un factor determinante para comprender y controlar su desgaste. El objetivo del estudio que efectuó fue para determinar las durezas de las diferentes fases que se encuentran en la capa superficial de los dados o matriz.

Se utilizaron 2 tipos de aceros los denominados FX y H13 para esta investigación. Asimismo, se utilizó la prueba Rockwell para obtener la dureza en macro y ensayo Vickers para obtener la micro y nano dureza. Para realizar las pruebas se utilizó la maquina Nano Indenter XP

Los materiales inicialmente fueron endurecidos 12.7 mm, fueron templados al aire por una hora. Se utilizó una máquina Wilson-tukon rockwellll, pruebas rockwell C, con una carga constante de 150 kg y un diamante como indentador de tipo esfera cónica con un ángulo de 120 y 200  $\mu\text{m}$  de diámetro.

Comenta Van Tyne (32) que el desgaste del troquel es una causa importante de falla para dados de forja en caliente. La falla es causada por el rápido incremento en desgaste, provocado por cambios en la microestructura en la superficie del troquel. Los factores que influyen en estos cambios microestructurales son: tiempo en contacto con las altas temperaturas de la pieza de trabajo, tensiones de cizallamiento, debido al flujo de metal y la fricción entre la matriz y la pieza de trabajo. Las mediciones de dureza micro y macro no son útiles para determinar la fuerza de la capa en la superficie por lo delgado de la capa. La causa del desgaste acelerado del dado se atribuye

cambio en la microestructura de la capa superficial y consecuentemente en una disminución en la dureza (32).

### 2.6.3 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL EN ACEROS DE FASE DUAL (DP) UNIDOS POR SOLDADURA POR PUNTOS.

En este estudio se utilizó la nanoindentación para evaluar las diferentes fases y zonas de un acero de doble fase (DP) que fue sometido a ciclos rápidos de soldadura por resistencia. En el estudio se observó que hay una disminución en la dureza de la fase martensita de la soldadura en comparación con la martensita del metal base (33).

Los aceros DP son aceros avanzados de alta resistencia (AHSS) Los cuales ofrecen propiedades mecánicas mejoradas como una buena ductilidad pero con alta resistencia. Por esta razón, actualmente una de sus aplicaciones es en la fabricación de automóviles (33).

V.H. Baltazar Hernández et (33), mencionan que aunque existen varios estudios de microdureza, han sido muy pocos estudios efectuados mediante la técnica de nanoindentación instrumentada. Asimismo, ningún estudio ha abordado el estudio a nano escala de cada una de las fases individuales que la constituyen en condiciones de un rápido calentamiento con un corto periodo de sostenimiento y un rápido enfriamiento. Por lo cual el objetivo del estudio fue evaluar la dureza de cada una de las fases individuales en la región templada y en el metal base de un acero DP sometido a un ciclo de soldadura por puntos.

La Figura 2.29 (a) muestra un perfil de microdureza de la soldadura y del metal base, se observa una disminución de la dureza en la ZAC (zona afectada por el calor) con respecto al metal base. En la Figura 2.29 (b) se muestra una micrografía en MEB (microscopio electrónico de barrido) del metal base, aparece una isla o depósito de martensita rodeada de una matriz de Fe. Asimismo, en la Figura 2.29 (c) se muestra como la martensita transformó en martensita revenida, donde se encontró la presencia de carburos producidos

por la transformación de martensita-austenita-martensita, en la Figura 2.29 c aparecen como puntos blancos.

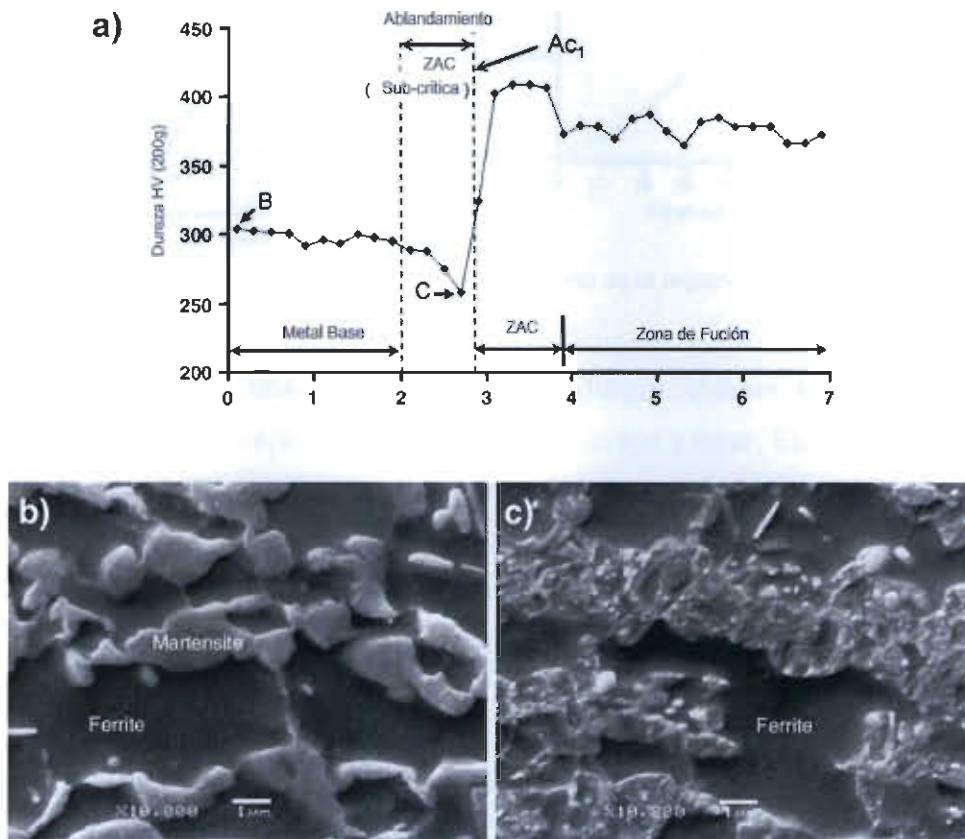


Figura 2.29 (a) Perfil de micro dureza Vickers, (b-c) micrografías por SEM del metal base y la ZAC (33).

Durante el ciclo térmico de la soldadura parte martensita y ferrita transforma en austenita y durante el enfriamiento vuelve a transformar de austenita a martensita. En la Figura 2.30 se muestra la gráfica de carga y descarga de cada una de las fases presentes tanto en el metal base como en la ZAC. Donde se puede observar los cambios de dureza y ductilidad de cada una de las fases (33).

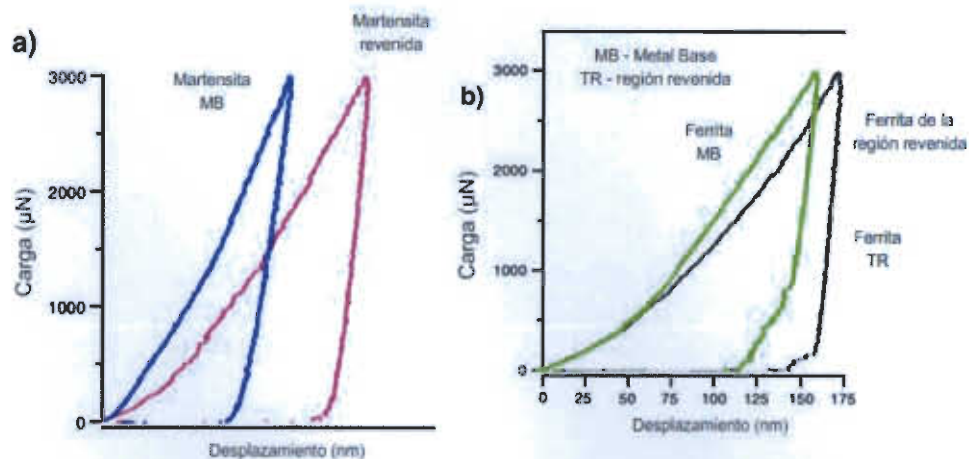


Figura 2.30 Gráficos de carga contra desplazamiento de la región ZAC y del Metal base (33).

Se ha observado una reducción de microdureza Vickers en aceros DP sometidos a ciclos rápidos de soldadura por puntos y laser. Esto es debido a un ablandamiento provocado por la zona afectada por el calor o (ZAC), lo que se atribuye como causa principal a un revenido en la fase de martensita en el área de la unión. En la Figura 2.31 se muestra las diferentes fases en las que se efectuaron las indentaciones. En la Figura 2.31 (a) se muestra la huella dejada por el indentador en una fase de martensita y respectivamente en la Figura 2.31 (b) se muestra la indentación en la matriz de Fe en el metal base. Consecuentemente, en la Figura 2.31 (c) y (d) son micrografías de indentaciones en las fases de martensita revenida y Fe de la unión de soldadura (33).



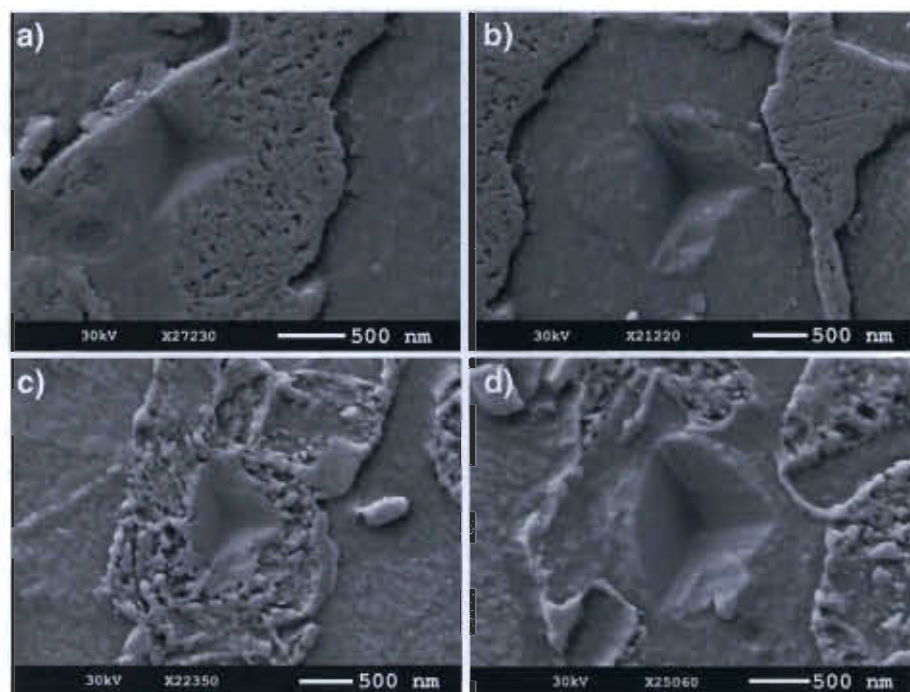


Figura 2.31 Imágenes de MEB. Indentaciones sobre: Martensita del metal base(a), Fe (b) y región revenida, martensita revenida (c), Fe (d) (33).

#### 2.6.4 MEDICIÓN DE ESFUERZOS RESIDUALES EN SOLDADURA POR FRICCIÓN AGITACIÓN EN ALEACIONES DE ALUMINIO

En aplicaciones industriales y transporte, los componentes fabricados con materiales compuestos principalmente de aleaciones ligeras experimentan esfuerzos mecánicos importantes. Por lo que se requiere una relación con alta resistencia pero con bajo peso. Actualmente, las aleaciones de aluminio AA6082-T6 se están investigando (34) para aplicaciones de transporte. Esta aleación en particular está compuesta por Al-Mg-Si con una alta resistencia y buena ductilidad. La condición T6 es obtenida por medio de un envejecimiento artificial a una temperatura de 170-200 °C. Por otra parte la aleación AA5083-H111 también es una aleación Al-Mg que tiene una excelente resistencia a la corrosión. La condición H111 es obtenido por medio de un rolado en frío y un recocido parcial (34).

En la investigación que realizó Charitidis (34), se observó en la distribución de las tensiones residuales, las concentraciones más grades se encuentran en dirección paralela al cordón de la soldadura y cerca del cordón. Se utilizó la nanoindentación instrumentada para obtener graficas del cordón de soldadura de la zona afectada por el calor o (ZAC), zona afectada teroomomecánicamente (TMAZ) y del metal base, en la Figura 2.32, puede apreciarse las indentaciones en la sección transversal (34). Con lo que se concluyó que la entrada de calor que es determinada por la rotación de la herramienta y el avance de esta, es una variable dominante ante la deformación plástica producida por el pin.

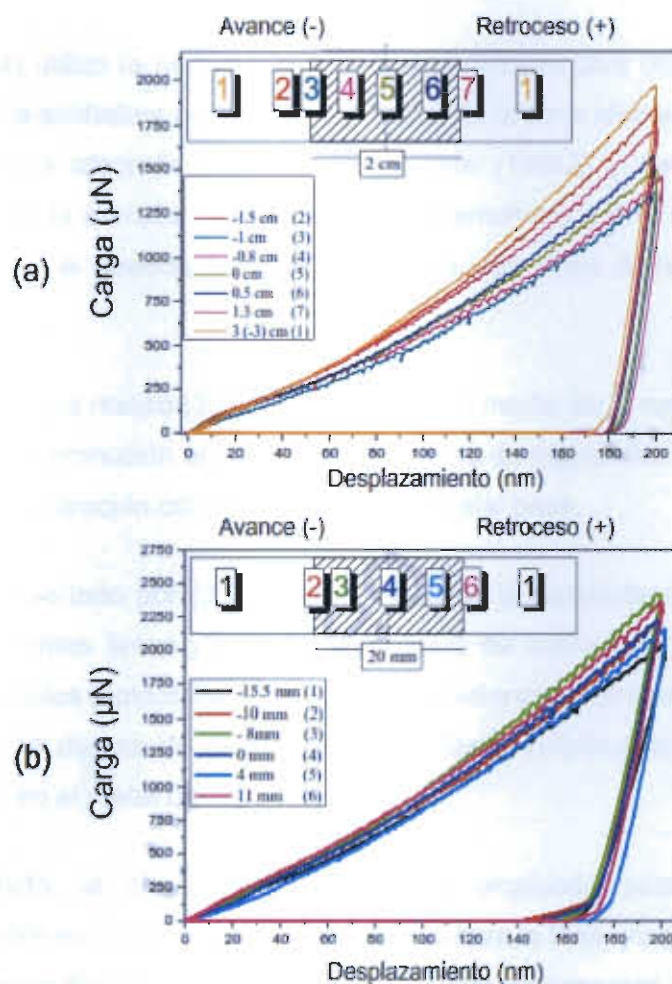


Figura 2.32 Gráficos de carga y desplazamiento curvas con 200 nm de profundidad para el aluminio AA6082-T6 (a) y aluminio AA5083-H111 (b) sección transversal (34).

### 3 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE BIBLIOGRAFÍA

En esta recopilación bibliográfica sobre el empleo de la nanoindentación en cordones de soldadura, se establece que permite evaluar la distribución de las tensiones residuales en relación al incremento del módulo elástico y, sugerir que las concentraciones más altas se encuentran en dirección paralela al cordón de la soldadura y cerca del cordón.

El autor (34) utilizó la nanoindentación instrumentada para obtener graficas del cordón de soldadura por fricción-agitación, de la zona afectada por el calor o (ZAC), zona afectada termomecánicamente (TMAZ) y del metal base. Debido a que la entrada de calor que es determinada por la rotación de la herramienta y el avance, la cual es una variable más dominante que la deformación.

En el estudio que realizó (32) menciona que por medio de la nanoindentación registró una disminución en la dureza de la fase de martensita en la zona de fusión en comparación con la martensita del metal base.

El estudio reportado por (33), et al sugiere que la nanoindentación permite evaluar diferentes fases y zonas de un acero de doble fase (DP) que fue sometido a ciclos rápidos de soldadura por resistencia. Por lo cual el objetivo fue evaluar la dureza de cada una de las fases individuales en la región templada y, en el metal base.

Por otro lado, la nanoindentación, se ha empleado para caracterizar recubrimientos en dados o matrices de aceros para la forja, ya que establecen una correlación del módulo elástico con la prueba de desgaste. Lo anterior se llevó a cabo mediante la medición de los módulos elásticos de forma lineal y diagonal desde el recubrimiento hasta el metal base. Explican que la causa



## 4 CONCLUSIONES

En la recopilación bibliográfica realizada sobre el empleo de las técnicas de AFM y nanoindentación utilizadas en la caracterización de cordones de soldadura, se establece que esta técnica permite evaluar la distribución de las tensiones residuales en relación al incremento del módulo elástico y, sugerir que las concentraciones mayores se encuentran en dirección paralela al cordón de la soldadura y cerca del cordón.

Actualmente se utiliza la nanoindentación instrumentada para obtener gráficas del cordón de soldadura, de la zona afectada por el calor o (ZAC), zona afectada termomecánicamente (TMAZ) y del metal base (MB).

Asimismo, se menciona que la nanoindentación es útil para detectar cambios en las propiedades mecánicas de una fase en base a una disminución en la dureza circundante a la martensita que crece en la zona de fusión, así como en la martensita del metal base.

También es importante mencionar, que la nanoindentación permite evaluar diferentes fases y zonas de un acero de doble fase (DP) que fueron sometidas a ciclos rápidos de soldadura por resistencia.

Por otro lado, la nanoindentación, se ha empleado para caracterizar recubrimientos de herramientas o matrices de aceros para la forja, y el acervo consultado sugiere que existe una correlación del módulo elástico con el desgaste de la herramienta.

Cabe mencionar que, el AFM es una poderosa herramienta para observar la topografía a escala nanométrica de superficies muy delgadas tales como recubrimientos usados como escudos térmicos, estos componentes

generalmente de aleaciones de Co y Ni se emplean principalmente en componentes de la industria aeroespacial tales como alabes de turbinas.

El empleo del AFM y el nanoindentador es una combinación muy útil para la caracterización, ya que con el nanoindentador es factible evaluar propiedades mecánicas elásticas directas e indirectamente (uso de ecuaciones que tengan por variables el módulo elástico) y el AFM permite ilustrar apilamientos producidos en las orillas de las indentaciones.

La caracterización por medio del AFM requiere de un conocimiento sobre los principios de funcionamiento del instrumento para evitar dañarlo y obtener imágenes de la topografía de las muestras. Asimismo la técnica de nanoindentación requiere varios ensayos para obtener el mejor resultado en función del tiempo de permanencia de carga de nanoindentador sobre el material que se pretende caracterizar.

Una curva de nanoindentación es considerada representativa siempre y cuando muestre trayectorias de una zona de carga y otra descarga, así mismo, describa la zona elástica. Sin embargo, requiere varios ensayos para establecer un tiempo adecuado de permanencia para que describa la zona plástica a una carga previamente establecida por dos aspectos: 1) el tipo de material (ferroso o no ferroso) y 2) la capacidad de la celda de carga del equipo.

Comparativamente, la técnica de nanoindentación muestra menores valores de dispersión en la medición de la dureza o módulo elástico en comparación con la indentación convencional. Debido a que la profundidad de la indentación a escala de nanométrica no mide otras fases que estén por debajo de las mismas o adyacentes.

## BIBLIOGRAFÍA

1. **Torre Mariana, Juan Antonio y Escalona García, Roberto.** *Manual de soldadura.* s.l. : Prentice Hall, 1996.
2. **Lippold, John C., Kiser, Samuel D. y DuPont, John N.** *Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys.* s.l. : wiley., 2009.
3. **Garosshen, T.J., Tillman, T.D. y McCarthy, G.P.** *Effects of b, c, and zr on the structure and properties of a p/m nickel base superalloy.* *metallurgical transactions.* 1987.
4. **Cook III, Grant O y Sorensen, Carl D.** *Overview of transient liquid phase and partial transient liquid phase bonding.* s.l. : Springer, 2011.
5. **Ramirez, J.E. y Liu, S.** *Diffusion brazing in the nickel-boron system.* 1992.
6. **García-Vázquez, F., Guzmán, I. y Acevedo, J.** *Efecto de los parámetros del proceso brazing en las propiedades metalúrgicas de uniones de acero inoxidable aisi 304.* s.l. : Revista Mexicana de Materiales Compuestos y Avanzados, 2012.
7. **Ecm Technologies.** [En línea] <http://www.ecm-furnaces.com/turquoise>.
8. **Bedoya Zambrano, Germán Ernesto.** *Elaboración del procedimiento y calificación del proceso de soldadura fuerte (brazing) por alta frecuencia para la empresa abb transformadores.* s.l. : Universidad Tecnológica de Pereira, 2014.
9. **Ultraflex Power Technologies.** [En línea] <http://www.ultraflexpower.com/induction-brazing-of-copper-tubing-and-brass-fitting/>.

10. **Benitez Barrera, Juan Jose.** *Efecto del tratamiento termico en la microestructura de la union soldada con proceso de soldadura fuerte (brazing), donde el material de base es titanio grado uno y de aporte nitinol.* 2009.
11. **García, H.M. Hdez, y otros.** *Preparación de Superficies metálicas de fractura con nanopartículas para aplicar el proceso brazing.* 2010.
12. **Geddes, B., Leon, H. y Huang, X.** *Superalloys - alloying and performance.* *asm international.* 2010.
13. **Kreysa, Gerhard y SCHÜTZE, M.** *Dechema corrosion handbook.* s.l. : Dechema, 2008.
14. **Wang, Linchun y Li, D.Y.** *Effects of yttrium on microstructure, mechanical properties and high-temperature wear behavior of cast stellite 6 alloy.* s.l. : Elsevier, 2003.
15. **Yao, M.X., y otros.** *Metallographic study and wear resistance of a high-c wrought co-based alloy stellite 706k.* *materials science and engineering.* s.l. : Elsevier, 2005.
16. **Ibarra-Castro, N. M., y otros.** *Co-based alloy brazing incorporating tungsten nanoparticles.* 2015.
17. **Davis, Joseph R., Et Al.** *Nickel, cobalt, and their alloys.* s.l. : ASM international, 2000.
18. **Lucchini, Romain.** *Nanoindentación de capas finas de zrw.* s.l. : Universidad Politécnica de Catalunya, 2009.
19. **Digital Instruments Veeco Metrology Group.** *Dimension 3100 manual.* 2005.
20. **Solís Fernández, Pablo.** *Modificación superficial de materiales de carbono: grafito y grafeno.* 2011.



21. **Giessibl, Franz J.** *AFM's path to atomic resolution*. s.l. : Elsevier, 2005.
22. **Dávila Zevallos, Jenny Janet** . *Fuerzas intermoleculares*.
23. **Digital Instruments Veeco Metrology Group.** *Nanoscope controller manual*. 2005.
24. **Bettini, Eleonora, y otros.** *Influence of metal carbides on dissolution behavior of biomedical CoCrMo alloy: SEM, TEM and AFM studies*. s.l. : Elsevier, 2011.
25. **Dieter, George Ellwood y Bacon, David J.** *Mechanical metallurgy*. 1988.
26. **Hualong.** [En línea] 2015. <http://en.hualong.net/product.asp>.
27. **Idrovo Urgilés, Pablo Xavier y Quintanilla Molina, Luis Miguel.** *Aplicación de galgas extensiométricas en el laboratorio de mecánica de materiales de la carrera de Ingeniería mecánica para la obtención de deformaciones en elementos sometidos a cargas combinadas*. 2010.
28. **Arciniegas, M., y otros.** *Estudio comparativo de módulos elásticos mediante las técnicas de ultrasonidos y nanoindentación para nuevas aleaciones de ti. en anales de la mecánica de fractura*. 2007.
29. **Oliver, Warren Carl y Pharr, George Mathews.** *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. journal of materials research*. s.l. : Cambridge Univ Press, 1992.
30. **Yovanovich, M. M.** *Micro and macro hardness measurements, correlations, and contact models. en collection of technical papers—44th aiaa aerospace sciences meeting*. 2006.
31. **Lucca, D. A., Herrmann, K. y Klopstein, M. J.** *Measuring methods and applications. cirp annals-manufacturing technology*. s.l. : Elsevier, 2010.

32. **Mencin, P., Van Tyne, C. J. y Levy, B. S.** *A method for measuring the hardness and elastic modulus of the surface layer on hot forging dies using a nano indentation. fierf finkl challenge grant report.* s.l. : Citeseer, 2007.
33. **Hernandez, VH Baltazar, y otros.** *Nanoindentation and microstructure analysis of resistance spot welded dual phase steel. materials letters.* s.l. : Elsevier, 2010.
34. **Charitidis, CA, y otros.** *Residual stress and deformation mechanism of friction stir welded aluminum alloys by nanoindentation. Materials Science And Engineering.* s.l. : Elsevier, 2012.

## LISTADO DE FIGURAS

Figura 2.1 Ángulo de humectado .....	5
Figura 2.2 Diagrama binario de reacción invariante eutéctica .....	8
Figura 2.3 Ilustración del perfil de fases formadas durante la etapa de disolución en el brazing en función de la concentración de soluto en el líquido. ....	8
Figura 2.4 Gráfico del tiempo de disolución en función del espesor de la capa intermedia .....	10
Figura 2.5 Esquematización de la homogenización de la región líquida.....	11
Figura 2.6 Tiempo de homogenización.....	12
Figura 2.7 Solidificación isotérmica.....	13
Figura 2.8 Secuencia y formación de la zona isotérmica en función del tiempo .....	15
Figura 2.9 Horno de alta temperatura y vacío.....	16
Figura 2.10 Unión entre un tubo de Cu y un accesorio de latón mediante brazing por inducción.....	17
Figura 2.11 Proceso de soldadura fuerte en horno continuo (1). ....	21
Figura 2.12 Micrografía óptica de la aleación Stellite 706k (a) vista a 60x y (b) a 480x .....	25
Figura 2.13 Micrografía de unión por brazing .....	26
Figura 2.14 Imagen de microscopía electrónica de barrido (SEM) de unión por brazing de aleación base Co.....	27
Figura 2.15 Imagen del Cantiléver obtenida por electrones secundarios ....	29
Figura 2.16 Microscopio de fuerza atómica .....	29
Figura 2.17 Fuerzas de interacción en función de la distancia en "z" .....	30

Figura 2.18 Cantilever en modo dinámico .....	31
Figura 2.19 Diagrama de bloques de la señal de control de movimiento del cantilever .....	33
Figura 2.20 Relieves y topografías en 3D por AFM de la disolución de carburos .....	33
Figura 2.21 Topografía y mapa de potencial V .....	35
Figura 2.22 Gráfica esfuerzo-deformación.....	36
Figura 2.23 Diferencia de longitud de la probeta antes y después de la deformación .....	37
Figura 2.24 Máquina universal.....	38
Figura 2.25 Proceso de visualización del módulo elástico.....	39
Figura 2.26 Gráfica de carga y descarga .....	40
Figura 2.27 Curvas de descarga contra desplazamiento .....	41
Figura 2.28 Huella del indentador .....	42
Figura 2.29 (a) Perfil de micro dureza Vickers, (b-c) micrografías por SEM del metal base y la ZAC.....	47
Figura 2.30 Gráficos de carga contra desplazamiento de la región ZAC y del Metal base .....	48
Figura 2.31 Imágenes de MEB. Indentaciones sobre: Martensita del metal base(a), Fe (b) y región revenida, martensita revenida (c), Fe (d).....	49
Figura 2.32 Gráficos de carga y desplazamiento curvas con 200 nm de profundidad para el aluminio AA6082-T6 (a) y aluminio AA5083-H111 (b) sección transversal .....	50

## LISTADO DE TABLAS

Tabla 1 Fuerzas de interacción considerando el rango de medición .....	30
Tabla 2 Métodos de calibración. ....	44