

CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL APLICADAS A
UN COMPUESTO DE MATRIZ METÁLICA DE ALUMINIO REFORZADO CON
PARTÍCULAS DE CARBURO DE SILICIO UNIDO POR EL PROCESO DE
SOLDADURA POR FRICCIÓN (FSW)**

POR

ING. ARHELI ZAID RODRÍGUEZ DÍAZ

MONOGRAFÍA

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

SALTILLO, COAHUILA

CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL APLICADAS A UN COMPUESTO DE MATRIZ METÁLICA DE ALUMINIO REFORZADO CON PARTÍCULAS DE CARBURO DE SILICIO UNIDO POR EL PROCESO DE SOLDADURA POR FRICCIÓN (FSW)

POR

ING. ARHELI ZAID RODRÍGUEZ DÍAZ

MONOGRAFÍA

EN OPCIÓN COMO ESPECIALISTA EN TECNOLOGÍA DE LA SOLDADURA INDUSTRIAL

SALTILLO, COAHUILA

AGRADECIMIENTOS

"God gives every bird a worm, but he does not throw it into the nest."

Swedish Proverb

Según Malcom Forbes el propósito de la educación es reemplazar una mente vacía con una mente abierta, palabras que gracias a muchas personas han podido ir saltando del papel a la realidad. Agradezco a COMIMSA y Conacyt por el apoyo que me brindaron a lo largo de mi preparación profesional en estos estudios de post grado.

Dentro de ambas instituciones muchas personas fueron partícipes en la elaboración del presente documento, sin embargo me gustaría hacer énfasis particularmente en aquellos que avanzaron a mi lado.

Primeramente al Doctor Arturo Reyes, que me mostró que la educación y la vida van siempre de la mano y que los errores que cometemos no son otra cosa que una ventana para seguir avanzando.

A la maestra Gladys Pérez, quien me enseñó que el valor de una lección no radica simplemente aprenderla y recitarla, sino en aplicarla y vivirla, gracias por apoyarme siempre como maestra y amiga. Al Dr. Jorge Mondragón y al Dr. Martín Pech, por todo su apoyo incondicional.

A mis compañeros de especialidad, por los buenos momentos que compartimos, las lecciones y prácticas que juntos aprendimos, porque me enseñaron que el éxito no radica en la fuerza, o la cantidad de conocimiento sino en la voluntad que cada uno de nosotros tengamos de llegar a ser lo que anhelamos.

A la fundación del Instituto Tecnológico de Saltillo, a CINVESTAV unidad Saltillo y Nemark Monclova por sus generosa contribución a mi investigación.

A todos ellos que sin importar mi grado o el título que cada uno tuviera siempre me trataron como un igual y me guiaron como a una hija, una hermana y una amiga. Y finalmente, pero de manera muy especial, quisiera agradecer y dedicar este trabajo a mi familia, porque a pesar de todo, cuando mis muros parecen derrumbarse, siempre puedo contar con ellos, mis más fuertes cimientos; porque me enseñaron que para intentar poner el mundo en orden debo arreglar primero el caos que representa mi propio ser.

ÍNDICE GENERAL

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.....	12
1.1. Antecedentes	12
1.2. Objetivos	13
1.2.1. General.....	13
1.2.2. Específicos	13
1.3. Justificación.....	13
1.4. Planteamiento del problema	14
1.5. Aportación Tecnológica.....	15
1.6. Alcance.....	15
CAPÍTULO II. ESTADO DEL ARTE.....	16
2.1. Materiales compuestos	16
2.1.1. Conceptos generales.....	16
2.2. Proceso de soldadura por fricción	25
2.2.1 Clasificación de las zonas de soldadura	26
2.2.1.1. Clasificación de Threadgill.....	27
2.2.1.2. Clasificación de Arbegast	28
2.2.2 Variables de soldadura.....	29
2.2.3 Flujo de metal durante FSW.....	32
2.2.3.1. Técnica de inserto de marcadores (MIT).....	32
2.2.3.2. Soldaduras similares y disímiles.....	34
2.2.4 Desarrollo microestructural	35
2.2.4.1. Estructura de grano	35
2.2.5 Herramientas para el proceso de Soldadura por Fricción.....	36
2.3 Principios de difusión en el proceso de soldadura por fricción.....	39
2.3.1 Mecanismos de difusión.....	39
2.3.1.1. Difusión por vacancias.....	40
2.3.1.1. Difusión intersticial.....	40
2.3.2 Difusión en estado estacionario	41
2.3.3 Difusión en estado no estacionario	43
2.3.4 Dependencia de la temperatura en la difusión en sólidos	45
2.4 Técnicas de caracterización para materiales compuestos	45
2.4.1 Conceptos generales.....	45

2.4.2 Técnicas de caracterización	46
2.4.2.1. Metalografía óptica	46
2.4.2.2. Microscopía electrónica de barrido	52
2.4.2.3. Microscopía electrónica de transmisión	54
2.4.2.4. Difracción de rayos X (DRX).....	56
2.4.2.5. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	57
2.4.3 Preparación de muestras	59
2.4.3.1. Metalografía óptica	59
2.4.3.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	62
2.4.3.3. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)	65
2.4.3.4. Difracción de rayos x (DRX)	70
2.4.3.5. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	71
2.5 Proceso de soldadura por fricción para materiales compuestos de matriz metálica reforzados con SiC.....	83
CAPÍTULO III. DISCUSIÓN Y ANÁLISIS DE BIBLIOGRAFÍA	103
CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES.....	107
BIBLIOGRAFÍA	109
ANEXOS	111
Anexo A. Tabla comparativa de técnicas de caracterización.....	111
Anexo A. Tabla comparativa de técnicas de caracterización (continuación).....	112
Anexo B. Ataques químicos selectivos	113
Anexo C. Caso de estudio.....	114
5.1. Fabricación de material compuesto	114
5.1.1. Método de procesamiento.....	114
5.1.2. Parámetros de procesamiento	115
5.1.3. Diseño de aleación base	117
5.2. Fusión de aluminio	117
5.2. Caracterización de material base.....	120
5.2.1. Preparación y ataque	120
5.2.2. Resultados.....	121
5.3. Análisis de resultados.....	122
5.4. Conclusiones	123
RESÚMEN AUTOBIOGRÁFICO	125

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Formas típicas de fibras para materiales compuestos	17
Figura 2.2	Bombardero de la fuerza aérea de los Estados Unidos	20
Figura 2.3	Inspección del material compuesto de matriz de aluminio	22
Figura 2.4	Microestructura típica de la soldadura láser Nd:Yag Al/Gr	23
Figura 2.5	Porosidad encontrada en zona de fusión	24
Figura 2.6	Principales geometrías en herramientas para FSW	25
Figura 2.7	Esquema del proceso FSW	26
Figura 2.8	Estructura típica de fricción en aleaciones base aluminio	27
Figura 2.9	Microestructura de una aleación de Al soldada por FSW	28
Figura 2.10	Clasificación de la soldadura por fricción según Arbegast	29
Figura 2.11	Relación entre velocidad rotacional y temperatura máxima Variación del torque con respecto al cambio de velocidad de soldadura	30
Figura 2.12		31
Figura 2.13	Localización de marcadores	33
Figura 2.14	Evolución de la forma de la herramienta por desgaste en FSW	38
Figura 2.15	Esquema del gradiente de concentración en estado estacionario Perfiles de concentración en estado no estacionario a diferentes tiempos	41
Figura 2.16		43
Figura 2.17	Iluminación de campo claro	49
Figura 2.18	Iluminación de campo oscuro	50
Figura 2.19	Luz polarizada	51
Figura 2.20	Iluminación DIC	52
Figura 2.21	Imágenes por SEM de material compuesto Al/diamante	54
Figura 2.22	Patrón de difracción para un cristal de siliciuro de magnesio	55
Figura 2.23	Difractograma para un acero TRIP 800	57
Figura 2.24	Figura de polos de la cuarcita	59
Figura 2.25	Mejora de calidad de imagen por recubrimiento	64
Figura 2.26	Micrografía por SEM de una aleación de aluminio	65
Figura 2.27	Etapas del electropulido	67
Figura 2.28	Acción fina del electropulido	67
Figura 2.29	Técnica de la ventana	69
Figura 2.30	Secuencia de imágenes de preparación de muestras	70
Figura 2.31	Esquema representativo de preparación para DRX	71
Figura 2.32	Análisis de la soldadura por fricción de Al 6061-T6	74
Figura 2.33	Micrografía por SEM de Al-15% Mg ₂ Si	75
Figura 2.34	Micrografía típica de superficie de fractura de Al-15% Mg ₂ Si Superficie de fractura de Al-15%Mg ₂ Si con diferentes contenidos de Cr	76
Figura 2.35		77
Figura 2.36	Micrografías por TEM y DRX	78
Figura 2.37	Micrografías por TEM	79

Figura 2.38	Imágenes de pulido mecánico por SEM	81
Figura 2.39	Figuras de polos para muestras pulidas por iones	82
Figura 2.40	Superficie y raíz de la unión por FSW	84
Figura 2.41	Micrografías por SEM de placas soldadas bajo 900/125	85
Figura 2.42	Micrografías por SEM de placas soldadas bajo 1400/40	86
Figura 2.43	Perfiles de microdureza para soldaduras realizadas bajo diferentes parámetros	87
Figura 2.44	Probetas de tensión para muestras de FSW a 900/125	88
Figura 2.45	Micrografía por SEM de superficie de fractura de la unión de Al/MMC	88
Figura 2.46	Configuración de la herramienta para FSW de Al 2124/SiC	89
Figura 2.47	Micro y Macrografía de la unión por FSW	90
Figura 2.48	Microestructura por SEM y análisis por EDX	92
Figura 2.49	Formación de porosidad alrededor de partículas de SiC en WN	93
Figura 2.50	Agrietamiento de partículas gruesas de SiC en WN	93
Figura 2.51	Perfil de dureza en compuesto AA2124/SiC soldado	94
Figura 2.52	Micrografía de la sección transversal de la unión AA2009/SiC	96
Figura 2.53	Microestructura del compuesto AA2009/SiC	97
Figura 2.54	Micrografía mostrando bandas ricas en SiC	98
Figura 2.55	Patrones de DRX	99
Figura 2.56	Micrografías por TEM de la distribución de precipitados	100
Figura 2.57	Imagen por SEM de superficies de fractura longitudinales de compuesto T4	101

Síntesis

Los materiales compuestos han sido un foco de investigación desde la segunda guerra mundial, donde debido a sus propiedades estructurales, tribológicas, térmicas y eléctricas eran empleados en la estructura de los bombarderos de los Estados Unidos; tecnología costosa únicamente por las altas esferas del gobierno y el ejército. Sin embargo a partir de los años 50's y 60's la tecnología de materiales compuestos despegó de manera importante en el sector industrial, requiriendo el desarrollo de procesos de unión efectivos y técnicas de caracterización adecuadas, las cuales permitieran de manera satisfactoria el análisis de transformación de fase y comportamiento mecánico.

Siendo los procesos de arco inadecuados para este tipo de materiales debido a las altas temperaturas que se generan en los mismos, el proceso de soldadura por fricción se postula como un candidato viable para su unión. Sin embargo debido a la agitación y deformación causadas por la naturaleza de este proceso, una estructura caótica es principalmente encontrada en los materiales unidos por esta técnica.

En base a los resultados obtenidos por diversos autores, se estudian las principales técnicas de caracterización adecuadas para el estudio de esta microestructura en desorden, resaltando la microscopía óptica, la microscopía electrónica de barrida, microscopía electrónica de transmisión, difracción de rayos x y difracción de electrones retrodispersados, abarcando desde los principios de operación hasta la preparación adecuada de muestras para cada una de las técnicas antes mencionadas, así como también sugerencias de ataques y metodologías de análisis microestructural.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1. Antecedentes

El ramo de la industria espacial y automotriz demanda continuamente la mejora en sus procesos, materiales y productos finales; por lo que el desarrollo e innovación científica en torno a dichos parámetros exige un arduo trabajo, resultados óptimos con excelente calidad.

Para ello se tiene en foco a los materiales compuestos avanzados de matriz de aluminio, los cuales muestran ventajas significativas en aplicaciones de termo control debido a propiedades tales como alta conductividad térmica, bajo coeficiente de expansión, ligereza y buena maquinabilidad. Sin embargo la anisotropía que presentan estos materiales debido; a su proceso de fabricación y la formación de fases perjudiciales en la interfaz Al-C cuando el material es sometido a ciertos niveles de temperatura, limitan el uso de procesos de soldadura tradicionales en este tipo de materiales compuestos, forzando a la implementación de procesos avanzados de alta vanguardia.⁽¹⁾

Las técnicas de caracterización microestructural forman de tal manera una de las herramientas más valiosas en la determinación de microestructura y por ende aseguramiento de calidad desde las primeras etapas del procesamiento del material.

1.2. Objetivos

1.2.1. General

Estudio del estado del arte de los procesos de caracterización microestructural de los compuestos de matriz metálica.

1.2.2. Específicos

Análisis de las técnicas de caracterización microestructural empleadas en los materiales compuestos de matriz metálica.

Recopilación de información acerca de los fenómenos de difusión involucrados en las transformaciones de fases presentes en los materiales compuestos de matriz metálica sometidos a un proceso de unión de soldadura por fricción.

1.3. Justificación

El desarrollo tecnológico es la pieza clave del avance de una civilización, la capacidad por innovar y moverse de acuerdo al ritmo de las necesidades sociales determina el progreso de la misma. Dicho así, tales avances tecnológicos no podrían llevarse a cabo sin el desarrollo de nuevos materiales y las técnicas apropiadas para el estudio de los mismos. ⁽¹⁾

La presente demanda en la producción e implementación de materiales con una calidad superior requiere de la optimización de las características microestructurales de este material una vez que se ha sometido a un proceso de trabajo, en este caso la soldadura.

Por medio del conocimiento de la microestructura se puede comprender el comportamiento mecánico que algún material podría presentar bajo ciertas condiciones de trabajo, anticipándose de esta manera a los eventos favorables

o adversos que este comportamiento podría representar en la aplicación práctica de dicho material.

No obstante y a pesar de ser uno de los primeros pasos esenciales en la determinación de la microestructura, en la actualidad no se cuenta con metodologías específicas para el desarrollo de un proceso de caracterización microestructural de materiales compuestos de matriz metálica por medio de microscopía óptica, en contraste con las técnicas electrónicas de caracterización que se encuentran más ampliamente desarrolladas y son de difícil acceso.

Por este motivo se considera pertinente realizar una revisión crítica de la literatura, con el objetivo de consolidar la información que se encuentra disponible hasta el momento dentro de este campo de trabajo y concluir con la propuesta de una metodología y técnicas teóricas que pudieran ser validadas en el campo experimental en futuros proyectos de investigación.

1.4. Planteamiento del problema

Siendo el proceso de soldadura por fricción y los materiales compuestos, específicamente aquellos de matriz de aluminio reforzados con carburo de silicio tecnologías relativamente novedosas la información que se tiene al respecto de la evolución microestructural y técnicas de caracterización en la unión del material con el proceso en cuestión son algo escasas y se encuentra de manera dispersa.

Aunado a ello, las técnicas de caracterización empleadas comúnmente consisten en procesos complejos y de alto costo, con lo que el análisis microestructural se vuelve tardado y de difícil acceso.

1.5. Aportación Tecnológica

Recopilación de información en cuanto a técnicas de caracterización para la soldadura por fricción de materiales compuestos de matriz metálica de aluminio reforzado con partículas de carburo de silicio que representen un costo menor y trabajo de más fácil acceso, arrojando resultados equiparables a aquellos obtenidos por las técnicas actuales.

1.6. Alcance

En el presente trabajo se empleará un material compuesto de matriz metálica de aluminio reforzado con partículas de carburo de silicio soldado por el proceso de soldadura por fricción (FSW).

Se estudiarán las técnicas de caracterización microestructural mas ampliamente empleadas para dichos compuestos, así como también los ensayos y análisis de propiedades mecánicas necesarios para el entendimiento y evaluación de la calidad de las uniones en este proceso para aplicaciones de carácter industrial.

CAPÍTULO II

ESTADO DEL ARTE

2.1. Materiales compuestos

2.1.1. Conceptos generales

Un material compuesto no es otra cosa que una combinación de dos o más materiales distintos, los cuales poseen una interfaz fácilmente diferenciable entre ellos. Los materiales compuestos no son usados únicamente por sus propiedades estructurales, sino que también por sus aplicaciones ambientales, tribológicas, térmicas y eléctricas. Hoy en día los materiales compuestos son generalmente optimizados para alcanzar un particular balance de propiedades para cierta gama de aplicaciones. ⁽²⁾

Si se toma lo anterior en cuenta, el rango de materiales que podrían entrar en la clasificación de materiales compuestos es bastante amplio. Sin embargo como una definición práctica se establece que un material compuesto son aquellos que contienen una matriz continua que une y da forma a un constituyente de refuerzo que es más rígido y fuerte. De esta manera el compuesto resultante presenta un balance de propiedades estructurales que es superior que cada uno de los materiales que lo constituye de manera individual. ⁽³⁾

Normalmente los compuestos contienen una fibra o partícula que es más rígida y fuerte que la matriz continua. Muchos tipos de refuerzos poseen

además buena conductividad eléctrica y térmica, un coeficiente de expansión térmica menor que el de la matriz y buena resistencia al desgaste.

Los compuestos son comúnmente clasificados en dos niveles diferentes. El primer nivel de clasificación es usualmente respecto al constituyente de la matriz. Las clases más grandes comprenden los materiales compuestos de matriz orgánica, OMCs por sus siglas en inglés, materiales compuestos de matriz metálica (MMC), y materiales compuestos de matriz cerámica (CMCs). El término “materiales compuestos de matriz orgánica” es generalmente aplicado para dos clases de compuestos en específico: materiales compuestos de matriz polimérica (PMCs) y materiales compuestos de matriz de carbono, los cuales son formados comúnmente por PMCs que incluyen pasos extras de carbonización y densificación sobre la matriz polimérica original. El segundo nivel de clasificación se refiere a la forma del refuerzo, que puede ser refuerzo con partículas, refuerzo con whiskers, compuestos laminados de fibra continua, y compuestos tejidos, los cuales poseen una arquitectura de fibras cruzadas y tejidas.

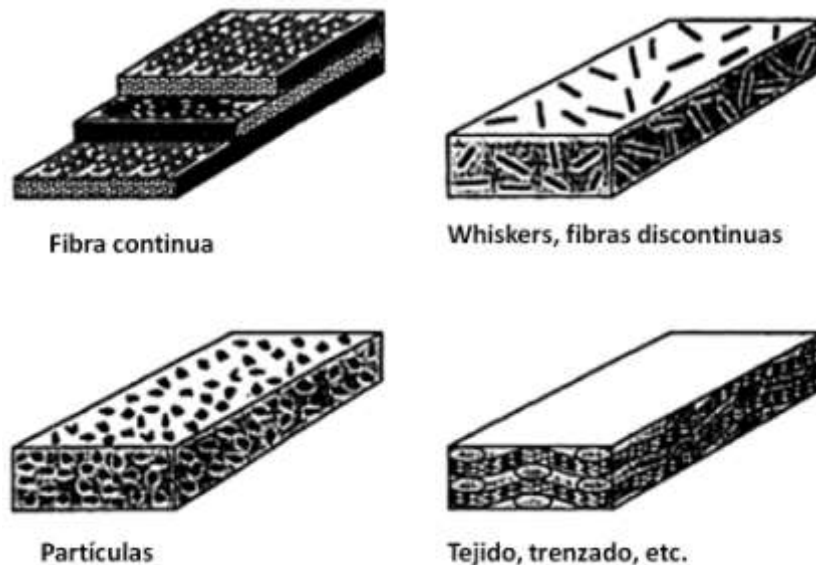


Figura. 2.1. Formas típicas de las fibras empleadas como refuerzo en materiales compuestos ⁽³⁾

Como ya se mencionó con anterioridad el objetivo del refuerzo es mejorar las propiedades mecánicas, sin embargo para lograr un incremento significativo, generalmente debe existir una fracción volumen substancial del refuerzo, esto es aproximadamente 10% o más. Se considera al refuerzo como una “partícula” si todas sus dimensiones son iguales. De esta manera los materiales compuestos reforzados con partículas incluyen aquellos reforzados por esferas, hojuelas, etc. Los refuerzos de whiskers, que poseen un radio aproximado de entre 20 y 100 μm , son comúnmente considerados como partículas en los materiales compuestos de matriz metálica. Todos los anteriormente mencionados se clasifican como refuerzos *discontinuos*, debido a que la fase reforzante es discontinua para las fracciones de volumen bajas, siendo más comúnmente empleadas en los materiales compuestos de matriz metálica. ⁽³⁾

Por otra parte, los materiales compuestos reforzados con fibras continuas contienen refuerzos que poseen longitudes mucho mayores que su sección transversal. Dichos compuestos son considerados como de fibras discontinuas o de fibras cortas, si sus propiedades varían con la longitud de la fibra. Por otro lado, cuando la longitud de la fibra es tal que cualquier incremento posterior en la longitud no afecta de manera significativa las propiedades, por ejemplo, no incrementa el módulo elástico o la resistencia del material compuesto, el material es considerado como de refuerzo continuo. La mayoría de los materiales compuestos con fibras continuas (o filamentos continuos), contienen fibras con una longitud comparable a las dimensiones totales de la parte de compuesto. Cada una de las capas o estratos de fibra continua en el compuesto comúnmente tiene una orientación específica de la fibra. ⁽³⁾

La última categoría respecto a la arquitectura de la fibra es aquella que se encuentra formada por paquetes de fibras tejidas o trenzadas, con las cuales se puede crear fibras entrelazadas, las cuales presentaran comúnmente una orientación completa o parcialmente ortogonal al plano estructural primario. ⁽³⁾

2.1.2. Antecedentes históricos

La existencia de los materiales compuestos se remonta mucho tiempo atrás, estos saltan a la luz desde que la historia de los seres humanos ha sido conocida. La madera es uno de los materiales compuestos naturales que se ha usado y nos ha rodeado desde los inicios de nuestra existencia. El hueso animal, que también entra en la categoría de material compuesto, se empleó de manera primitiva para la pesca, caza y agricultura en herramientas como el tradicional cuchillo de hueso que data del año 10 000 AC, el cual puede encontrarse hoy en día en el Museo de Historia Nacional. ⁽⁴⁾

Más adelante, conforme aumentaba el conocimiento tecnológico durante la segunda guerra mundial en la cual se originan los primeros materiales compuestos de matriz orgánica, OMCs, resultado de los esfuerzos realizados en la comunidad aeroespacial para producir materiales con valores de resistencia y rigidez específica que fueran significativamente mayores que los materiales estructurales existentes en ese tiempo. Así mismo, las aleaciones estructurales que se encontraban disponibles, como aquellas con base de aluminio, eran propensas a la corrosión y daño por fatiga, mientras que los OMCs proveían un enfoque para solucionar estos problemas. Para finales de la guerra, los plásticos reforzados con fibra de vidrio eran ampliamente utilizados en los filamentos enrollados de los motores de los cohetes y en algunos otros prototipos de la industria aeroespacial. ⁽³⁾

Estos materiales aumentaron su popularidad en los años 50's lo que represento mejoras importantes en el ámbito estructural y de resistencia a la corrosión. Las aplicaciones comerciales en el sector deportivo en los años 60's constituyeron uno de los mercados más amplios para estos materiales, lo cual favoreció las capacidades de diseño y producción, haciendo familiar el consumo y la confianza en los mismos, con un costo menor al original.

La crisis energética de los años 70's representó un incentivo importante para la introducción de los OMCs en la aviación industrial, y la exitosa experiencia en la aviación militar constituyó un factor importante en su aceptación en la industria comercial, donde la aplicación de los OMCs para la aviación de combate fue comúnmente confinada a la cola de los aviones y otras estructuras no críticas. Por ejemplo, únicamente el 2% del F-15 E/F estaba formado de materiales compuestos. Un ejemplo más reciente de la aplicación de los OMC es la siguiente generación de aviones de combate táctico de los Estados Unidos, el F-22, el cual posee alrededor del 24% de su estructura construida empleando OMCs. El bombardero B-2, mostrado en la figura 2.2, se construye empleando un alto porcentaje de materiales compuestos. ⁽³⁾

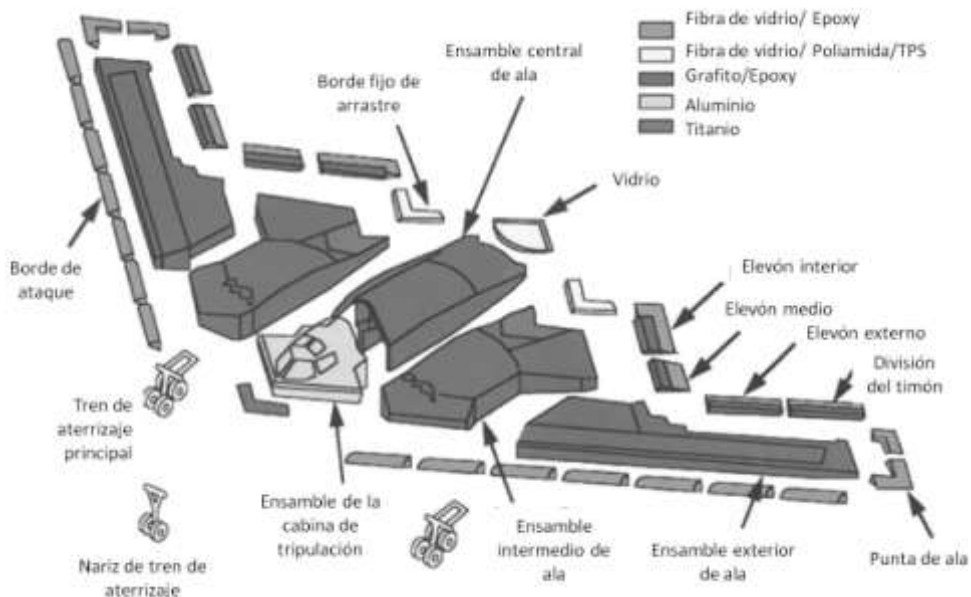


Figura.2.2. Bombardero de la fuerza aérea de los Estados Unidos, el cual está constituido de una gran gama de materiales compuestos avanzados ⁽³⁾

Materiales compuestos de matriz metálica. El primer esfuerzo por desarrollar los materiales compuestos de matriz metálica (MMCs) se originó en los años 50's y principios de los años 60's. La principal motivación fue extender de manera dramática la eficiencia estructural de los materiales metálicos mientras se conservaban sus ventajas, incluyendo la inercia química, alta resistencia al corte, y buena retención de propiedades aun a altas temperaturas.

Los primeros trabajos sobre el polvo de aluminio sinterizado fueron los precursores de los MMCs. La recesión a principios de los 70's produjo una reducción en el presupuesto de investigación y desarrollo de los MMCs, lo que condujo al final de esta fase. A finales de los 70s, los esfuerzos se renovaron en los MMCs reforzados con fibras discontinuas empleando whiskers de SiC, con lo que se llegó de nuevo a una era de interés en los materiales compuestos de matriz metálica reforzado tanto con fibras continuas como discontinuas. A principios de los años 90, la fuerza área de los Estados Unidos destinó un programa de investigación para establecer una tecnología base de MMC para la industria aeroespacial de los Estados Unidos, el cual arrojó diversas marcas militares y comerciales para su aplicación aeroespacial enfocándose en el aluminio reforzado con fibras discontinuas.

En el año de 1999, el mercado de los MMC para el manejo térmico y empaquetamiento electrónico fue 5 veces más grande que el mercado aeroespacial, brecha que se espera siga en aumento en los siguientes 5 años debido al avance en dichos mercados. ⁽³⁾

En investigaciones recientes, Aguilar-Cortés y colaboradores en 2011 ⁽¹⁾, soldaron un compuesto de matriz metálica de Al-Si reforzado con fibras de grafito, consistiendo el refuerzo en el 30% del volumen del compuesto, como se puede apreciar en la figura 2.3, y fue unido por medio de la tecnología de soldadura láser por Nd:Yag con el objetivo de determinar el efecto de los parámetros de soldadura, específicamente la densidad de potencia, energía,

duración del pulso, frecuencia, y velocidad de avance; sobre las características microestructurales de un CMM Al/Gr. ⁽¹⁾

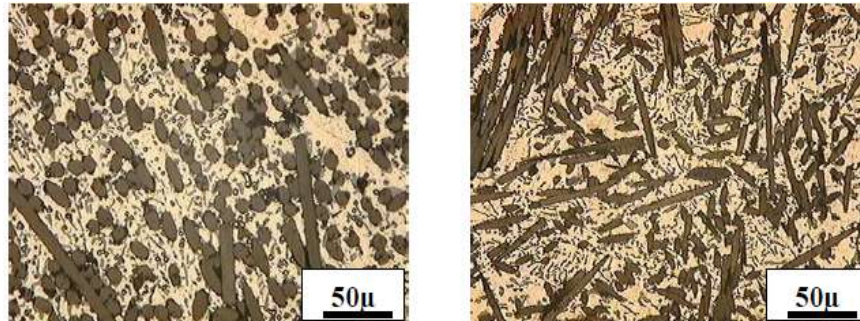


Figura 2.3. Inspección al compuesto de matriz de aluminio reforzada con 30% en volumen de grafito. De izquierda a derecha. A) Micrografía normal de la superficie de montaje (plano z). B) Micrografía paralela a la superficie de montaje (plano xy) ⁽¹⁾

En dicho trabajo se fijaron los valores de frecuencia, flujo de gas de protección y distancia focal, empleando placas de 25.4x12.7x3 mm, gas de protección de argón de alta pureza y sin aporte. Con esto encontraron que conforme la distancia focal se modifica, también habría cambio en el tamaño del punto, lo que consecuentemente conduciría a la modificación de la densidad de potencia. Así mismo la potencia y la duración del pulso se vuelven totalmente trascendentales sobre el cordón, de manera que conforme se aumente la duración, incrementará el charco con lo que se genera una zona afectada por el calor (ZAC) mayor ⁽¹⁾.

En cuanto al nivel de constricciones, encontraron que la potencia e interacciones entre las variables dependen del tiempo (duración del pulso, frecuencia y velocidad de soldadura). Para inquirir el efecto que pudieran llegar a tener sobre las propiedades mecánicas se llevó a cabo una prueba de dureza según la norma ASTM C1671-07 sobre 6 probetas sometidas a una carga de 200 gr. Complementando el estudio se obtuvo un análisis microestructural por medio de microscopía electrónica, en la cual se encontraron 3 zonas diferentes

(Figura 2.4), la primera que denotaron con la letra A, consiste en una zona central con estructura dúplex de precipitados en forma de agujas y placas finas, seguido a esta, se encontró una zona B que consistía en una zona de fusión (ZF) relativamente estrecha y finalmente, contigua a la zona B se encontró la tercer zona, a la que se le denotaría como C, la cual constituiría la zona afectada por el calor en forma de una banda de huecos en la matriz y fibras de grafito. ⁽¹⁾

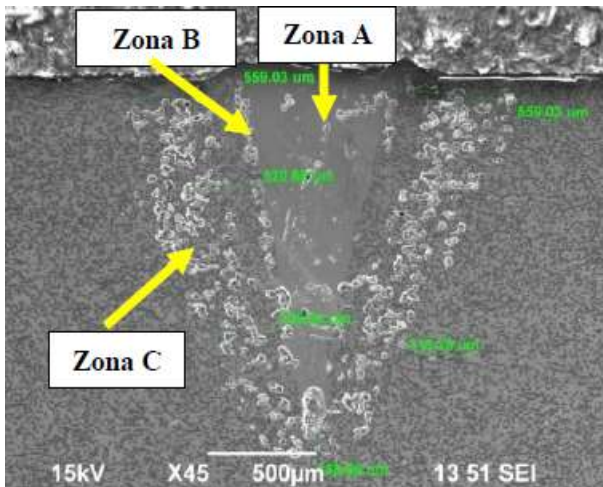


Figura 2.4. Microestructura típica de la soldadura láser Nd:Yag pulsado en CMM Al/Gr. (P=4500W, t=4ms) ⁽¹⁾

En el presente trabajo encontraron que el proceso láser a bajas energías de entrada y ciclos térmicos cortos limitan la disolución del refuerzo evitando así la formación del carburo de aluminio (Al_4C_3). Al centro encontraron una región pequeña de Al_4C_3+Si celular eutéctica rodeada por $Gr+ Al_4C_3+estructura$ de solidificación eutéctica y finalmente por una región de fibras de grafito, una estructura de solidificación eutéctica y una región de huecos que disminuye conforme se reduce la densidad de potencia. Esta porosidad se encontró en la zona de fusión y se atribuye a la alta viscosidad del compuesto fundido que se presenta cuando la duración de pulso es demasiado corta lo que no permite que las burbujas de gas escapen fácilmente. Con lo que se puede afirmar que una

duración de pulso corta da lugar a una alta velocidad de enfriamiento, lo que alienta la formación de grietas. ⁽¹⁾

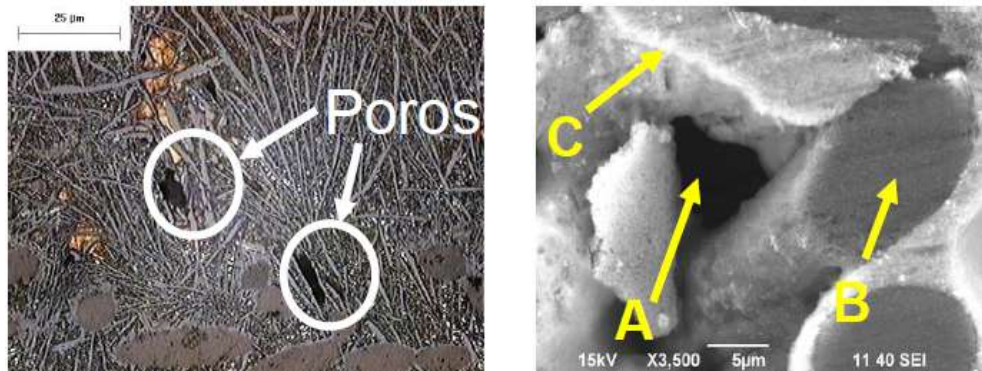


Figura. 2.3. 1) Porosidad encontrada en la zona de fusión (región B) cuando $P_p=4125W$, $t=4ms$, $F=10\text{ hz}$, 2) Constrictiones matriz-refuerzo debido a la baja mojabilidad del aluminio con el grafito y la influencia de los parámetros. A) Constricción, B) Fibra de grafito, C) Matriz de aluminio. ⁽¹⁾

Si en el proceso se llegara a aumentar la temperatura, el volumen de la matriz se incrementaría con lo que la densidad del aluminio bajaría debido a que las fibras no permiten la correcta expansión, por lo que el aluminio líquido sería expulsado a la superficie. Es importante recalcar que las constricciones, que afectan las propiedades mecánicas, se deben a la poca mojabilidad entre la matriz y el refuerzo y rápidos ciclos térmicos que no permiten resolidificar la matriz de forma adecuada ⁽¹⁾, por lo que al momento de la unión de este tipo de materiales se debe contar con un proceso que permita sopesar dichas condiciones.

De manera general se concluyó que para la correcta y completa comprensión de los fenómenos presentados es necesario realizar un modelo de transformación de fase cualitativo. ⁽¹⁾

2.2. Proceso de soldadura por fricción

El proceso de soldadura por fricción (FSW) es una nueva técnica de soldadura en estado sólido que fue inventada en el Instituto de la Soldadura (TWI) en 1991. La unión toma lugar por medios de una herramienta rotacional de un hombro que contiene un pin roscado o acanalado, como se puede apreciar en la figura 2.6, que provee una combinación de calor generado por la fricción del hombro de la herramienta, y la agitación del material plastificado por el pin a todo lo largo de la línea de unión. ⁽⁵⁾

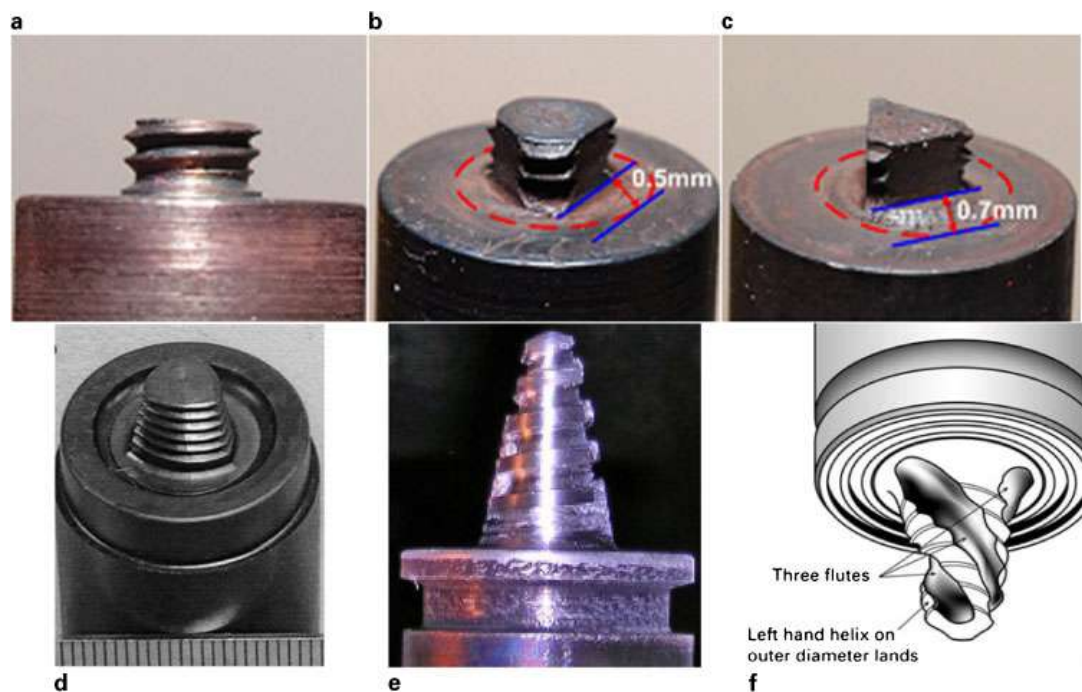


Figura. 2.6. Principales geometrías en las herramientas para FSW a. cilíndrica roscada; b. triangular roscada; c. triangular; d. Trivez; e. cónica tetraédrica; f. esquema de pin con tres canales. ⁽⁶⁾

El proceso ha demostrado un gran éxito con uniones difíciles en aleaciones base aluminio debido al campo térmico localizado que es provisto por la herramienta que minimiza la pérdida de propiedades mecánicas, comparado con los procesos de soldadura por fusión. La técnica de unión en estado sólido también provee una mejor calidad de la unión debido a la falta de licuación, agrietamiento o porosidad. El proceso FSW también ha sido

satisfactoriamente aplicado sobre aceros inoxidables y otras aleaciones no ferrosas (vgr. Ti, Mg, Cu, Ni, compuestos, termoplásticos, y metales disímiles) sin embargo no ha sido comercializado aún al mismo nivel que las aleaciones de aluminio. Las posiciones de soldadura que se puede emplear incluyen: a tope, a traslape, borde, contorno y soldaduras en T. ⁽⁵⁾

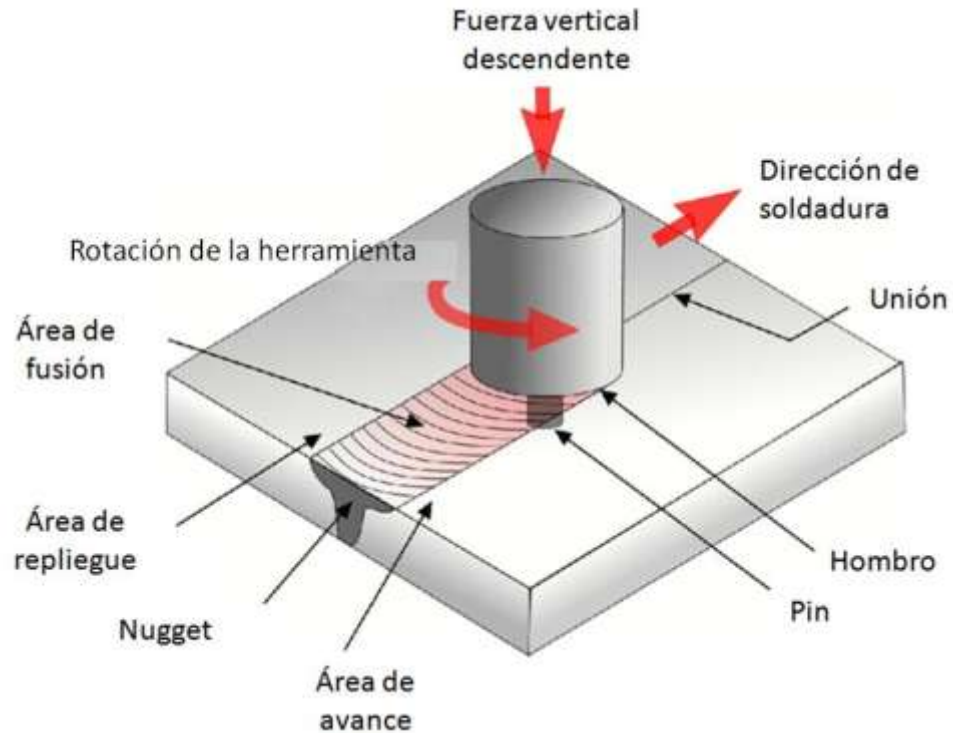


Figura 2.7. Esquema del proceso de soldadura por fricción ⁽⁵⁾

2.2.1 Clasificación de las zonas de soldadura

Las soldaduras resultantes del proceso de soldadura por fricción exhiben una morfología única que difiere de las zonas que se presentan en los procesos de fusión debido a la ausencia de una zona de fusión. Existen dos clasificaciones para las zonas de soldadura; la primera, que es la clasificación de Threadgill, se basa en las zonas microestructurales; mientras que la segunda, la clasificación de Arbegast, en la historia del procesamiento de las zonas soldadas durante el proceso FSW. Ambas fueron desarrolladas para las aleaciones de aluminio, sin embargo pueden ser aplicadas también a otras aleaciones.

2.2.1.1. Clasificación de Threadgill

Esta clasificación consiste en cuatro zonas, las cuales son: botón de soldadura (WN), zona termomecánicamente afectada (TMAZ), zona afectada por el calor (HAZ), y después de esta se encuentra el metal base que no fue afectado (BM) como se puede apreciar esquemáticamente en la figura 2.5. La zona denominada como WN se refiere a la región previamente ocupada por el pin de la herramienta; en la literatura esta zona es comúnmente conocida como zona de agitación (STZ). El alcance de la zona TMAZ abarca la región trapezoidal cuyas bases son el diámetro del hombro y del pin, que abarca las zonas C y D en la figura 2.8. La agitación experimentada en TMAZ y WN durante el proceso conlleva a la formación de granos recristalizados dinámicamente en D y una deformación plástica o granos parcialmente recristalizados en C. Más allá de TMAZ, comúnmente existe una pequeña zona afectada por el calor, donde solo se presenta una disminución en el campo térmico que sigue su curso hasta llegar al metal base.⁽⁵⁾



Figura 2.8. Microestructuras típicas en aleaciones base aluminio mostrando A. Metal base (BM), B. Zona afectada por el calor (HAZ), C. Zona termomecánicamente afectada (TMAZ), D. Nugget de soldadura (WN). Área de avance se encuentra a la izquierda.⁽⁵⁾

Debido a la dirección de rotación de la herramienta, la morfología de la soldadura es asimétrica entre el área de retroceso (RS) y el área de avance (AS). Hacia el área de avance, donde la velocidad transversal y la componente de la velocidad tangencial de la herramienta de rotación están en la misma dirección, el límite entre la TMAZ y la HAZ parece ser más afilado comparado con el área de repliegue donde el límite parece ser más difuso. Otras características particulares pueden ser un brazo de flujo que se extiende desde

WN hasta AS, y círculos concéntricos dentro de WN, generalmente al final de la placa, lo que se conoce como aros de cebolla. ⁽⁵⁾

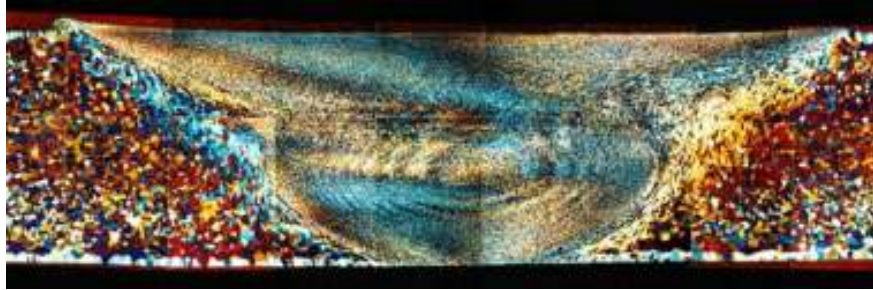


Figura 2.9. Microestructura típica de una aleación de aluminio mostrando la estructura de aros de cebolla y la TMAZ. ⁽⁷⁾

2.2.1.2. Clasificación de Arbogast

Arbogast clasificó la soldadura en 5 zonas (Figura 2.10) a lo largo de la dirección de alimentación: a) zona de precalentamiento, b) zona de deformación inicial, c) zona de extrusión, d) zona de forja y e) zonas de enfriamiento. Esta clasificación se basa en la percepción del proceso de soldadura por fricción como un proceso de extrusión. ⁽⁵⁾

En la zona de precalentamiento, la temperatura incrementa debido al movimiento del campo térmico que rodea la herramienta, que es más fuerte en la parte superior debido a la fricción que genera el hombro. Cerca de la herramienta, una zona de deformación inicial se genera debido al esfuerzo causado por la herramienta en movimiento y las altas temperaturas. El material que se reblandece es forzado a fluir alrededor de la herramienta en la zona de extrusión donde el material es extruido entre los hilos del pin, con una pequeña cantidad atrapada debajo de la herramienta. En la parte que se localiza detrás de la herramienta, el material agitado que se encontraba en la parte delantera es ahora depositado en la zona de forja y la de enfriamiento. Los espesores de estas zonas dependen de los parámetros del proceso y de las propiedades térmicas y termomecánicas del material a ser soldado ⁽⁸⁾. Por medio de esta

clasificación se puede llegar a comprender de manera más clara el efecto del campo térmico en el reblandecimiento del material que se presenta delante y detrás de la herramienta.

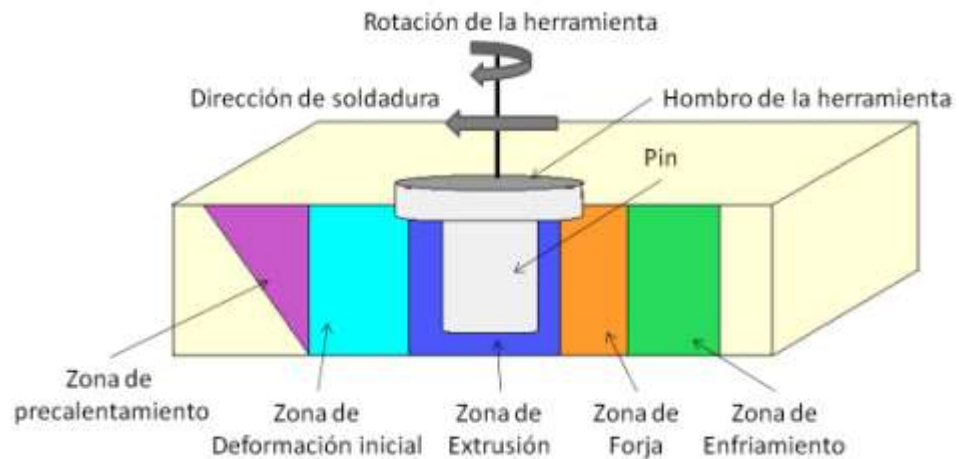


Figura 2.10. Clasificación de la soldadura por FSW de acuerdo a Arbegast. ⁽⁵⁾

2.2.2 Variables de soldadura

La velocidad de soldadura, la velocidad de rotación de la herramienta, la presión vertical en la herramienta, el ángulo de inclinación y diseño de la herramienta son las principales variables independientes que se emplean para controlar el proceso de soldadura por fricción. Por otra parte, el rango de generación de calor, el campo de temperatura, el rango de enfriamiento, la fuerza en dirección x, el torque y la potencia dependen de las variables antes enlistadas. ⁽⁹⁾

La influencia de estos parámetros en las temperaturas máximas ha sido objeto de diversos estudios, con los cuales se ha llegado a la conclusión que las temperaturas máximas incrementan conforme aumenta la velocidad de rotación como se muestra en la figura 2.11, y disminuye ligeramente con la velocidad de soldadura; de igual manera la temperatura máxima incrementa si se aumenta la presión axial. ⁽⁹⁾

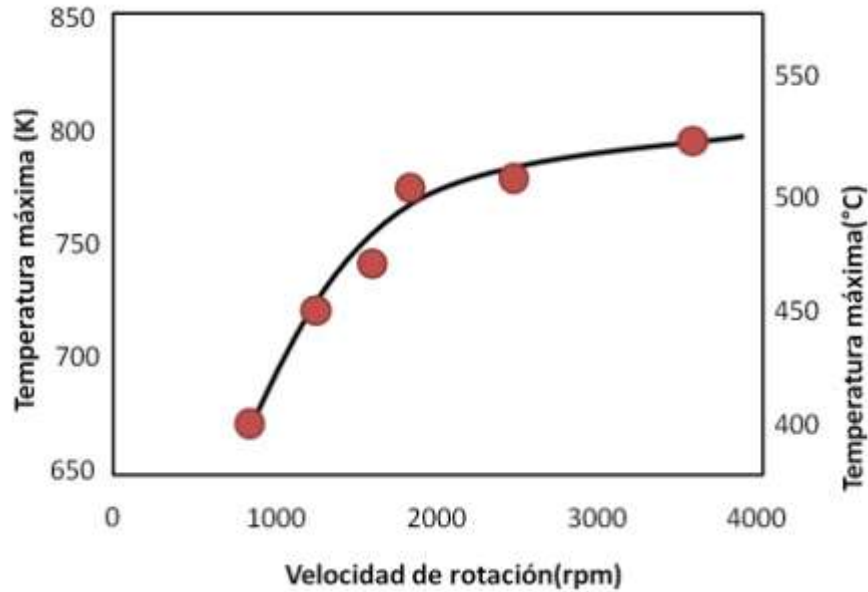


Figura 2.11. Relación entre la velocidad rotacional y las temperaturas máximas en soldaduras por fricción para una aleación AA 6063. ⁽¹⁰⁾

Por otra parte, el torque depende de algunas variables como la presión vertical aplicada, el diseño de la herramienta, el esfuerzo de corte local en la interface del material de la herramienta, el coeficiente de fricción y el grado de deslizamiento entra la herramienta y el material. Dicha variable se torna importante debido a que los valores de torque pueden conferir alguna idea respecto al flujo de esfuerzos promedio cerca de la herramienta y el grado de deslizamiento entre la herramienta y la pieza de trabajo bajo ciertas condiciones de soldadura, siempre y cuando otras variables permanezcan constantes. ⁽⁹⁾

De esta manera se puede decir que el torque disminuye si se incrementa la velocidad de rotación de la herramienta, fenómeno presente debido al incremento en el rango de generación de calor y la temperatura, de manera que se vuelve más fácil el flujo para el material a altas temperaturas y rangos de deformación. Sin embargo, el torque no se ve significativamente afectado por el cambio en la velocidad de soldadura como se ve en la figura 2.12. La velocidad relativa entre la herramienta y el material es influenciada mayormente por la

velocidad rotacional; por tanto, la generación de calor no es afectado de manera significativa por la velocidad de soldadura. Altas velocidades transversales tienden a reducir el calor de entrada y la temperatura. Así, el torque se incrementa ligeramente con el aumento de la velocidad transversal debido a que el flujo de material se encuentra un poco más comprometido a temperaturas relativamente menores. ⁽⁹⁾

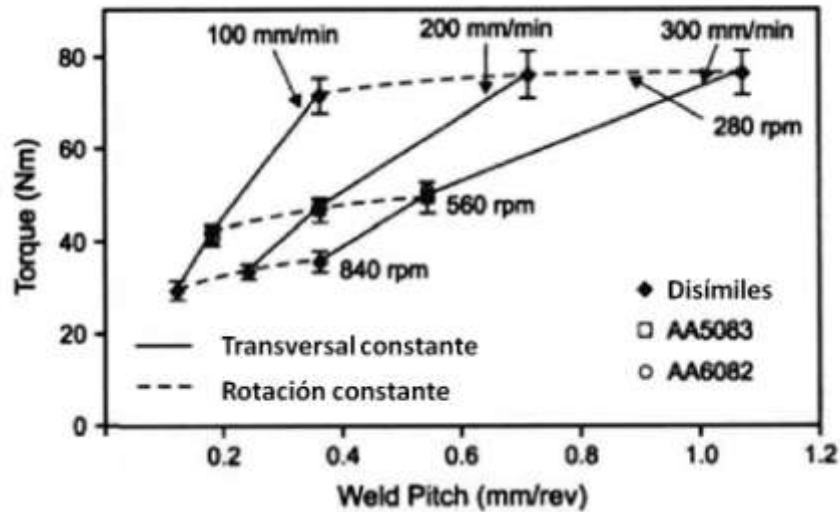


Figura 2.12. Variación del torque respecto al cambio de la velocidad de soldadura ⁽¹¹⁾

Una fuerza excesiva en la dirección x puede ser un factor importante en la erosión potencial de la herramienta y, en casos extremos, fractura de la misma. La presión axial también afecta la calidad de la soldadura, muy elevadas presiones conllevan a un precalentamiento y adelgazamiento de la unión, mientras que presiones muy bajas generan un calentamiento insuficiente y vacío. Los requerimientos de potencia también incrementan con el aumento de la presión axial. ⁽⁹⁾

En cuanto al ángulo de inclinación, este generalmente comprende de 1 a 45° en dirección de la alimentación para forzar al material plastificado a fluir de la parte frontal a la trasera y ser depositado uniformemente detrás de la herramienta. ⁽⁵⁾

2.2.3 Flujo de metal durante FSW

Uno de las características más importantes a comprender en el proceso de soldadura por fricción es el complejo campo de flujo del material plásticamente deformado que se encuentra alrededor de la herramienta. Para estudiar este fenómeno se han empleado dos técnicas importantes: inserto de marcadores (MIT) y soldaduras disímiles, las cuales se describirán brevemente a continuación.

2.2.3.1. Técnica de inserto de marcadores (MIT)

La técnica MIT involucra el empleo de un material de diferente densidad o coloraciones diferentes. Entre los materiales que se han empleado para este tipo de análisis se encuentran desde bolas de acero, insertos rectangulares, compuestos de matriz de aluminio, polvos de titanio o láminas de cobre, que se alinean de manera normal o a lo largo de la dirección de soldadura para después ser analizados empleando una mezcla de técnicas de caracterización que van desde la metalografía, radiografía o microtermografías computarizadas que permitan estudiar el flujo del material marcador (MM).⁽⁵⁾

Los primeros intentos realizados con esta técnica en aleaciones de aluminio fueron llevados a cabo empleando pequeñas bolas de acero, sin embargo los resultados que arrojó se han visto con recelo debido a las características del material empleado como marcador, es decir el hecho de que la densidad del acero es mayor a la del aluminio y el tamaño de las bolas de acero podía afectar el flujo inherente del material. Es por ello que Seidel y Reynolds en el 2001⁽¹²⁾ emplearon marcadores de una aleación de aluminio AA5456 de 1.8 mm de espesor por 2.7mm de alto, embebida en una placa de 8.1mm de espesor de una aleación AA2195. Una vez que el material se soldó, pequeñas rebanadas de 0.25mm de espesor que fueron cortadas de la parte superior de la soldadura hacia abajo se atacaron con el reactivo de Keller revelando un patrón de flujo en 2D, el cual fue reconstruido en 3D para mostrar

el patrón completo. Se encontró que el flujo de material alrededor de la herramienta es asimétrico, es decir, los MM que se encontraban el lado de retroceso fueron agitados detrás de la herramienta; mientras que los MM que se encontraban en el lado de avance fueron empujados a la parte delantera de la herramienta, sin embargo la mayoría de los marcadores se encontraron detrás de ésta. ⁽¹²⁾

La agitación se presentó únicamente en la parte superior de la soldadura, donde los MM del lado de retroceso (RS) fueron desplazados para mezclarse con los marcadores del lado de avance (AS), mientras que una interface distintiva entre los marcadores de AS y RS se encontró en la mitad del espesor de la muestra hacia abajo (Figura 2.13). ⁽¹²⁾

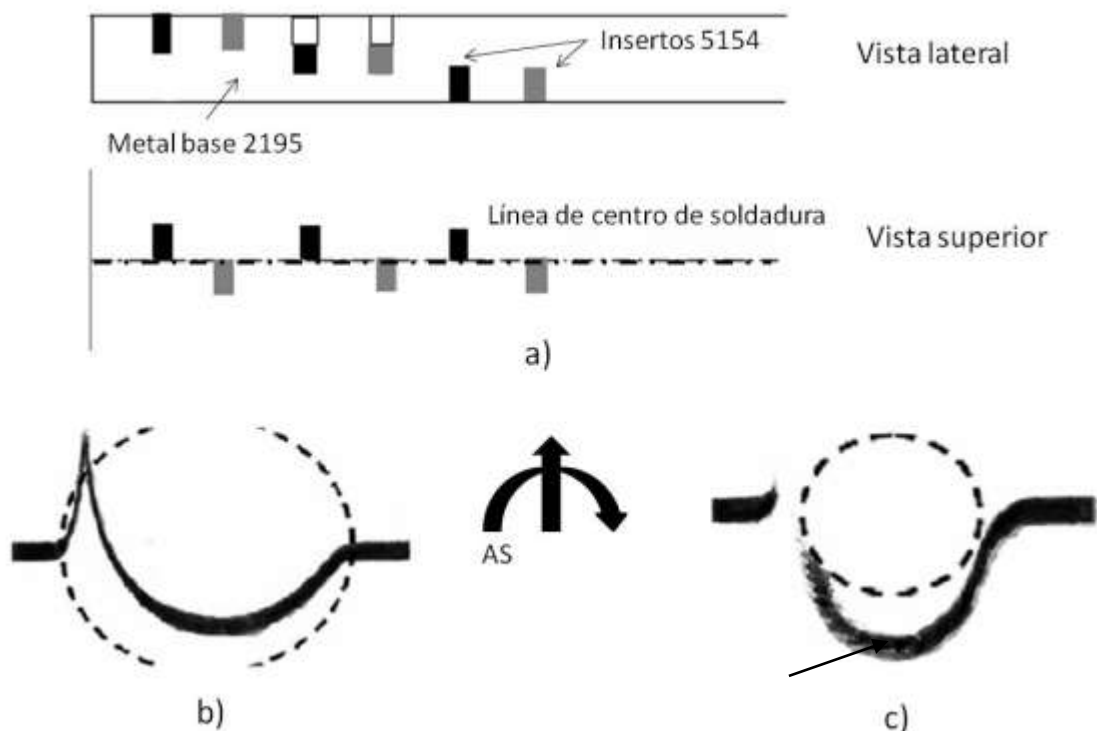


Figura 2.13. a) Localización de los marcadores embebidos, b) vista superior del patrón de flujo a 0.25mm de la parte superior de la soldadura (el círculo punteado hace referencia al hombro de la herramienta); c) Patrón de flujo a la mitad del espesor (el círculo punteado hace referencia al pin, la flecha señala el límite entre el MM de AS y RS). ⁽¹²⁾

En estudios más recientes se ha presentado el uso de partículas o polvos como MM como una alternativa viable que minimice la influencia en la alteración del flujo. En el 2003, London y colaboradores ⁽¹³⁾ realizaron sus estudios sobre una aleación de aluminio 7050-T7451 de 6.35 mm de espesor soldada a 350 rpm y 102 mm/min; empleando marcadores de un material compuesto de Al con 30% vol. de SiC y uno más reforzado con 20%vol de W con una configuración rectangular de sección transversal de 0.79x0.51 mm, los cuales fueron posicionados de manera paralela a la dirección de alimentación en el AS y en la línea de centro de soldadura a la mitad del espesor de la lámina. Ambos marcadores contenían partículas de tamaño fácilmente rastreado por metalografía o Rayos X. ⁽⁵⁾

Se encontró que los MM localizados en la línea de centro fueron depositados atrás de la herramienta en un patrón; mientras que los MM que se encontraban en AS fueron dispersados en una región mucho más amplia por detrás de la herramienta. ⁽⁵⁾

A pesar de la calidad de la información brindada por el MIT, como ya se mencionó con anterioridad la diferencia de densidades o tamaños del MM empleado pueden afectar de manera significativa el flujo natural del proceso, por lo que la selección del material a emplear como marcador es de vital importancia para la trascendencia y credibilidad de los resultados que sean arrojados por el estudio. Materiales similares en densidad y peso deberían ser empleados o como London y colaboradores ⁽¹³⁾ lo han sugerido, emplear una variación radioactiva del mismo material a ser soldado.

2.2.3.2. Soldaduras similares y disímiles

Murr y colaboradores en 2004 ⁽¹⁴⁾ emplearon un método de soldadura disímil con aleaciones 2024 y 6061 que soldaron por el proceso de soldadura por fricción en el que se encontró que se producía un vortex complejo y en campo

de flujo en forma de remolino de naturaleza caótica, así como también una estructura de aros de cebolla. Se sugirió que el espacio vertical entre las bandas de la zona oscura (6061) y la zona brillante (2024) a lo largo de la dirección de soldadura es equivalente al espacio entre el roscado del pin. ⁽¹⁴⁾

2.2.4 Desarrollo microestructural

El proceso de soldadura por fricción (FSW) deriva en una serie de alteraciones microestructurales dentro de las zonas características del proceso que modifican la microestructura del material soldado y por ende sus propiedades mecánicas.

En la zona termomecánicamente afectada (TMAZ) y el botón de soldadura (WN), la influencia de la deformación plástica y la agitación térmica desarrolla una estructura de granos finos recristalizados dinámicamente. La agitación térmica causa así mismo la disolución y quiebre mecánico de algunos precipitados y partículas intermetálicas; mientras que en la zona afectada por el calor (HAZ) se llevan a cabo fenómenos estimulados térmicamente tales como, recuperación, recristalización, disolución y precipitación. ⁽⁵⁾

Generalmente, y para efectos prácticos, el desarrollo microestructural debido al proceso FSW se describe en términos de tres factores importantes, los cuales se describen a continuación.

2.2.4.1. Estructura de grano

La recristalización dinámica durante el proceso FSW conlleva a un refinamiento de grano, abarcando tamaños de entre 2 y 13 μm , los cuales son generalmente observables en las zonas de WN y TMAZ. Sin embargo bajo condiciones de enfriamiento especial, empleando por ejemplo nitrógeno líquido o una mezcla de hielo seco y etanol, es posible alcanzar tamaños de grano menores de 1 μm . ⁽⁵⁾

Para comprender de manera plena el fenómeno de recristalización presente en este proceso se debe tener en mente que el proceso de recristalización dinámica (DRX) puede ser clasificada en recristalización dinámica discontinua (DDRX), recristalización dinámica geométrica (GDRX), recristalización dinámica por rotación progresiva de red (PLR) y recristalización dinámica por nucleación estimulada por partículas (PSN).⁽¹⁵⁾

Por su parte, en el 2003, Su y colaboradores⁽¹⁶⁾ observaron en su experimento realizado sobre una soldadura de una aleación de aluminio 70-50-T651 que el fenómeno de recristalización también se hacía presente de modo constante (CDRX) en el botón de soldadura (WN). Su experimentación conllevó a la conclusión de que la CDRX es iniciada por recuperación dinámica (DRV) por medio del subcrecimiento del grano y la absorción de las dislocaciones en los límites de los mismos, los cuales crecerían como granos recristalizados en la siguiente deformación termomecánica.⁽⁵⁾

En años recientes se estudió una técnica de análisis cualitativo de la microestructura desarrollada alrededor de la herramienta de FSW por medio de una técnica de cese de actividad (stop-action technique) observada mediante EBSD por Fonda y colaboradores en 2004⁽¹⁷⁾ en una soldadura de aluminio 2195, en la cual se encontró que la estructura de grano fino se desarrollaba constantemente debido a las rotaciones de la red resultantes de la deformación de corte presente en la parte frontal de la herramienta.⁽¹⁷⁾

2.2.5 Herramientas para el proceso de Soldadura por Fricción

La herramienta empleada en FSW es claramente uno de los componentes críticos envueltos en desarrollo óptimo del proceso. Habitualmente esta herramienta consta de un hombro rotatorio y un pin cilíndrico roscado que calienta por fricción la pieza a ser soldada, y así mismo, desplaza el material en estado pastoso que se encuentra a su alrededor, formando de esta manera la unión.

La herramienta de FSW se encuentra sujeta a esfuerzos severos y altas temperaturas particularmente en el proceso de soldadura de aleaciones de elevada dureza tal como acero y aleaciones de titanio, que son dos de las aleaciones en las que el proceso FSW se emplea más ampliamente de manera comercial; por lo que el elevado costo del herramental se vuelve una de las principales limitantes para la implementación de uniones bajo este proceso en particular.

2.2.5.1. Materiales

Dependiendo de la dureza de los materiales a ser unidos por el proceso de soldadura, se cuenta con una gran variedad de materiales, donde todos y cada uno de estos pueden ser empleados como base para la herramienta de fricción, sin embargo, los materiales más comúnmente empleados son los siguientes:

a) *Acero grado herramienta*

Materiales tales como aleaciones de aluminio o de magnesio, y materiales compuestos de matriz metálica de aluminio son frecuentemente soldados empleando aceros grado herramienta. Configuraciones tanto a tope, colocando el material más duro en el lado de avance, como a traslape, colocando el material más suave en la parte superior, son ideales para este tipo de aceros ⁽⁶⁾. Investigaciones recientes ⁽¹⁸⁾ ⁽¹⁹⁾ han demostrado que un acero grado herramienta endurecido en aceite (62 HRC) puede ser empleado satisfactoriamente para soldar un material compuesto de matriz metálica de aluminio Al 6061+20% vol. Al₂O₃ y Al 359+ 20% vol. SiC. Para este tipo de compuestos, los estudios muestran que la herramienta se desgasta en el proceso inicial y obtiene después una forma auto-optimizada, después de la cual el desgaste su vuelve mucho menor. Esta forma auto-optimizada, que se muestra en la figura 2.14, depende de los parámetros del proceso y consiste de una superficie generalmente suave y sin roscado, que de ser utilizada desde el

principio de la operación puede ayudar en la reducción del desgaste inicial de la herramienta ⁽⁶⁾.

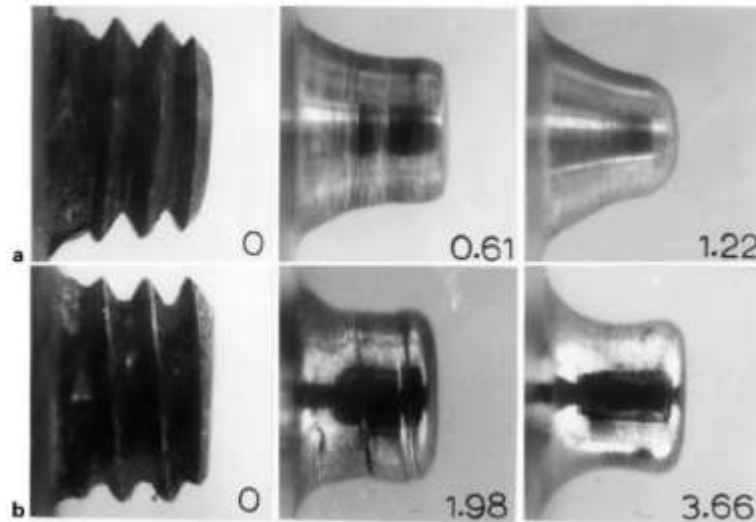


Figura 2.14. Evolución de la forma de la herramienta debido al desgaste en FSW de Al6061+20% vol. Al₂O₃ con un acero grado herramienta 01 AISI endurecido en aceite a 1000 rev/min y velocidades de avance de a) 3mm/s y b) 9mm/s. las distancias recorridas por la herramienta se indican en metros. ⁽¹⁸⁾

b) Nitruro de boro cúbico policristalino (pcBN)

Debido a su alta dureza y resistencia a las altas temperaturas y su alta estabilidad térmica, el pcBn es uno de los materiales predilectos para la unión por FSW de aleaciones de alta dureza, ya que el bajo coeficiente de fricción del mismo da como resultado un acabado superficial terso en la soldadura.

Sin embargo algunas de las desventajas de este material son el costo de esta herramienta que es muy elevado, y debido a su baja tenacidad a la fractura, el pcBN tiene la tendencia a fallar durante los pasos iniciales del proceso; sin mencionar que las profundidades de soldadura están limitadas a 10mm y su tendencia a reaccionar con el cromo en aceros austeníticos formando boruros que vuelven al material soldado sensible a la corrosión y picaduras. ⁽⁶⁾

c) *Tungsteno (W)*

Comercialmente, el tungsteno puro (cp-W) es resistente a elevadas temperaturas pero tiene una baja tenacidad a temperatura ambiente, y se desgasta con facilidad cuando se emplea como material para herramienta de FSW para aceros y aleaciones de titanio. Sin embargo adiciones de renio reducen la temperatura de transición de dúctil a frágil, lo que dirigió el desarrollo de las aleaciones W-25 wt%Re que son ahora candidatas para las herramientas de FSW. ⁽⁶⁾

2.3 Principios de difusión en el proceso de soldadura por fricción

Muchas de las reacciones y procesos que son importantes en el tratamiento de materiales dependen de la transferencia de masa ya sea dentro de un sólido, un líquido o un gas. Dicho transporte de masa es llevado a cabo por el proceso de difusión.

La difusión es el movimiento migratorio de los átomos de una especie desde una región de alta concentración a una región de baja concentración. Debido a que la soldadura por fricción es un proceso en estado sólido, es decir, no se llega al punto de fusión del material, por lo que no se cuenta con la presencia de líquido para llevar a cabo la coalescencia del material, el fenómeno de difusión, estrictamente en estado sólido, es el mecanismo protagónico en este proceso de soldadura.

2.3.1 Mecanismos de difusión

Para que un átomo pueda realizar el movimiento migratorio correspondiente dentro de la red se deben cumplir dos condiciones: primero, que se encuentre un sitio vacío adyacente al átomo y, en segundo lugar, que el átomo posea la energía suficiente para romper los enlaces de unión con los átomos vecinos y en consecuencia provocar una distorsión en la red durante su desplazamiento. De esta manera a temperatura específica una pequeña

fracción del total de átomos es capaz de desarrollar un movimiento difusivo, proporcional a la magnitud de su energía vibracional, donde el incremento de esta fracción se relaciona de manera directamente proporcional al incremento de temperatura ⁽²⁰⁾.

Existen diferentes mecanismos de difusión propuestos para la gran variedad de materiales y procesos desarrollados; sin embargo son dos principalmente aquellos que atañen y dominan a la difusión metálica.

2.3.1.1. Difusión por vacancias

La difusión por vacancias es el mecanismo que involucra el intercambio de un átomo desde su posición normal de la red a un sitio vacante. Este proceso requiere la presencia de vacancias, como su nombre lo indica, por lo que la probabilidad de que este fenómeno difusivo se lleve a cabo es función del número de defectos que se encuentren presentes; siendo un hecho que las concentraciones significativas de vacancias pueden ocurrir en metales a elevada temperatura ⁽²⁰⁾.

2.3.1.1. Difusión intersticial.

El segundo tipo de difusión involucra átomos que emigran desde una posición intersticial a otra vecina que se encuentre vacía. Este tipo de difusión se puede presentar más comúnmente en la interdifusión de impurezas tales como el hidrógeno, carbono, nitrógeno y oxígeno elementos cuyos átomos son suficientemente pequeños como para colocarse en las posiciones intersticiales de una red.

En la mayoría de las aleaciones metálicas, la difusión intersticial ocurrirá de manera más rápida que la difusión por vacancias, debido a que los átomos intersticiales son más pequeños y por ende con mayor movilidad; sin mencionar que existe un número mayor de posiciones intersticiales que vacancias, lo que incrementa la posibilidad de tener un fenómeno difusivo intersticial en lugar de uno por vacancias. ⁽²⁰⁾

2.3.2 Difusión en estado estacionario

Si se supone a la difusión como un proceso dependiente del tiempo, obtendremos que la cantidad de elementos que son transportados dentro de otro se encuentra en función del tiempo, es decir, que existe un flujo de transferencia de masa.

Si se toma como ejemplo una placa de acero de espesor L expuesta a una presión uniforme de hidrógeno se tendrá que inicialmente la concentración de hidrógeno disuelto en el acero será uniforme a todo lo largo de la placa. A cierto tiempo, $t=0$, la superficie superior es sometida a una presión de gas mucho más alta con lo que se establece una nueva composición de hidrógeno en la superficie. El material que se encuentra por debajo de esta capa es enriquecido progresivamente conforme el hidrógeno difunde de la zona de mayor concentración en la capa superior a la región de menor concentración. Eventualmente se alcanza un perfil de concentración de estado estacionario cuando un rango constante de hidrógeno es requerido por la fase gaseosa a $x=0$, de manera que sea posible mantener la diferencia de concentración a lo largo de la placa. ⁽²¹⁾

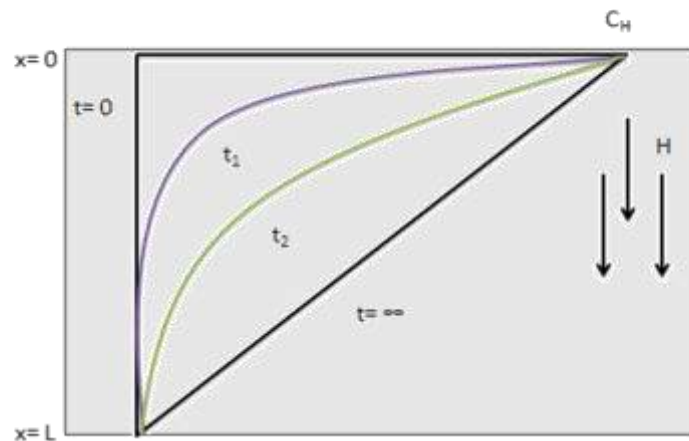


Figura 2.15. Esquema del gradiente de concentración en estado estacionario. ⁽²¹⁾

Referido a lo anterior podemos notar que contamos con un flujo másico o flujo de difusión (J), definido como la masa (M) que difunde de manera perpendicular y a través de una sección transversal de un sólido por unidad de tiempo. Matemáticamente este fenómeno puede ser expresado de la siguiente manera:

$$J = \frac{M}{At} \quad Ec(1)$$

Donde A es el área a través de la cual ocurre el proceso de difusión y t es el tiempo de difusión. Retomando el ejemplo anterior, si se grafica la concentración C contra la distancia dentro del sólido x , la curva resultante será el perfil de concentración; la pendiente en un punto particular de la curva se define como el gradiente de concentración. ⁽²⁰⁾

$$\text{Gradiente de concentración} = \frac{dC}{dx} \quad Ec(2)$$

Para este ejemplo se asume que el perfil de concentración es de carácter lineal, por lo cual el gradiente de concentración quedaría expresado de la siguiente manera:

$$\text{Gradiente de concentración} = \frac{\Delta C}{\Delta x} = \frac{C_A - C_B}{x_A - x_B} \quad Ec(3)$$

La ecuación matemática del estado estacionario en una sola dirección (x) es relativamente simple, en la cual el flujo es proporcional al gradiente de concentración, lo cual se expresa con la siguiente ecuación ⁽²⁰⁾

$$J = -D \frac{dc}{dx} \quad Ec(4)$$

Donde D es la constante de proporcionalidad llamada coeficiente de difusión. El signo negativo en esta expresión indica que la dirección de la difusión es descendiente, desde una concentración elevada a una menor. ⁽²⁰⁾

En el campo de los materiales, la ecuación anterior se expresa en términos de concentración molar, tomando en consideración que A es el componente que difunde. ⁽²¹⁾

$$J_{Ax} = -D_A \left[\frac{\partial C_A}{\partial x} \right] \quad Ec(5)$$

Las ecuaciones anteriores constituyen lo que se conoce como la Primera Ley de Fick.

2.3.3 Difusión en estado no estacionario

La mayoría de los casos prácticos de difusión se presentan en estado no estacionario; lo cual significa que el flujo y el gradiente de concentración varían con el tiempo en algún punto en particular del sólido como se muestra en la figura 2.16, en la que se muestran los gradientes de concentración a tres tiempos de difusión diferentes.

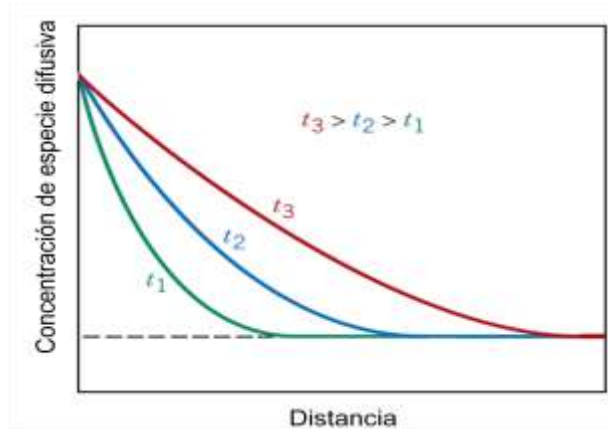


Figura 2.16. Perfiles de concentración para difusión en estado no estacionario tomando tres tiempos diferentes de t_1 , t_2 y t_3 . ⁽²¹⁾

Bajo condiciones del estado no estacionario, se emplea siguiente expresión matemática

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad Ec(6)$$

Para la solución de esta expresión, donde se expresa la concentración en términos tanto de posición como de tiempo, es necesario especificar las condiciones de los límites del sistema en cuestión.

Una de las soluciones más importantes para esta ecuación se puede brindar empleando un sólido semi-infinito en el cual la concentración de la superficie se mantiene constante y se asumen los siguientes aspectos:

1. Antes de la difusión, ninguno de los átomos de solutos en el sólido están uniformemente distribuidos con una concentración de C_0 .
2. El valor de x en la superficie es cero y se incrementa con la distancia en el sólido.
3. El tiempo se toma como cero en el instante anterior a que comience el proceso de difusión.

Estas condiciones del sistema se declaran de la siguiente manera

$$\text{Para } t = 0, C = C_0 \text{ a } 0 \leq x \leq \infty$$

$$\text{Para } t > 0, C = C_s \text{ (la concentración constante superficial) a } x = 0$$

$$C = C_0 \text{ a } x = \infty$$

La aplicación de estas condiciones de sistema a la ecuación descrita anteriormente arroja la siguiente solución, conocida como Segunda Ley de Fick.

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad \text{Ec(7)}$$

Donde C_x representa la concentración a una profundidad x después de un tiempo t . La expresión $\frac{x}{2\sqrt{Dt}}$ es la función error Gaussiana. Esta ecuación demuestra la relación entre la concentración, la posición y el tiempo. ⁽²⁰⁾

2.3.4 Dependencia de la temperatura en la difusión en sólidos

La temperatura ejerce una gran influencia en la difusión en sólidos. Específicamente, la ecuación de Arrhenius describe la relación entre cualquier tipo de coeficiente de difusión y la temperatura:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right) \quad Ec(8)$$

Donde D_0 = pre exponencial independiente de la temperatura (m^2/s)

Q_d = la energía de activación (J/mol)

R = constante de los gases (8.31 J/mol-K)

T = temperatura absoluta (K)

La energía de activación puede ser considerada como la energía requerida para producir el movimiento difusivo de una mol de átomos; por ende, una energía de activación elevada resulta en un relativamente pequeño coeficiente de difusión. ⁽²⁰⁾

2.4 Técnicas de caracterización para materiales compuestos

2.4.1 Conceptos generales

Desde su desarrollo, los materiales compuestos han sido ampliamente estudiados mediante la evaluación de propiedades mecánicas, sin embargo únicamente con este análisis el entendimiento de los fenómenos químicos y moleculares quedan a la deriva. Debido a que los materiales compuestos son heterogéneos e híbridos, su proceso de caracterización puede ser difícil si se emplea una sola metodología.

Si bien existen una gran cantidad de técnicas de caracterización para el estudio de los materiales compuestos, en este capítulo se estudian únicamente aquellas que se consideran principales, las cuales constituyen, tanto para compuestos como para aleaciones sin refuerzo, los análisis básicos y de más fácil acceso para análisis microestructural

2.4.2 Técnicas de caracterización

2.4.2.1. Metalografía óptica

Todos los exámenes microestructurales deben iniciar con el uso bajas magnificaciones, seguido de magnificaciones progresivamente mayores para valorar las características básicas de la microestructura eficientemente, de esta manera podemos estipular que el microscopio óptico sigue siendo la herramienta más importante para el estudio de la microestructura de los materiales, considerando la evolución de sofisticados instrumentos electrónicos metalográficos como la microscopía electrónica de transmisión (TEM) y la microscopía electrónica de Barrido (SEM) que son sin duda herramientas invaluable para el análisis microestructural, y sin embargo deben emplearse de manera complementaria y no de sustitución al análisis por microscopio óptico. (22)

La microscopía óptica constituye la primera y más básica de las etapas desarrolladas en el proceso de caracterización microestructural. Esta fase se basa principalmente en la observación del espécimen a estudiar por medio de un microscopio electrónico compuesto por un sistema de iluminación, condensadores, filtros de luz, lente objetivo y ocular como componentes básicos, permitiendo mejoras y componentes extras que optimizan la calidad de la imagen obtenida. (22)

La muestra destinada a caracterización microestructural debe someterse a un proceso de preparación especialmente diseñado, del cual se hablará con más detalle en capítulos siguientes. Uno de los pasos importantes dentro de este método el uso de reactivos para el ataque de la muestra, que no son otra cosa que soluciones químicas cuidadosamente diseñadas y balanceadas para que los componentes de dicha solución revelen con detalle cada una de las características metalográficas del espécimen en cuestión, tales como granos, fases presentes y dimensiones que se encuentren dentro del rango permitido

por el microscopio. Una vez preparada la muestra esta se observará a diferentes aumentos, que pueden ir desde 5x hasta 1500x en los microscopios más comunes. ⁽²²⁾

Los materiales que pueden ser analizados por esta técnica comprenden un amplio rango desde metales, cerámicos, compuestos hasta materiales geológicos, en tamaños que van desde 10^{-5} a 10^{-1} m ⁽²²⁾. Algunas de las desventajas de este proceso es el límite de resolución que es de de aproximadamente $1\mu\text{m}$; tiene una profundidad de campo limitada, es decir que no puede enfocar en superficies rugosas; y no provee de información directa de composición química o cristalografía de las características microestructurales. Sin embargo este proceso se caracteriza por ser relativamente sencillo y accesible comparado con algunas otras técnicas, sin mencionar que, dependiendo de la muestra, este puede ser un procedimiento sencillo, con un tiempo mínimo de análisis estimado en 30 minutos. ⁽²²⁾

Ejemplos de aplicación

Como ejemplos de aplicación podemos mencionar la determinación de la historia de fabricación y tratamiento térmico de algún material, determinación de la integridad de soldadura, análisis de falla y la caracterización del efecto de la ruta de procesamiento en la microestructura y propiedades. ⁽²²⁾

Algunas de las relaciones microestructura-propiedades que pueden ser establecidas empleando la metalografía óptica incluyen:

- Incremento general en dicho esfuerzo de cedencia y dureza del metal conforme disminuye el tamaño de grano.
- Tendencia general en el decremento de la ductilidad conforme incrementa el contenido de inclusiones.

- Correlación entre la penetración de soldadura, zona afectada por el calor y la densidad de defectos de soldadura con la naturaleza y carácter del proceso de soldadura.
- Evaluación de tratamientos térmicos superficiales como carburización y endurecimiento por inducción determinando la profundidad y características microestructurales de la región endurecida.
- Correlación de los rangos de crecimiento de grietas por fatiga y parámetros de tenacidad a la fractura dependiendo de variables como distribución y contenido de inclusiones.
- Asociación de los sitios de iniciación de falla con las no homogeneidades microestructurales, tales como partículas de segundas fases.
- Correlación del comportamiento mecánico anisotrópico con granos elongados y/o orientaciones de grano preferenciales ⁽²²⁾

Medios de examinación

Para alcanzar la capacidad de resolución del objetivo seleccionado, el contraste de la imagen debe ser el adecuado. El contraste de imagen depende en la preparación del espécimen y de la óptica. Las diferencias en la reflectividad de la luz de la superficie de la muestra producen características visibles por el ojo humano después de alguna magnificación aplicada, tales como la diferencia de fases ⁽²³⁾. Los principales métodos de examinación se describen a continuación.

- Iluminación de campo claro.** La iluminación de campo claro vertical es el método de observación más ampliamente utilizado. En operación, la luz pasa a través del objetivo e incide en la superficie perpendicular de la muestra. Las características de la superficie

normal a la luz que incide reflejan la luz de regreso a través del objetivo hacia el ocular, donde las características de la superficie aparecen de manera brillante. La superficie oblicua al haz de luz refleja menos luz al objetivo y aparece de manera oscura, dependiendo de su ángulo. ⁽²³⁾

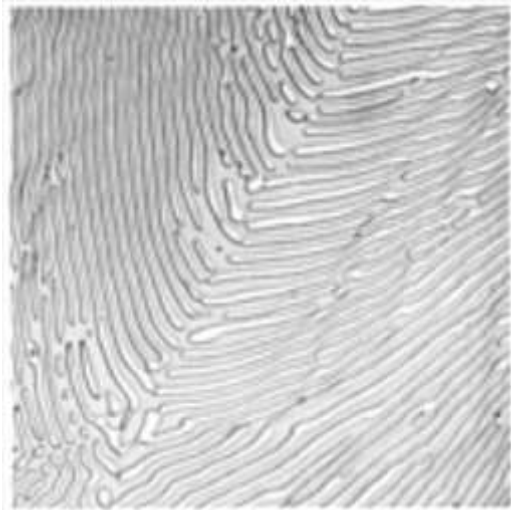


Figura 2.17. Aleación vaciada de Cu-8.9P mostrando la fase eutéctica α +Cu₃P bajo iluminación de campo claro. ⁽²³⁾

- b) **Iluminación oblicua.** Con algunos microscopios es posible descentrar el condensador o los espejos de manera que la luz que pasa a través de los objetivos incida de lleno en la muestra en un ángulo no perpendicular. La rugosidad en la superficie de la muestra generará sombras produciendo una apariencia tri-dimensional. Esto permite la determinación de características que se encuentran bajo relieve. Sin embargo, una cantidad pequeña de oblicuidad puede ser generada, debido a que esta técnica produce que la iluminación no se uniforme y disminuye la resolución. ⁽²³⁾
- c) **Iluminación de campo oscuro.** La luz reflejada de las características orientadas de manera oblicua es recolectada, y los rayos reflejados de las características normales al haz que incide son bloqueadas. Por

tanto, el contraste es esencialmente inverso al que se produce en la iluminación de campo claro; es decir, los rasgos que aparecen brillantes en la iluminación de campo claro aparecerán oscuros en este método y viceversa, produciendo un elevado contraste de imagen, por lo que es posible visualizar ciertos rasgos que no son detectables con campo claro. Sin embargo, la intensidad de la luz agrega dificultad a la fotomicroscopía, problema que puede ser solucionado con el uso de dispositivos de control automático de exposición.⁽²³⁾

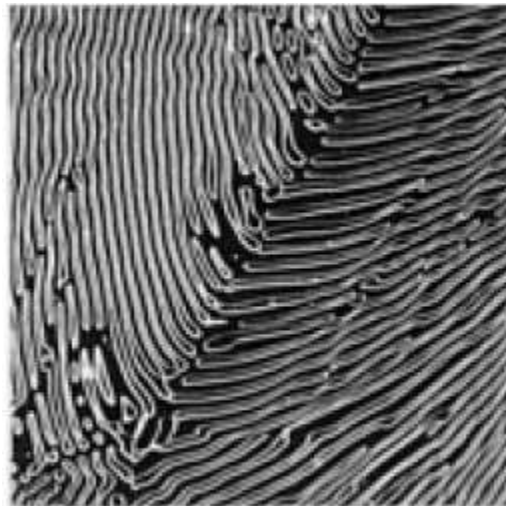


Figura 2.18. Aleación vaciada de Cu-8.9P mostrando la fase eutéctica α +Cu₃P bajo iluminación de campo oscuro.⁽²³⁾

- d) **Luz polarizada.** Por lo general se encuentra limitada a ciertos metales anisotrópicos, tales como berilio, titanio, zirconio y uranio, que son difíciles de atacar pero responden de manera satisfactoria a la luz polarizada cuando la muestra se encuentra bien atacada. Cuando una luz polarizada es reflejada desde la superficie de un metal anisotrópico (cualquier metal con una estructura cristalográfica cúbica, como el acero), y después pasa a través de un analizador en una posición cruzada (plano de vibración perpendicular al plano de la luz polarizada), la imagen es extinta, o se oscurece. Sin embargo, en

la práctica, debido a que el microscopio metalúrgico no produce una luz perfectamente polarizada, la extinción completa no puede llevarse a cabo. Este no constituye un problema serio, debido a que la luz polarizada es empleada únicamente de manera cualitativa. Se requiere un fuente de luz blanca lo suficientemente fuerte para producir efectos de color. ⁽²³⁾

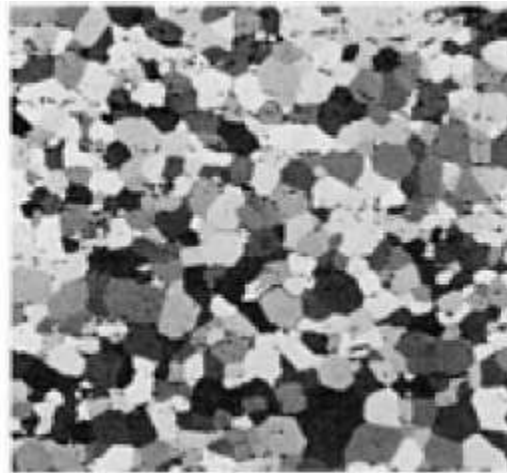


Figura 2.19. Zirconio policristalino bajo luz polarizada. ⁽²³⁾

- e) **Iluminación de contraste de fase.** Este método permite la examinación de variaciones de fase sutiles en la microestructura con pequeña o ninguna amplitud de contraste de las diferencias en el trayecto óptico en la superficie (luz reflejada) o de las diferencias en el trayecto óptico a través de la muestra (luz transmitida). Diferencias en altura tan pequeñas como $0.005 \mu\text{m}$ pueden ser detectadas, sin embargo su uso es limitado ya que se requiere un juego separado de objetivos y un iluminador vertical especial. ⁽²³⁾

- f) **Iluminación de contraste-interferencia.** La iluminación de contraste-interferencia diferencia (DIC) produce imágenes con detalles topográficos enfatizados similares a aquellos observados con la iluminación oblicua. Aquellos detalles que son invisibles o vagamente

perceptibles en campo claro pueden ser revelados vívidamente con este método. ⁽²³⁾

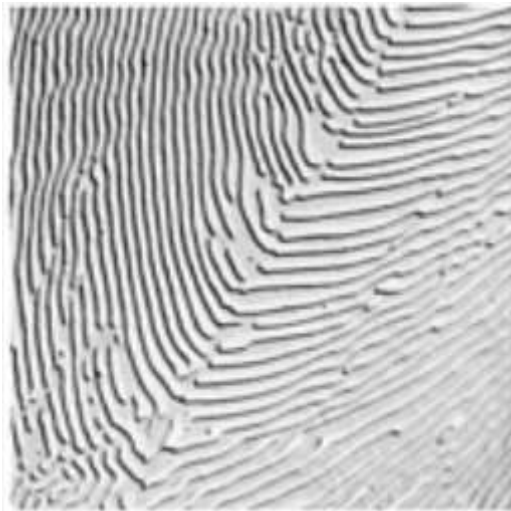


Figura 2.20. Aleación vaciada de Cu-8.9P mostrando la fase eutéctica $\alpha + \text{Cu}_3\text{P}$ bajo iluminación DIC. ⁽²³⁾

2.4.2.2. Microscopía electrónica de barrido

La microscopía electrónica de barrido es una de las herramientas más versátiles para la investigación la microestructura de materiales metálicos. Comparado con la microscopía óptica, la microscopía electrónica expande los rangos de resolución en más de un orden una magnitud hasta aproximadamente 10 nm en instrumentos de rutina, con valores últimos por debajo de los 3 nm, por lo que las magnificaciones se extienden desde los 10,000x hasta por encima de los 150,000x. La profundidad de foco se da en un rango de 1mm a 10,000x hasta 2mm (0.08 in) a 10x, es dos veces mayor debido a que la apertura del rayo es muy pequeña. ⁽²²⁾

El sistema básico de funcionamiento consiste en un haz de electrones que es emitido desde un cátodo de tungsteno calentado y enfocado por un sistema de lentes magnéticos (usualmente dos lentes condensadoras y una lente objetivo) a un diámetro menor (aproximadamente 10nm o 100 Å en instrumentos estándar y de 1nm o 10 Å en alta resolución), voltajes de

aceleración de 1000 a 50,000 V y la corriente de electrones primarios que pasa a través de la superficie es de aproximadamente 10^{-8} a 10^{-7} A. Esta corriente se puede incrementar empleando fuentes de electrones más efectivas, tales como cátodos de hexaboruro de lantano, los cuales se encuentran disponibles en la mayoría del instrumental comercial, o bien cátodos de emisión de campo que aun no se encuentran ampliamente utilizados. Para generar el vacío requerido, una bomba de difusión o una bomba turbomolecular son empleadas. ⁽²³⁾

El haz de electrones escanea la muestra casi como lo hace un tubo de rayos catódicos (CRT) empleado para la formación de la imagen en una pantalla de televisión. Un generador de escáner que controla la corriente de las bobinas de barrido desvía el haz a lo largo de las líneas cerradamente espaciadas. La magnificación se cambia ajustando la corriente en las bobinas de deflexión; el rango normal es de 10 a 150,000x. Los electrones excitados por el haz de electrones y emitidos desde la superficie de la muestra son recolectados en un detector de electrones. La corriente de electrones que colisiona con el detector es aún menor que el haz primario (aproximadamente 10^{-12} A) y debe ser amplificado por la multiplicación directa de electrones y amplificadores convencionales de electrones. La señal de amplitud controla el brillo del haz en el CRT, el cual es sincronizado al haz de electrones en la columna del microscopio. Además de la imagen en alta calidad que se aprecia en la pantalla, en CRT de alto desempeño es empleado para “dibujar” la imagen con usualmente 1000 líneas en una película o placa fotográfica. ⁽²²⁾

De manera general se puede decir que la microscopía electrónica de barrido (SEM) se emplea para caracterizar superficies de fractura, circuitos integrados, productos de corrosión, materiales en polvo, estudios de deformación, orientación de cristales y otras superficies rugosas, especialmente cuando el microanálisis elemental de características pequeñas es deseado. ⁽²²⁾

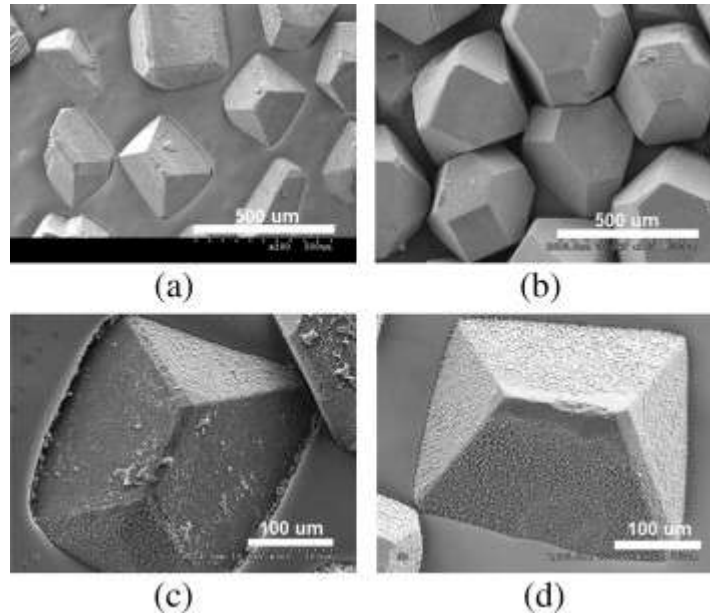


Figura 2.21. Imágenes por microscopía electrónica de barrido (SEM) en un material compuesto aluminio/diamante. Ataque electroquímico del compuesto con 10% de ácido nítrico en solución acuosa por a) 1 minuto; b) 3 minutos; c y d) 2.5 minutos. ⁽²⁴⁾

2.4.2.3. Microscopía electrónica de transmisión

La microscopía electrónica de transmisión se volvió comercialmente disponible en los años de 1950, y muy pronto se demostró que esta técnica podía ser empleada en investigación fundamental de materiales y metalurgia aplicada. Esta técnica es particularmente aplicable para la detección de heterogeneidades en cristales, tales como defectos lineales y precipitados empleando una interacción inelástica de los electrones con los átomos de la muestra.

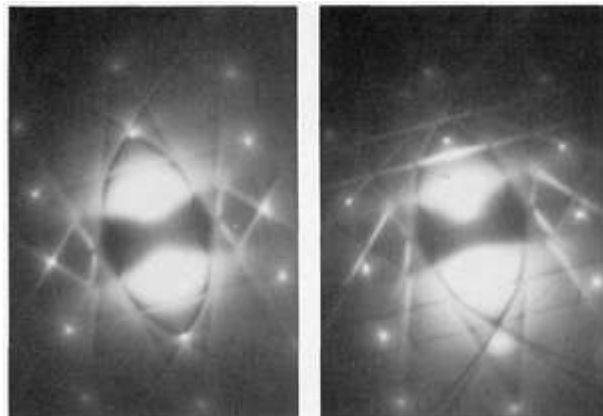
La microscopía por TEM (por sus siglas en inglés) también se lleva a cabo con el uso de un microscopio, el cual puede ser operado en diferentes modos. En el modo estándar de TEM, la unidad es operada para formar imágenes de campo claro, imágenes de campo oscuro e imágenes de red. La imagen de campo claro se forma cuando solamente se emplea un haz directo para formar dicha imagen, mientras que para campo oscuro se empleará un haz levemente excitado de campo oscuro; y finalmente, para la imagen de red se

empleará la interferencia de al menos dos haces de luz en el plano de imagen de la lente objetivo. ⁽²²⁾

El patrón de difracción formado por los métodos previamente mencionados provee información cristalográfica relacionada con la identificación cualitativa de fases y las relaciones de orientación entre los cristales y la dirección del haz de electrones que incide. Las líneas de Kikuchi pueden ser empleadas para determinar la orientación; la técnica de haz divergente provee información acerca de la simetría de los cristales y determinación de espesores. ⁽²²⁾



a)



b)

Figura 2.22. a) Patrón de difracción para un cristal de siliciuro de magnesio; b) Líneas de Kikuchi en un patrón de difracción. ⁽²⁴⁾

2.4.2.4. Difracción de rayos X (DRX)

Casi el 95% de los materiales sólidos pueden ser descritos como materiales cristalinos. Cuando los rayos x interactúan con una fase cristalina, el resultado será un patrón de difracción que será como una huella digital propia y original. La difracción de rayos X está basada en las interferencias ópticas que se producen cuando una radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación. Debido a la naturaleza no destructiva de esta técnica el análisis de una amplia gama de materiales, incluso fluidos, metales, minerales, polímeros, catalizadores, plásticos, productos farmacéuticos, recubrimientos de capa fina, cerámicas y semiconductores. La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X es la identificación cualitativa de la composición mineralógica de una muestra cristalina. Otras aplicaciones son el análisis cuantitativo de compuestos cristalinos, la determinación de tamaños de cristales, la determinación del coeficiente de dilatación térmica, así como cálculos sobre la simetría del cristal y en especial la asignación de distancias a determinadas familias de planos y la obtención de los parámetros de la red. ⁽²⁵⁾

Al resultado obtenido por esta técnica se le conoce como patrón de difracción de rayos x o difractograma, el cual recoge los datos de intensidad en función del ángulo de difracción 2θ obteniéndose una serie de picos, de los cuales se valuará principalmente la posición e intensidad que presenten. ⁽²⁵⁾

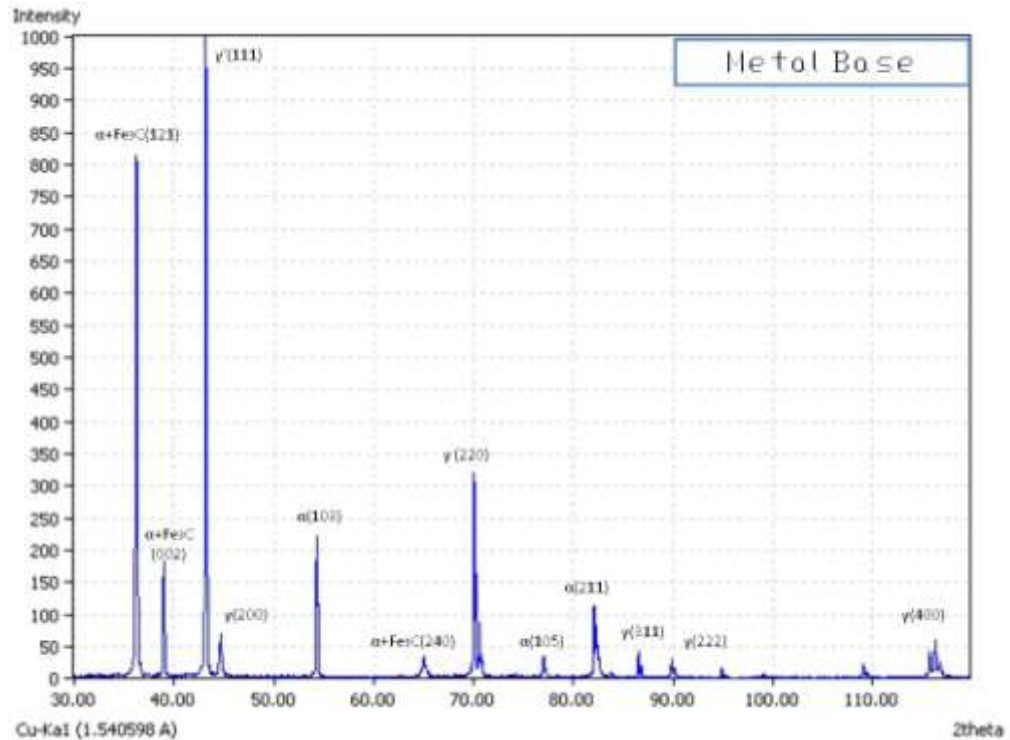


Figura 2.23. Difractograma por rayos X para un acero TRIP 800

Entre algunas de las desventajas que puede llegar a presentar esta técnica podemos mencionar que no es adecuada para elementos cuyo número atómico sea menor de 11 a menos que se cuente con un equipo especial, así mismo para muestras de película delgada, la detección se limita hasta aproximadamente 100 ng/cm² y finalmente los límites de detección para determinaciones en masa son del orden de ppm (partes por millón), dependiendo de la energía empleada y la composición de la matriz de la muestra. ⁽²⁵⁾

2.4.2.5. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

Los electrones son el medio adecuado para el estudio microestructural y cristalográfico, en el cuál se basa la técnica de EBSD (por sus siglas en inglés). Hasta la época de 1980 la microscopía electrónica de transmisión era la técnica más ampliamente utilizada para los análisis mencionados con anterioridad, con ayuda de la microscopía electrónica de barrido y la difracción de rayos X de Laue; fue entonces que se desarrolló una técnica basada en SEM

especialmente para el estudio de la microtextura a la cual se le conoció como EBSD. ⁽²⁶⁾

La técnica de difracción de electrones retrodispersados, o difracción retrodispersada de Kikuchi, como también se le conoce, es ahora la herramienta primordial para el estudio de la microtextura e identificación de fase, con el atractivo de su capacidad única para ser llevada a cabo relativamente rápido. ⁽²⁶⁾

El EBSD se basa en la colocación de la muestra dentro de la cámara para SEM de manera que un ángulo pequeño, comúnmente 20°, se forme entre el haz de electrones incidente y la superficie de la muestra, con lo que la proporción de electrones retrodispersados disponibles a ser sometidos a difracción se mejora. El patrón resultante puede ser capturado e interpretado de manera inmediata, mientras que sofisticados algoritmos computacionales permiten la orientación de cada uno de los patrones de difracción. ⁽²⁶⁾

Básicamente se cuentan con dos modos de operación en EBSD: manual y automático. En el funcionamiento manual se ve involucrada la participación de un operador el cual estará en contacto con el sistema durante la recolección de datos y la selección de la localización individual de la muestra de la cual se obtendrán las medidas de orientación. Este modo manual es adecuado únicamente para investigaciones especializadas, por ejemplo, aquellas que involucren estructuras cristalinas complejas. Por el contrario, en el modo automático, es posible que la localización de la muestra sea programada y colocada por un láser o una etapa de control en el microscopio mismo. ⁽²⁶⁾

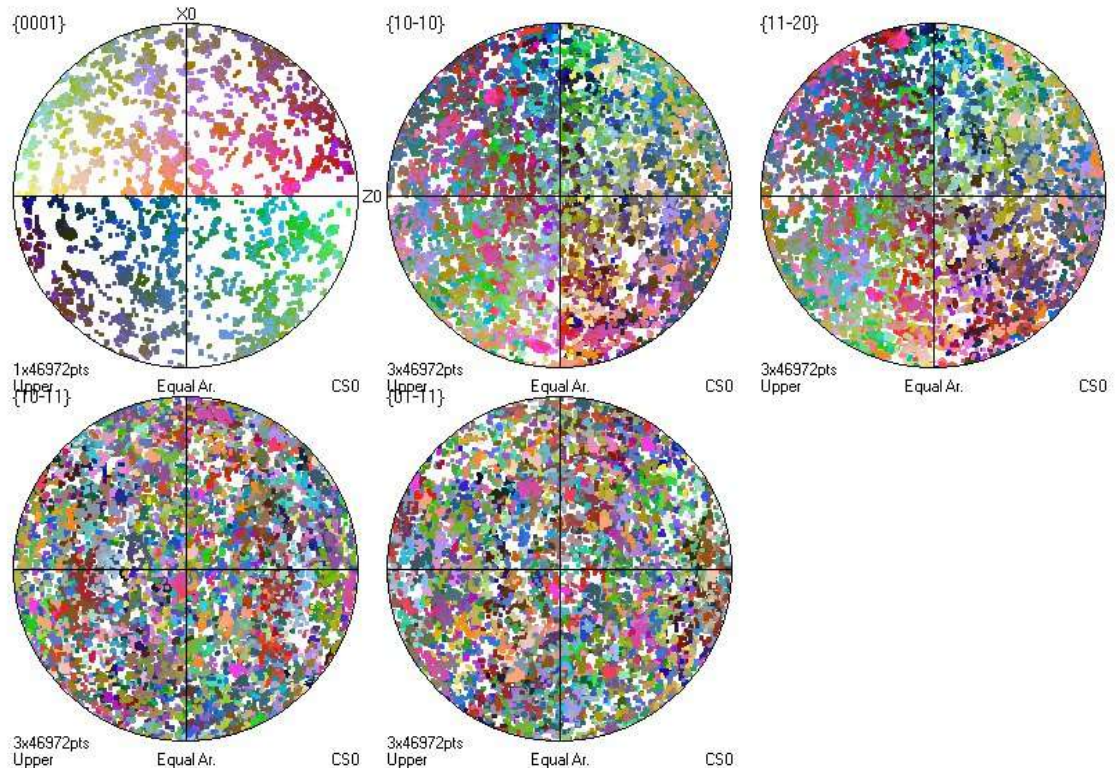


Figura 2.24. Figura de polos de la cuarcita. Imagen por método automático con ataque químico. ⁽²⁷⁾

2.4.3 Preparación de muestras

2.4.3.1. Metalografía óptica

La mayoría de las precauciones tomadas para la preparación de muestras de materiales compuestos se relaciona con dos problemas principales: el primero, el desgaste del refuerzo que se remueven de la matriz durante el corte, desbaste o pulido y, en segundo lugar, las dificultades en relación a la diferencia de propiedades entre el refuerzo y la matriz lo que puede causar una diferencia topográfica entre la fibra y la matriz. ⁽²³⁾

Los compuestos de matriz metálica, especialmente aquellos que contienen fibras de grafito o carbono, son susceptibles a la corrosión galvánica durante su preparación. Esto puede ser controlado empleando agua destilada

en lugar de agua dura, evitar discos de desbaste y pulido que sean catódicos a la matriz del compuesto y minimizando los tiempos de preparación.

Corte. La práctica preferida es seccionar la muestra empleando una Sierra a baja velocidad con una hoja de diamante. En la mayoría de los casos, un refrigerante apropiado debe ser empleado en el proceso. Si durante la operación se detecta que el refuerzo se desprende, la superficie de la muestra puede ser recubierta con una capa de resina antes de continuar con la operación de corte. ⁽²³⁾

Montaje. Incluso las muestras de mayor tamaño deben ser montadas o al menos recubiertas con alguna resina antes de la preparación metalográfica para evitar daños al compuesto. Debido a que el material normalmente tiende a ser ligero es necesario sujetarlo de manera que no sea posible para la muestra flotar en el medio de montaje, esto puede lograrse con alguna clase de sujetador o clip.

Otro aspecto a considerar es la temperatura que se presenta en la operación de montaje, muchas veces la temperatura elevada requerida para curar la baquelita o algún otro material de montaje similar puede llegar a ser demasiado elevada para alterar o dañar el compuesto, por lo que el montaje en frío es una de las prácticas comúnmente realizadas. Para materiales compuestos de matriz metálica una resina de polivinilo (Formvar) reforzada con resina acrílica y fibra de vidrio es una de las opciones de más amplio uso debido a que esta resina es muy dura y resistente a la abrasión. ⁽²³⁾

Limpieza. Muchos materiales compuestos requieren solamente una limpieza estándar entre el pulido y/o el desbaste. Para la mayoría de los materiales compuestos de matriz de resina es mejor no usar nada más agresivo que un jabón neutro y agua. Limpieza ultrasónica empleando agua que contenga jabón libre de fosfato es una práctica generalmente exitosa. ⁽²³⁾

Desbaste. Para esta operación se debe emplear agua destilada para los materiales de matriz metálica y debe evitarse el desbaste en seco, en contraste, un refrigerante deberá ser empleado, y podrá ser diferente al agua siempre y cuando sea seguro que no daña la matriz.

El desbaste en disco o con papel de carburo de silicio produce buenos resultados, y así mismo lo es el desbaste en papel de carburo de silicio a mano empleando un movimiento en “8” y cambios continuos del papel. Si el refuerzo y la matriz no presentan una gran diferencia en propiedades, se puede seguir una secuencia común de desbaste comenzando con la remoción de entre 1-2 mm de material con una lija 240 a velocidades moderadas a altas y abundante agua. Los paso subsecuentes se llevarán a cabo a través de lijas 400 a 600; así como también una secuencia de desbaste que incluya lijas de carburo de silicio o alúmina 80, 120, 180, 240, 320, 400 y 600.

Para los materiales compuestos de matriz metálica el desbaste empleando un disco de diamante y pulido, empleando agua moderadamente, produce resultados satisfactorios. Los discos de diamante recomendados son los de malla 100, 45 μ m y 30 μ m, seguidos por los de 15 μ m, 9 μ m y 6 μ m.⁽²³⁾

Pulido. En cuanto a este paso se conoce que el diamante, la alúmina y otros compuestos de pulido tales como el óxido de cerio o el óxido de magnesio pueden producir los mejores resultados. El compuesto natural de diamante contiene partículas en forma de agujas, los cuales resultan ser más eficientes en el pulido, sin embargo pueden quedar atrapados en una matriz suave, causando un daño excesivo, en contraste con los compuestos sintéticos de diamante, que contienen partículas de forma más esférica. Aunque la alúmina suele ser altamente efectiva en la remoción de rasguños, esta tiende a producir protuberancias. Por ende, el pulido con diamante con un paso final de manera

rápida con alúmina o alguna otra combinación de pasos de pulido suele ser empleada.⁽²³⁾

En cuanto a la lubricación, se prefiere el agua destilada para el pulido, particularmente con compuestos de matriz de resina, aunque los lubricantes de pulido base aceite también son altamente recomendados. Para los materiales de matriz metálica comúnmente se emplea keroseno.

Tomando en cuenta lo anteriormente mencionado, a continuación se describe una práctica común para el pulido de materiales compuestos de matriz metálica. El pulido debe constar de entre 10 y 45 minutos para cada uno de los tamaños de solución hasta las 6 μm empleando una presión baja. Se emplea una pequeña cantidad de agua como lubricante. El pulido con disco debe ser seguido por un pulido en diamante de 3 μm en paño de keroseno o seda empleando un disco rotatorio aproximadamente a 150 rpm.⁽²³⁾

Se continúa con la operación empleando diamante de 0.25 μm y lubricante de keroseno sobre un disco cubierto con papel bond. Una presión ligera pero firme y velocidades bajas son empleadas por alrededor de 10 a 15 minutos. El pulido final se lleva a cabo en una pulidora vibratoria cubierta con un paño de rayón sintético y alúmina de 0.3 μm en agua destilada por aproximadamente 3 horas.⁽²³⁾

2.4.3.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Una buena imagen requiere de una superficie libre de contaminación, resistencia de la muestra al alto vacío y al haz de electrones, ausencia de carga eléctrica y suficiente cedencia al paso de electrones.⁽²²⁾

Montaje. Muestras por debajo de 20 mm en altura, espesor o longitud son generalmente removidas de piezas mayores. Para prevenir que la muestra se cargue, se emplean adhesivos conductores tales como plata, pegamentos

que contengan aluminio o adhesivos de carbón que permitan asegurar la muestra.⁽²²⁾

Tratamiento superficial. Se debe tener cuidado en la limpieza de la pieza, debido a que los líquidos de pulido residuales o reactivos atrapados en los poros o grietas contaminan la superficie cuando se coloca la muestra en la cámara de vacío.

Los rayones, diferencias en altura, fases suaves y duras, y capas deformadas que no han podido ser removidas en el pulido mecánico, pueden usualmente ser removidos por el pulido electrolítico. Las superficies de fractura, si no son recientes, deben ser limpiadas asegurando que se erradico la presencia de cualquier aceite o grasa que pudiera estar presente. Los productos de reacción que se forman durante la exposición prolongada a la atmósfera o por reacción a alta temperatura pueden ser removidos electrolíticamente, por reducción de hidrógeno o químicamente. La limpieza de las superficies corroídas usualmente cambia las características de la superficie de fractura.⁽²²⁾

Recubrimiento conductivo. Una capa de recubrimiento lo suficientemente gruesa debe ser aplicada para crear un camino conductivo, sin embargo debe ser lo más delgada posible para evitar obscurecer los detalles finos. El espesor mínimo depende en la rugosidad de la superficie y va desde los 0.5 nm a 10 nm y hasta 100 nm para superficies demasiado rugosas.

Se aplica carbono, oro, platino, paladio, plata, cobre o aluminio por evaporación al alto vacío o pulverización catódica. Este último método es preferido debido a que las capas pulverizadas muestran una mejor adhesión y más condensación difusa. Por ende, los poros y socavados son accesibles; para la evaporación, el acceso es posible únicamente empleando carbono. La selección del material de recubrimiento es cuestión de elección personal.

Basados en consideraciones físicas, un recubrimiento de oro de aproximadamente 100 nm tenderá a producir una máxima emisión de electrones secundarios (SE).⁽²²⁾

Realce de contraste por recubrimiento. El recubrimiento es en ocasiones aplicado para mejorar la impresión plástica empleando el efecto de sombras. Empleando un recubrimiento con alto SE, como el oro, se puede obtener una imagen positiva brillante, resaltando los detalles obscureciendo las sombras en dirección de la evaporación oblicua. Los recubrimientos también pueden mejorar el contraste de los materiales formando una capa en una de las fases únicamente.

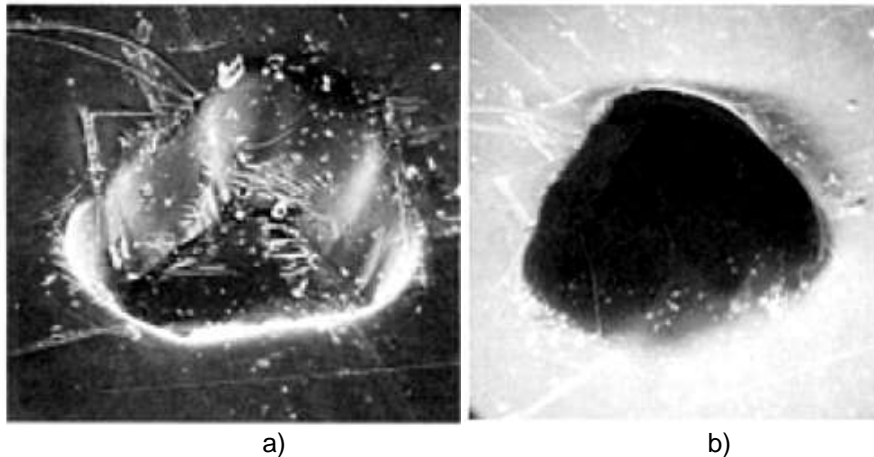


Figura 2.25. Mejora de calidad de imagen por recubrimiento; a) imagen SE de una depresión en un semiconductor (AsSe) recubierto con oro mostrando la pared de la cavidad y protuberancias. 15x. b) misma muestra y condiciones de imagen que en a), sin recubrimiento. 15x.⁽²²⁾

Ataque químico. Este paso no es necesario cuando el contraste del material es empleado para la formación de imagen; las diferencias entre los número atómicos aparecen como variaciones en el brillo, la fase que contiene los elementos menores aparece más oscura. El ataque, que sería dañino en estos casos, obscurece los efectos del contraste por orientación o magnético. Si por el contrario se está empleando contraste topográfico para la formación de la imagen, entonces el ataque ya sea químico, electrolítico o por iones es aplicable. El ataque por iones produce una capa superficial uniforme y no deja

residuos de los reactivos líquidos. El ataque puede producir efectos especiales, tales como revelar dislocaciones; mientras que un ataque profundo comúnmente se emplea para el estudio de constituyentes microestructurales de forma compleja. ⁽²²⁾

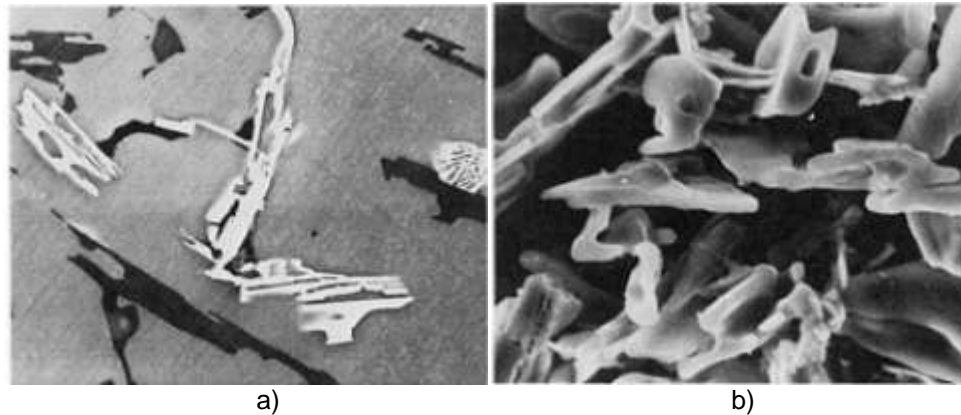


Figura 2.26. Micrografía por SEM de una aleación Al-11.7 Si-1 Co-1 Mg-1 Ni-0.3 Fe. a) sección sin ataque. Las fases intermetálicas son claramente reveladas por el contraste del material. AlFeSiNi aparece brillante debido al alto contenido de elementos pesados; Mg₂Si y Si aparece oscuro. b) misma muestra atacada empleando hidróxido de sodio. ⁽²²⁾

2.4.3.3. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Las muestras aptas para un análisis por TEM deben presentar un espesor del cientos de nanómetros, dependiendo del alto voltaje de operación que posea el instrumento. Una muestra ideal es delgada, representativa, estable, limpia, plana con lados paralelos, de fácil manejo, conductiva y libre de segregaciones en la superficie. ⁽²³⁾

Preparación inicial

El primer paso es cortar una muestra pequeña del total del material a analizar, teniendo en cuenta que se analizará de manera perpendicular a la muestra. En esta etapa, la muestra probablemente tendrá dos superficies rugosas, y su espesor debe ser determinado por la profundidad estimada de daño causado por la técnica de corte seleccionada.

Preparación de superficies planas. Una vez que se ha cortado una muestra de 3 a 0.5 mm de espesor, las caras deben ser preparadas de la manera más plana y paralela posible. Las caras paralelas se consiguen de una manera más fácil por medio de una máquina de fresado y pulido; este último método es preferido debido a que la profundidad de daño puede ser mínima si se emplea un abrasivo fino. Se pueden producir hojas de lados paralelos de 100 μm o menos a partir de la mayor parte de los materiales si se pule con un polvo abrasivo de malla 600. ⁽²³⁾

Adelgazamiento químico. El método menos dañino para adelgazar una muestra es el pulido químico. Si el material de la muestra es abundante, la muestra puede sumergirse en la solución sin temor al ataque preferencial en los bordes. Sin embargo hay que tomar en cuenta que un ataque químico exitoso requiere la solución adecuada.

Fabricación de la oblea. Muchas técnicas automáticas de adelgazamiento final requieren una muestra en forma de oblea de 3 mm. Dicha oblea es fácilmente manejada y colocada en la mayoría de los microscopios sin necesidad de una rejilla, y provee buen soporte estructural para las áreas más delgadas de la muestra. El material puede ser preparado inicialmente como una barra de 3mm de diámetro, del cual se pueden cortar obleas empleando un disco de corte de diamante o una máquina de corte en miniatura. Las obleas serán comúnmente de 1mm de espesor aproximadamente y pueden ser adelgazados más adelante empleando diversas técnicas. ⁽²³⁾

Sin embargo, hoyuelos son incluidos en el centro de la oblea para mantener el espesor de 1 mm en el cerco exterior, facilitando su manejo con pinzas, y así mismo se aseguran menos de 100 μm en el centro. Esta perforación, que requiere menos tiempo que el adelgazamiento final, puede ser llevada a cabo de manera mecánica por electropulido o bombardeo de iones.

Adelgazamiento final

Electropulido. Esta herramienta es comúnmente empleada para llevar una muestra delgada hasta su espesor final. En el electropulido, una celda electrolítica es establecida; la muestra es el ánodo, y se aplica un potencial adecuado para disolver la muestra de una manera controlada. El proceso comúnmente continúa hasta que un orificio se forma en la muestra.⁽²³⁾

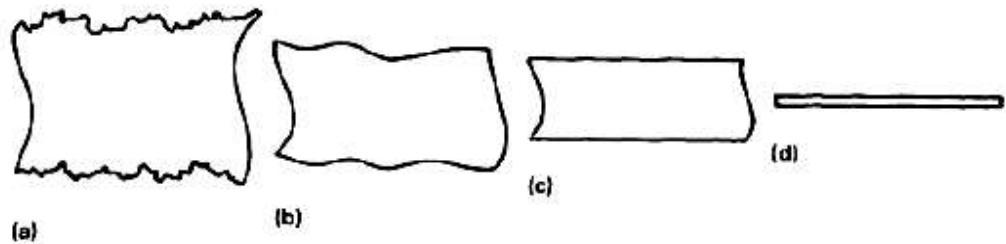


Figura 2.27. Etapas del electropulido. (a) La muestra rugosa debe ser (b) pulida, (c) suavizada, y (d) adelgazada uniformemente.⁽²³⁾

Para producir las acciones electrolíticas de pulido, suavizado y adelgazamiento, el electrolito debe contener generalmente un agente oxidante y reactivos que formarán una capa viscosa delgada pero estable. El pulido fino se obtiene por la disolución que es controlada por la longitud del patrón de difusión a través de la película viscosa del electrolito.

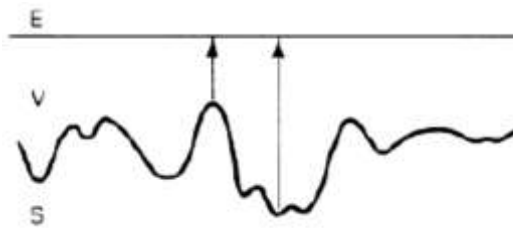


Figura 2.28. Acción fina de electropulido. Una película viscosa (V) se forma entre la muestra (S) y el electrolito (E); los puntos más elevados tienen un camino de difusión menor a través de la capa y se pulen más rápidamente.⁽²³⁾

Debido a que la película viscosa debe ser mantenida en un espesor delgado, el electrolito debe contener un solvente para los óxidos contenidos en la capa viscosa, así como también un agente oxidante y un formador de película. Un reactivo actuará de las tres maneras, y el electrolito puede ser simple. Un ejemplo es la solución diluida de ácido perclórico (HClO_4) en etanol, el cual es virtualmente el agente de electropulido universal. ⁽²²⁾

Una vez que se ha determinado la composición del electrolito, la variable esencial es el potencial aplicado. Un potencial muy bajo generalmente conllevará a un ataque, mientras que un potencial muy bajo resultara en picaduras y un pulido heterogéneo. Ambas condiciones deben ser evitadas, siendo las condiciones adecuadas en principio determinadas por una curva experimental de corriente-voltaje.

Técnica de la ventana. El método más accesible de una celda de electropulido consta de una cubeta de precipitación de electrolito dentro de la cual el cátodo y la muestra son sumergidos. El cátodo consiste en una lámina del mismo material que la muestra o un material inerte como platino o acero inoxidable. La muestra actúa como ánodo y un cuadro de lámina de 10 a 20 mm es generalmente sostenido en pinzas de metal de manera que el potencial pueda ser aplicado usando pinzas caimán. Los bordes de la muestra y las pinzas deben ser recubiertos con una laca resistente al ácido para protegerla contra el ataque. Una “ventana” de metal queda expuesta, razón a la cual se debe el nombre de esta técnica, las pinzas están sujetas a mano de manera que la muestra se sumerge y se aplica el potencial. ⁽²²⁾

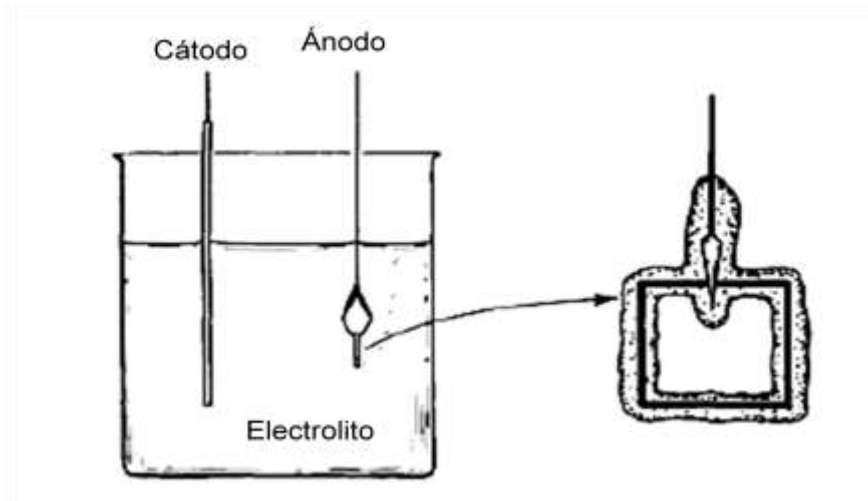


Figura 2.29. Técnica de la ventana. La lámina se sujeta con pinzas y se recubre con laca; después de ello forma el ánodo en la celda electrolítica.⁽²²⁾

Pulidor de chorro automático. La mayoría de los electropulidores operan en el principio de que un chorro de electrolito es dirigido al centro de la muestra de 3mm en forma de oblea, esto para acelerar el ataque, asegurando la perforación del centro antes que los bordes se adelgacen considerablemente. Esto produce una muestra ideal para montaje en el microscopio; los bordes de la muestra pueden ser manejados fácilmente y soporta las áreas delgadas en el centro.⁽²³⁾

Adelgazamiento por laser de iones. Esta técnica es comúnmente empleada sobre placas de metal que se llevaran a su espesor final. En este proceso, un haz de iones de gas inerte o átomos es dirigido a la muestra, y los átomos o moléculas son expulsados de la muestra en el punto de colisión de iones.

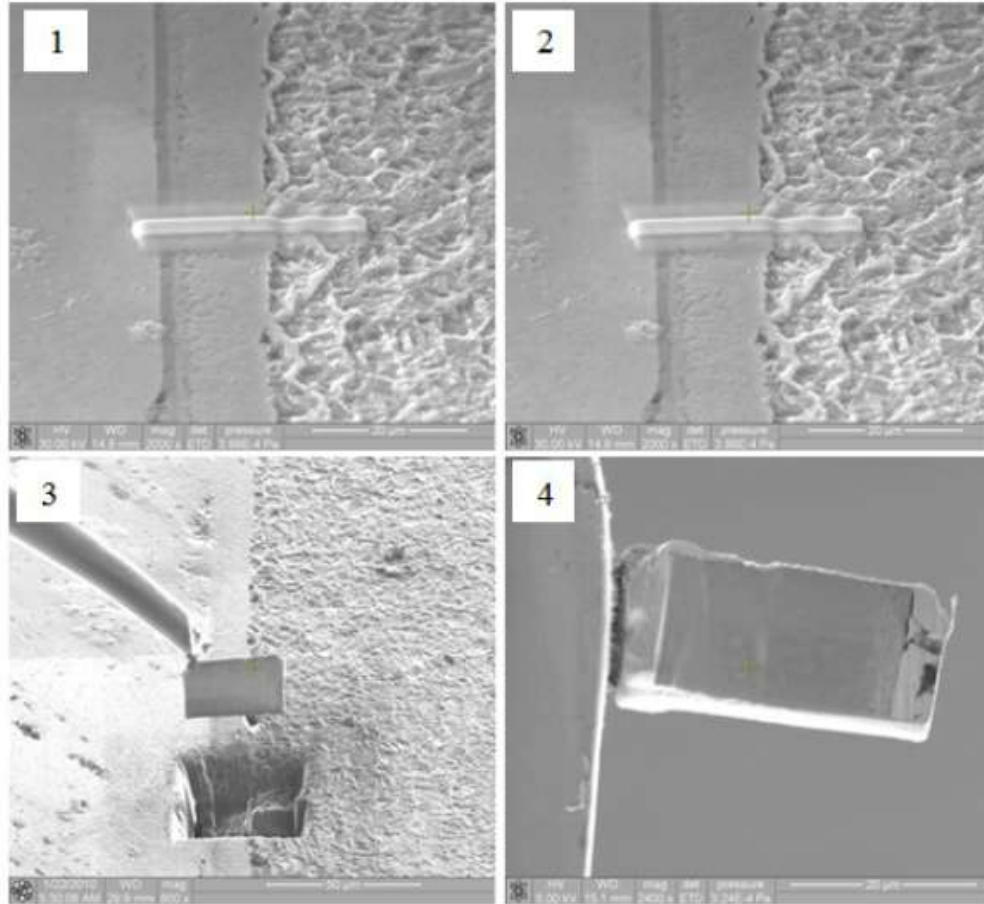


Figura 2.30. Secuencia de imágenes de la preparación de una muestra en sección transversal: 1) Depósito de platino, 2) Desbaste del material y preparación de la lamela, 3) extracción de la lamela y 4) adelgazamiento final. ⁽²⁸⁾

2.4.3.4. Difracción de rayos x (DRX)

Uno de los aspectos más atractivos respecto a esta técnica es el hecho de que la preparación de muestras es relativamente sencilla comparada con las técnicas descritas anteriormente.

El proceso de difracción de rayos X puede llevarse a cabo en muestras en forma de material sólido, mínimo de 1cm x 1cm, o bien en materiales en forma de polvo. En cuanto a las dimensiones, el único requisito es que el tamaño o cantidad no excedan el permitido para ser sostenido por el porta muestras, mientras que para el caso de los sólidos dicha clausula aplica de la

misma manera aunado a la condición de que al menos una de las caras deberá ser completamente plana.

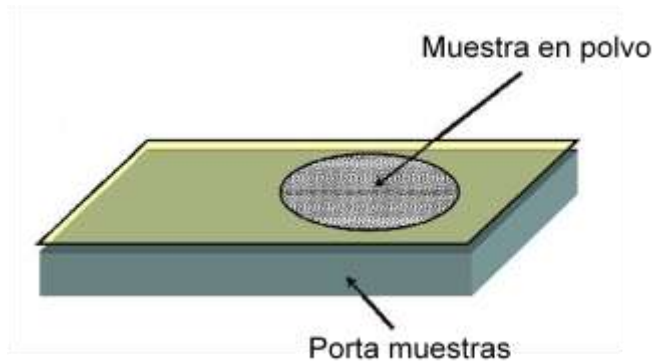


Figura 2.31. Esquema representativo de una muestra preparada para análisis por DRX.⁽²²⁾

2.4.3.5. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

Debido a que EBSD es una técnica de superficie de donde saldrá un patrón de difracción, la preparación de la muestra es un paso crítico. La secuencia de preparación contará de 4 etapas de manera general:

Montaje de muestra. En este paso se recomienda emplear como material de montaje uno de carácter conductivo que ayude a disipar las cargas. El montaje permitirá que los pasos subsecuentes se lleven a cabo de una manera más fácil. Sin embargo la temperatura es uno de los parámetros a controlar, ya que los procesos de montaje en caliente podrían llegar a dañar e inclusive a fracturar la muestra.⁽²⁶⁾

Desbaste. Este es el primer paso mecánico de la preparación de muestra. su objetivo es remover la capa deformada que se produce por el corte y asegurar una superficie plana. Comúnmente se puede iniciar con lijas de carburo de silicio 120 o 240. Una vez concluido el ciclo en estas lijas se procede a emplear una 1200 asegurando siempre el uso de agua como lubricante para remover los residuos que se generen.⁽²⁶⁾

Pulido. En esta etapa se busca remover la mayor parte del daño causado por el desbaste. Normalmente se recomiendan 4 o 5 pases con suspensión o pasta de diamante, empleando soluciones de 15 μm descendiendo hasta 0.25 μm en un paño de uso general. Para el pulido de la muestra se cuenta básicamente con 4 técnicas diferentes: pulido mecánico, electropulido, ataque químico, ataque por iones.

Sílica coloidal. La solución de sílica coloidal representa el último paso de la etapa de pulido. Esta solución es generalmente alcalina y ataca ligeramente la muestra durante el pulido mecánico, y se emplea de manera ideal por alrededor de 10 minutos a algunas horas dependiendo del material y del acabado del pulido que se tenga. ⁽²⁶⁾

2.4.4. Aplicaciones prácticas recientes

2.4.4.1. Microscopía óptica

En el 2006 Somasekharan y Murr ⁽²⁹⁾ emplearon una aleación de aluminio forjada 6061-T6 y una aleación de magnesio vaciada en semi sólido AZ91D, las cuales fueron unidas por el proceso de soldadura por fricción con una herramienta de acero O1, contando con un diámetro de hombro de 19 mm y un pin sin roscado; soldado bajo una velocidad rotacional de 800 rpm y una velocidad de avance de 1.5 mmps.

Una vez soldadas las muestras se removieron secciones transversales que posteriormente fueron montadas para su análisis. Todas las muestras fueron desbastadas empleando agua como lubricante en lijas de carburo de silicio comenzando con lija 220, 320, 500, 800 y 1200, impregnándolas constantemente con alcohol para evitar oxidación y eliminar contaminación. A continuación se procedió con la etapa de pulido, en la cual se empleo un paño de pulido de uso general y una solución de alúmina de 1 μm en un reactivo de 75% alcohol y 25% glicerol.

Para el ataque de la muestra se empleó el reactivo de Weck para revelar la estructura de aluminio. Las muestras se pre atacaron por menos de un minuto empleando una solución de 2g de NaOH en 100 ml de agua destilada, seguido de una inmersión inmediata (menos de 15 segundos a temperatura ambiente) en una solución de 4g de KMnO_4 y 1g de NaOH en 100 ml de agua destilada terminando con un enjuague en agua, ciclo que fue repetido hasta que la microestructura de la muestra fuese revelada.

La muestra atacada se observó con un microscopio óptico Reichert MEF4 A/M con una cámara Yashica de 35 mm, con lo cual se obtuvieron las microestructuras mostradas en la figura 2.32, en la cual se puede apreciar que el régimen eutéctico intermetálico aparece de color blanco brillante, fenómeno posiblemente atribuido al hecho de que la capa o película no se depositó sobre estas fases, o bien, que el espesor de la película es demasiado pequeño para lograr una buena interferencia. Esto puede deberse en parte a que estas fases son electronegativas al reactivo, es decir, que no reaccionan bajo la acción del mismo, en comparación con aquellas que son electropositivas.

En la figura 2.32c se aprecia la afluencia de las diferentes zonas en la soldadura respecto al lado de avance, la variación de color perceptible en la microestructura muestra la aparente diferencia de energía entre las zonas y un régimen muy fino denotado en color verde delimita los vórtices y espirales en las zonas que aparecen en la micrografía. En la figura 2.32 e y f se muestra la coexistencia de dos zonas diferentes a lo largo de una interfaz continua, en la cual la dureza varía drásticamente. Estas figuras muestran la mezcla (zona 3) de una fase dura (zona 2) dentro de una fase suave (zona 1).

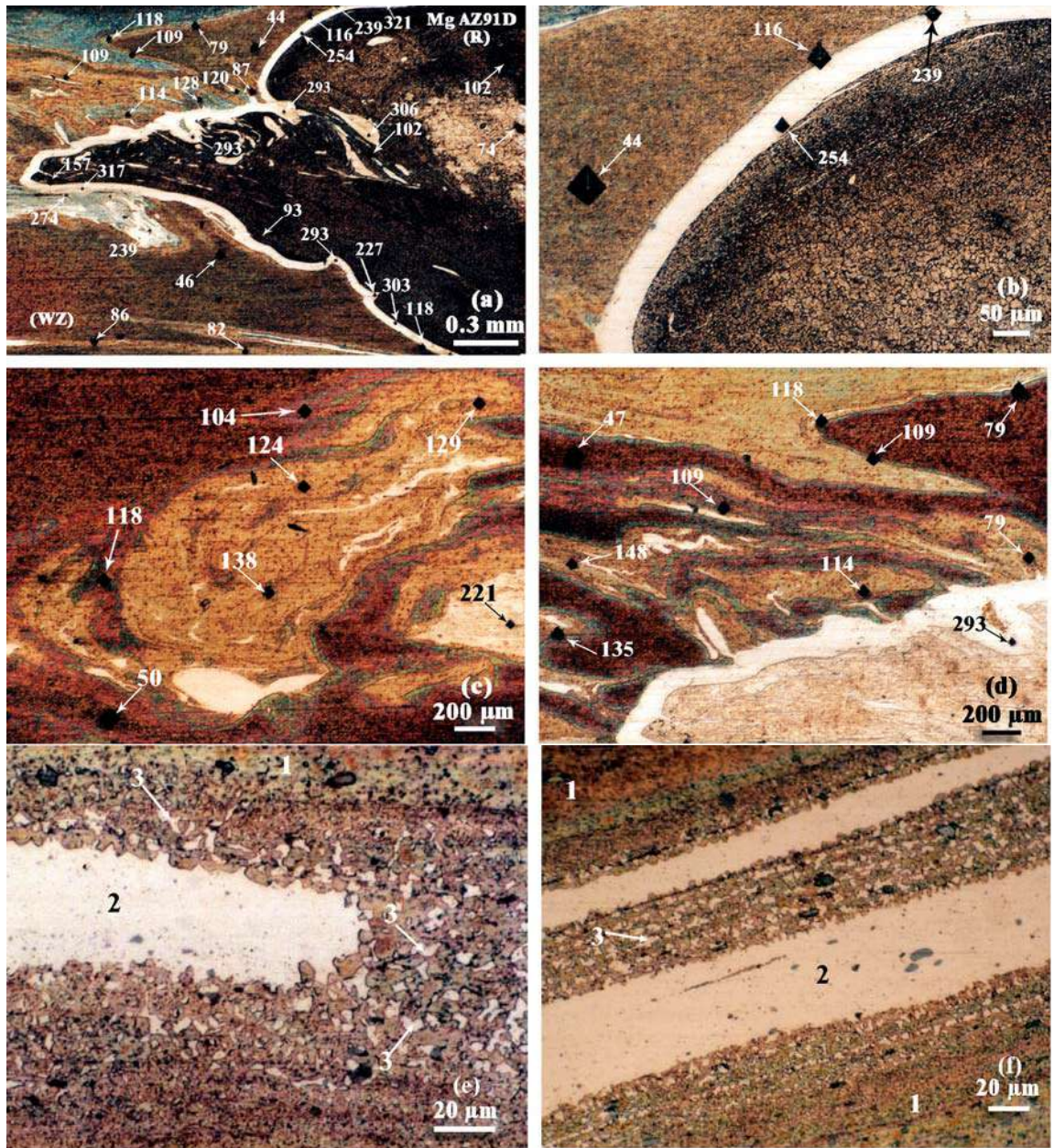


Figura 2.32. Análisis de la soldadura por fricción realizada sobre una aleación de aluminio 6061-T6 (A) y Mg AZ91D (R). a) Zona de soldadura (WZ) y el lado de retroceso de soldadura (R); b) régimen ampliado de a); c) régimen ampliado de WZ en el lado de avance; d) régimen que muestra la unión de una fase dura y una suave; e) y f) análisis de la unión de Al-Mg: zona de soldadura mostrando la confluencia (zona 3) de los eutécticos e intermetálicos (zona 1) y las áreas más suaves (zona 2) a pesar de la interfaz continua entre ambos. ⁽²⁹⁾

La diferencia en coloración entre las diversas zonas de la soldadura mostró las aparentes variaciones de energía dentro de las mismas, enmarcando la diferencia entre el tamaño de grano, límites de grano. Impurezas y subestructuras de dislocaciones, permitiendo una caracterización única de una caótica zona de soldadura. ⁽²⁹⁾

2.4.4.2. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Respecto a la microscopia electrónica de barrido, Ghorbani et al ⁽³⁰⁾ emplearon SEM con el objetivo de estudiar la microestructura y superficies de fractura de un material compuesto de matriz metálica Al-15%Mg₂Si con diferentes contenidos de cromo (0.5 wt%-5%wt). Las muestras metalográficas fueron pulidas y atacadas con HF (0.5%) y fueron sobre atacadas empleando una solución de NaOH al 10%.

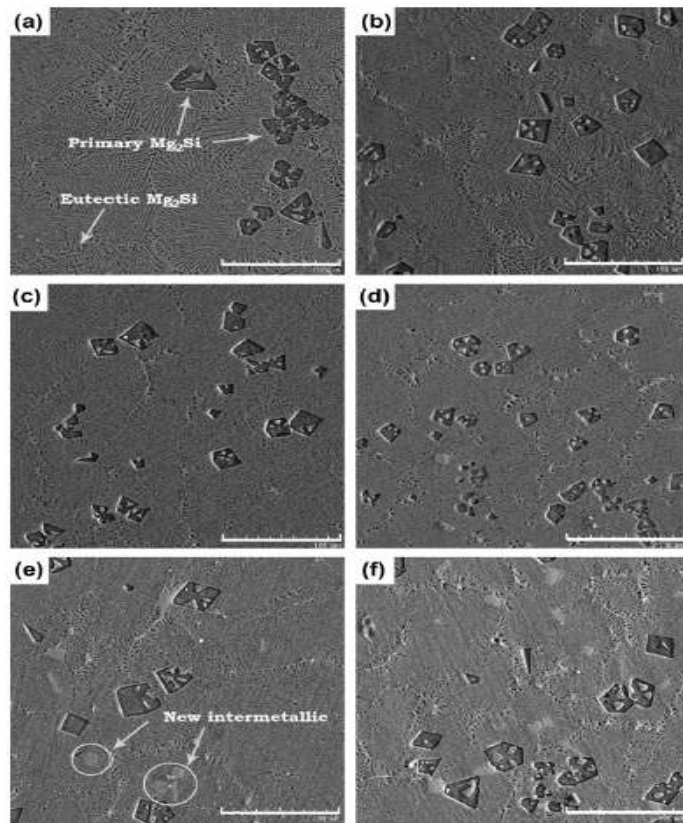


Figura 2.33. Micrografías por SEM del material compuesto de Al-15%Mg₂Si con diferentes contenidos de Cr: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 2%, e) 3% y f) 5%. ⁽³⁰⁾

En la figura 2.33, se puede apreciar la microestructura típica del compuesto Al-Mg₂Si, la cual consiste de partículas oscuras de Mg₂Si en una matriz de granos eutécticos de Al-Mg₂Si. El tamaño promedio de partícula de la fase primaria Mg₂Si se encontró alrededor de las 40 μm. Sin embargo, con la adición de cromo por encima de 2% la morfología de las partículas de Mg₂Si pasa de ser dendrítica a poligonal.

Para las características de la fractura, en la figura 2.34 se puede apreciar una superficie de fractura típica de un compuesto Al-Mg₂Si libre de Cu. Los planos de fractura de la mayoría de las partículas de Mg₂Si muestran un claro clivaje derivando en una fractura rápida derivado de su fragilidad intrínseca.



Figura 2.34. Micrografía de fractura típica en una superficie de fractura en material compuesto Al-15%Mg₂Si sin contenido de Cr. ⁽³⁰⁾

Contrastando, en la figura 2.35 se observa las superficies de fractura cuando se presentan adiciones de Cr el cual modifica la estructura del eutéctico de Mg₂Si haciéndolo pasar de largas hojuelas interconectadas a una estructura en forma de barras, la cual se espera sea más propensa al agrietamiento, a pesar de mejorar la dureza, resistencia y elongación del compuesto. ⁽³⁰⁾

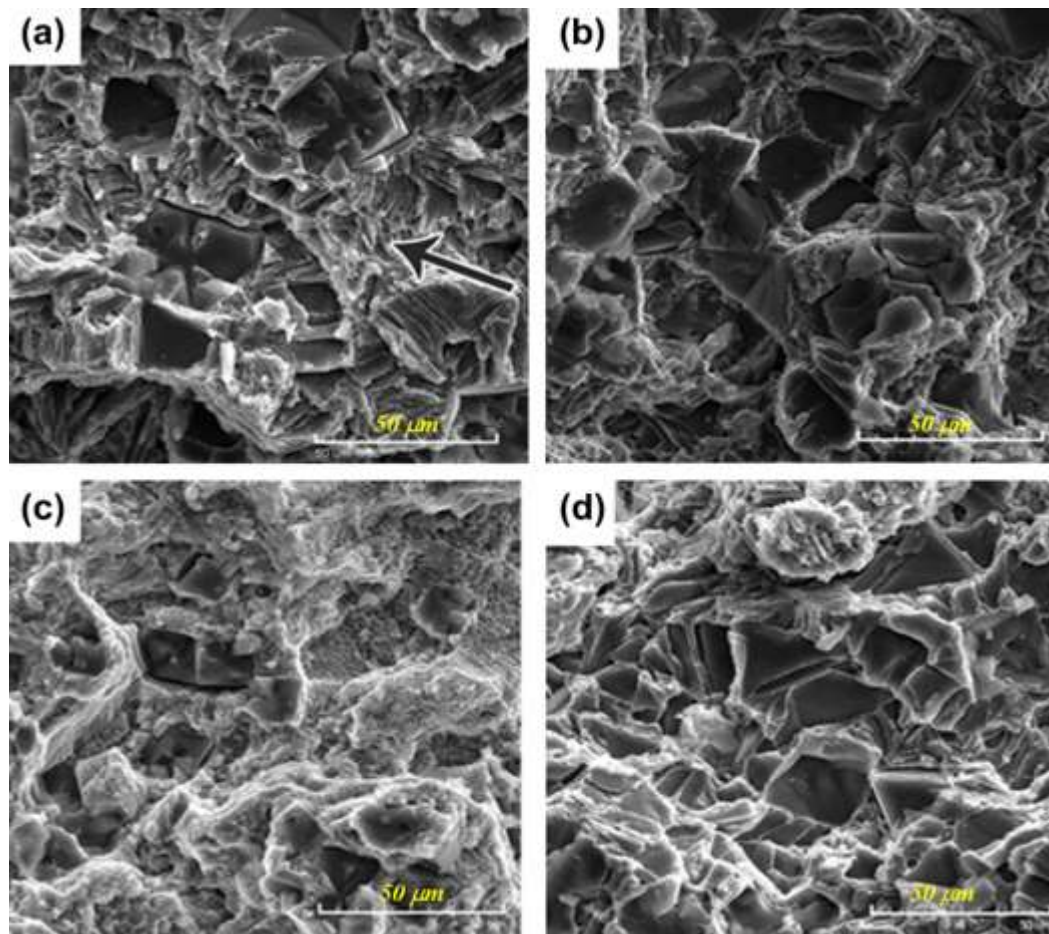


Figura 2.35. Superficies de fractura de Al-15%Mg₂Si con a) 0.5%Cr; b) 1%Cr; y c) 2%Cr; d) 3%Cr. ⁽³⁰⁾

2.4.4.3. Microscopía electrónica de transmisión (TEM) y Difracción de rayos X (DRX)

Hernandez *et al* ⁽³¹⁾, en el 2010, llevaron a cabo un trabajo de caracterización por TEM de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con grafito. Dicho material se realizó por medio de metalurgia de polvos de Al, Cu, Mg y grafito. Se realizaron observaciones de la microestructura tanto en estado de molienda como en condición de extrusión. Para comprobar la presencia de fases se llevaron a cabo pruebas de difracción de rayos X en un difractómetro Rigaku DMAZ-2200 operado a 40kV y 36mA, con lo cual se corroboraron los resultados obtenidos por TEM.

En la figura 2.36 a y b se muestran las imágenes obtenidas en campo oscuro y campo claro, en las cuales se trata de evidenciar el tamaño promedio de cristalita de la matriz que se obtiene después del proceso de aleado mecánico, el cual claramente se encuentra dentro del rango nanométrico. Las reflexiones del patrón de difracción corresponden a los planos (111), (200), (220) y (222) del aluminio. Con apoyo de la figura c se puede evidenciar que no ocurrió reacción alguna entre los polvos durante el aleado mecánico, ya que las únicas difracciones presentes corresponden al Cu y Al.

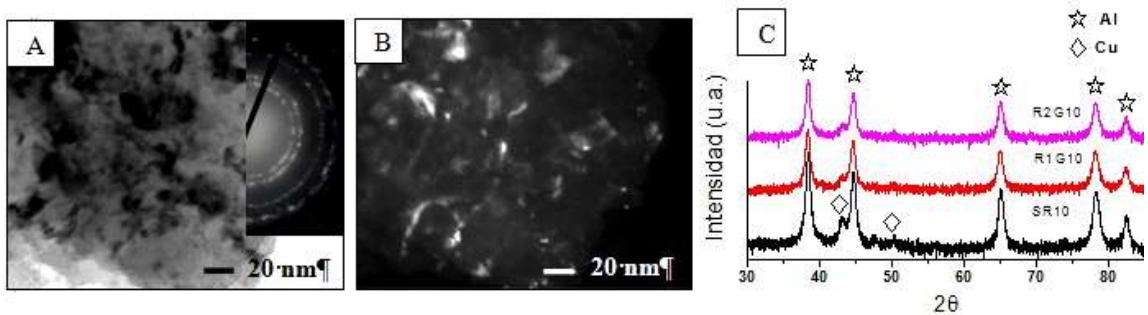


Figura 2.36. a y b) Micrografías en campo claro y oscuro de TEM y de patrones de difracción de electrones, donde se observa el tamaño promedio de cristalita de la matriz. c) patrón de DRX correspondiente.⁽³¹⁾

En la figura 2.37 se muestra el aspecto que las partículas de grafito adoptan después del proceso de extrusión. Se puede notar que debido a su naturaleza dúctil se orientan preferencialmente. Aunado a lo anterior, se evidencia la naturaleza de la interface entre la matriz y el refuerzo. Se puede ver que no existe la formación de ninguna fase intermetálica en la interface, por el contrario parece ser que el material en esa región se ha vuelto amorfo, ya que no existe el ordenamiento mostrado tanto por la matriz como por el grafito.

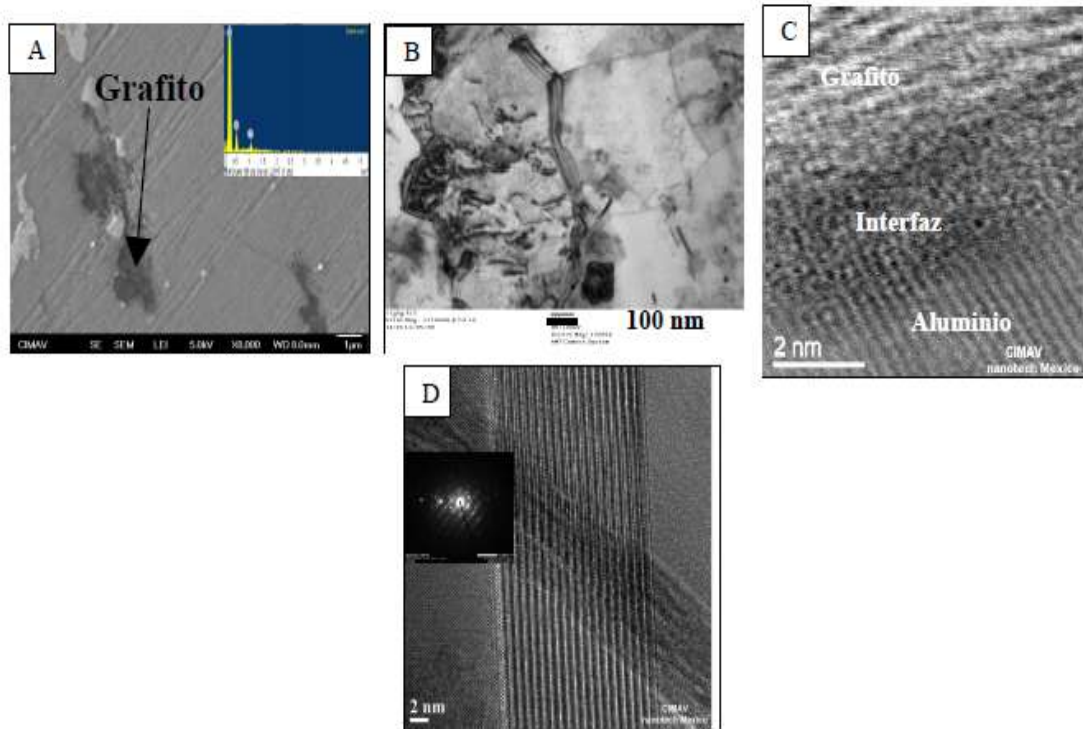


Figura 2.37. a) Micrografía por TEM en la cual se observan las partículas de grafito, b),c) y d) mostrando detalles de los compuestos extruidos. ⁽³¹⁾

2.4.4.4. Microscopía de electrones retrodispersados (EBSD)

En el 2011 Guo *et al* ⁽³²⁾ en el 2011 emplearon la técnica de EBSD para la caracterización de un material compuesto de matiz metálica AA1100-B4C soldado por FSW, obteniendo información detallada de la evolución microestructural del compuesto durante el proceso de soldadura. Se usaron el pulido tanto mecánico como por iones para la preparación de muestra para este análisis, con lo que es posible contrastar las diferencias resultantes del método de preparación.

Una vez soldada la muestra se cortaron probetas perpendiculares a la soldadura para su caracterización microestructural. Las muestras fueron mecánicamente pulidas y atacadas con 0.5% HF por 30 segundo. La primera observación se hizo con microscopio óptico en luz polarizada, sin embargo el

nivel de detalle no era suficiente para revelar con exactitud la microestructura presente, consecuentemente se procedió a preparar las muestras para EBSD empleando pulido mecánico y por iones. El pulido mecánico se llevó a cabo de la siguiente manera: después de un desbaste superficial con un disco de diamante de 40 μm , la muestra se pulió con pasta de diamante de 15, 9, 6, 3 y 1 μm por algunos minutos. Finalmente, se pulió con sílica coloidal de 0.05 μm por 15 minutos. El pulido por iones realizó empleando un pulidor de sección transversal. Para la generación del haz de iones, se seleccionó una presión de argón de 170 kPa. La muestra fue pulida por 8 horas con 5kV de voltaje de aceleración y aproximadamente 100 mA de corriente de haz. Una vez concluidos el pulido mecánico o por iones, la muestra se analizó directamente sin ningún tipo de ataque.

Se compararon las imágenes obtenidas por ambos métodos de preparación contrastando altamente los resultados observados como se muestra en la figura 2.38. Mientras que para las muestras que fueron preparadas por pulido mecánico en el par de soldadura se encontró que el rango de incidencia es de aproximadamente 60% para la matriz, mientras que para el metal base fue de 73%, lo que hacía la caracterización de la estructura de grano poco confiable. Por otro lado, para las muestras preparadas por pulido por iones, se encontró un rango de incidencia de 93% para la matriz, obteniendo una imagen excepcionalmente clara, tomando en cuenta la alta deformación presente debido a la naturaleza del proceso de soldadura.

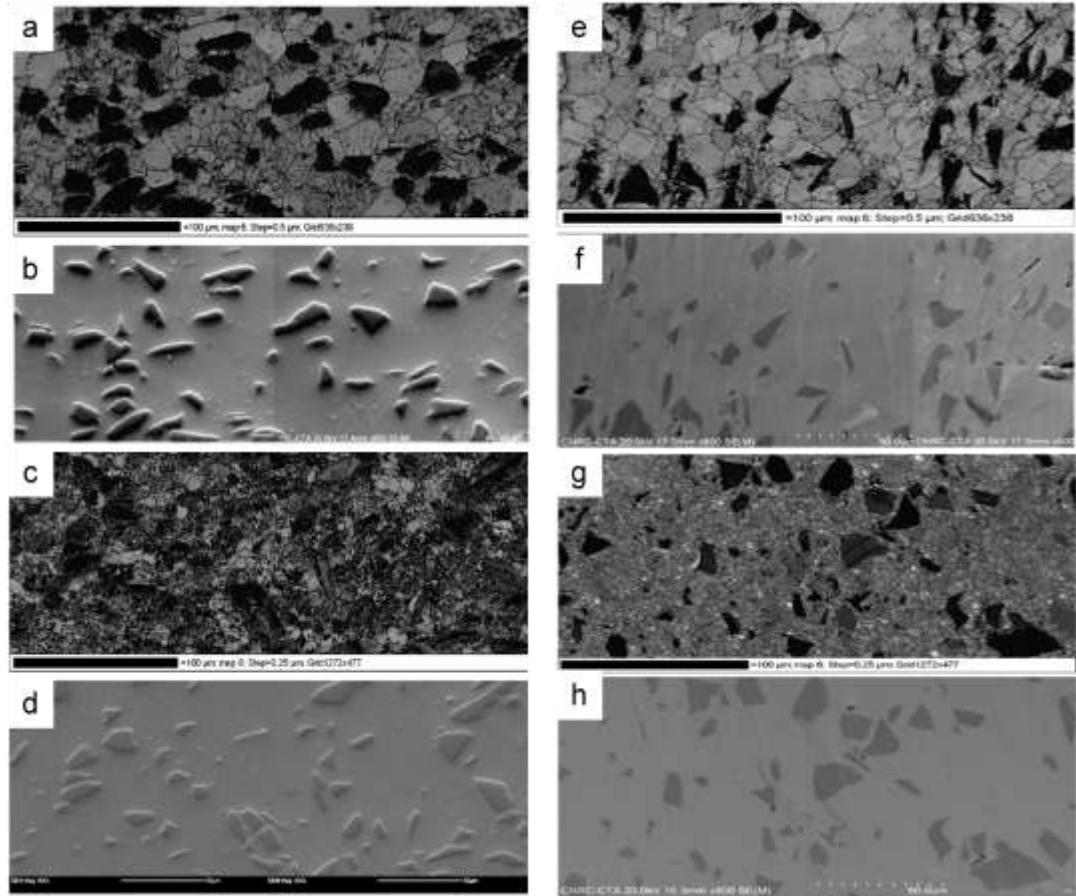


Figura 2.38. Imágenes por pulido mecánico: a) Mapa de calidad de metal base; b) imagen correspondiente por electrones secundarios SEM; c) Mapa de calidad de botón de soldadura; d) imagen correspondiente por electrones secundarios SEM; Imágenes por pulido por iones: e) Mapa de calidad de metal base; f) imagen correspondiente por electrones secundarios SEM; g) Mapa de calidad de botón de soldadura; h) imagen correspondiente por electrones secundarios SEM. ⁽³²⁾

Para la determinación de la textura se obtuvieron figuras de polos por EBSD, figura 2.39. Dichas imágenes, ayudadas por un estudio de espacio 3D de Euler mostraron 4 componentes planares en el metal base, formados durante el proceso de conformado del material, mientras que en la soldadura se encontraron tres texturas fibrosas producidas por la extrusión en caliente inducida por la herramienta rotacional de FSW.

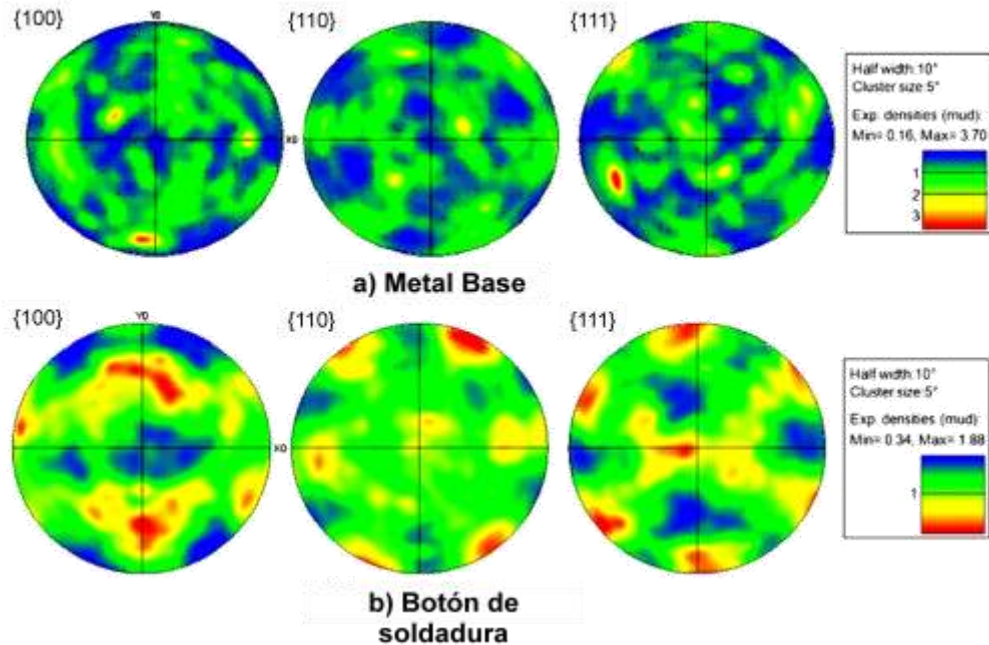


Figura 2.39. Figuras de polos para las muestras pulidas por iones en a) metal base, b) botón de soldadura. ⁽³²⁾

Con los resultados mostrados anteriormente se concluyó que la caracterización por medio de pulido mecánico no brinda los detalles suficientes para el análisis de la estructura de grano en la matriz, sin mencionar que el rango de incidencia es insuficiente para permitir una caracterización confiable, especialmente en el botón de soldadura. Por el contrario, la técnica de EBSD con pulido con iones permitió con éxito la caracterización tanto del metal base como del botón de soldadura. La alta calidad de esta imagen puede ser atribuida a la perfecta remoción de las capas deformadas de la superficie de la muestra. ⁽³²⁾

2.5 Proceso de soldadura por fricción para materiales compuestos de matriz metálica reforzados con SiC

Fueron Bozkurt y Duman en el 2011 ⁽³³⁾ quienes emplearon placas de 50 x 150 x 3 mm de una aleación de aluminio rolada en frío 3003 en condición H24 y lo unieron con éxito con un material compuesto de matriz de aluminio 2124/SiC/25p en condición T4 por medio del proceso de soldadura por fricción. La composición química de los materiales se encuentra especificada en la tabla 2.1. Las placas fueron soldadas a tope con una velocidad de rotación de 900, 1200 y 1400 rpm, una velocidad de avance de 40, 80 y 125 mm/min, ángulo de inclinación constante de 2°, colocando el 2124 en el lado de retroceso y el 3003, que es el material más suave, en el área de avance. Esta disposición de material se escogió debido a que la microestructura y las propiedades mecánicas de la zona de agitación son influenciadas por el lado de repliegue de la unión de manera que sea posible obtener uniones libres de defectos ⁽³³⁾.

Tabla 2.1. Composición química de las placas de AA2124/SiC/25p-T4 y AA3003-H24. ⁽³³⁾

Material	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Al
AA2124/SiC/25p-T4	3.86	1.52	0.65	0.17	-	93.8
AA3003-H24	0.05	0.12	1.20	0.15	0.46	98.02

La herramienta que se utilizó fue de acero de alta velocidad, con un diámetro del hombro de 20 mm, el diámetro del pin en 6 mm y la longitud cilíndrica del pin de 2.8 mm ⁽³³⁾. Una vez que las placas fueron unidas se seccionaron de manera perpendicular a la dirección de soldadura y se prepararon para realizar análisis visual, se atacó con el reactivo Keller para observación macro y análisis de micrografía por medio de SEM. Se evaluó también la microdureza, tensión y análisis de fractura.

Bozkurt y Duman en el 2011 ⁽³³⁾ encontraron que las uniones de los materiales en cuestión se llevó a cabo de manera exitosa sin ninguna porosidad superficial visible o defectos macroscópicos en las regiones superior o inferior, excepto por una de las muestras que se soldó a una velocidad de avance de 40 mm/min, en la cual se observó la presencia de porosidad formada en el área de soldadura.

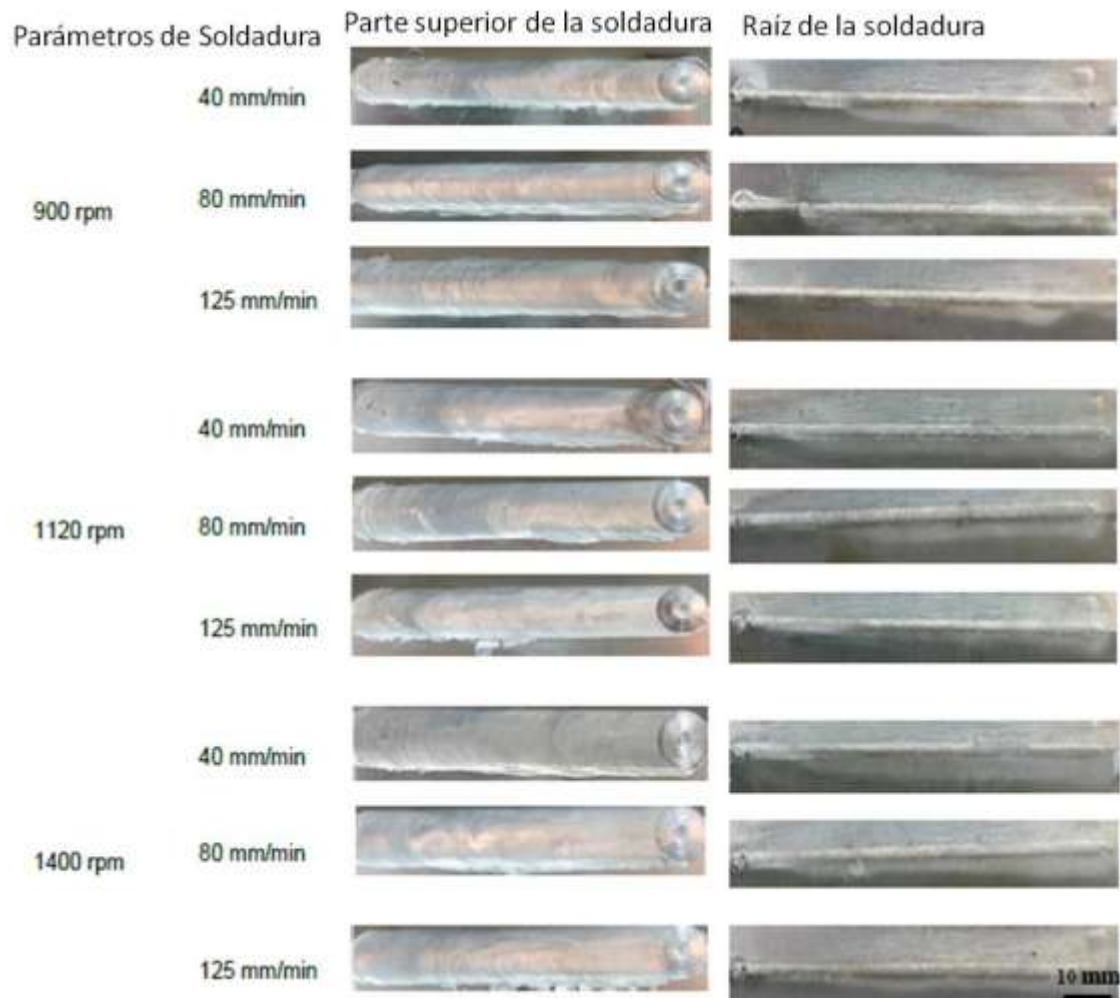


Figura 2.40. Superficie y raíz de la unión después del proceso de soldadura por fricción. ⁽³³⁾

Por medio de la examinación con SEM no se encontró evidencia de porosidad, grietas o desgaste de la herramienta en la zona de agitación de las uniones. Se observó que en la zona del metal base comprendida por el material

compuesto se tenía la aleación de la matriz junto con una distribución uniforme de partículas de carburo de silicio tanto gruesas ($<6\mu\text{m}$) como finas ($<3\mu\text{m}$).⁽³³⁾

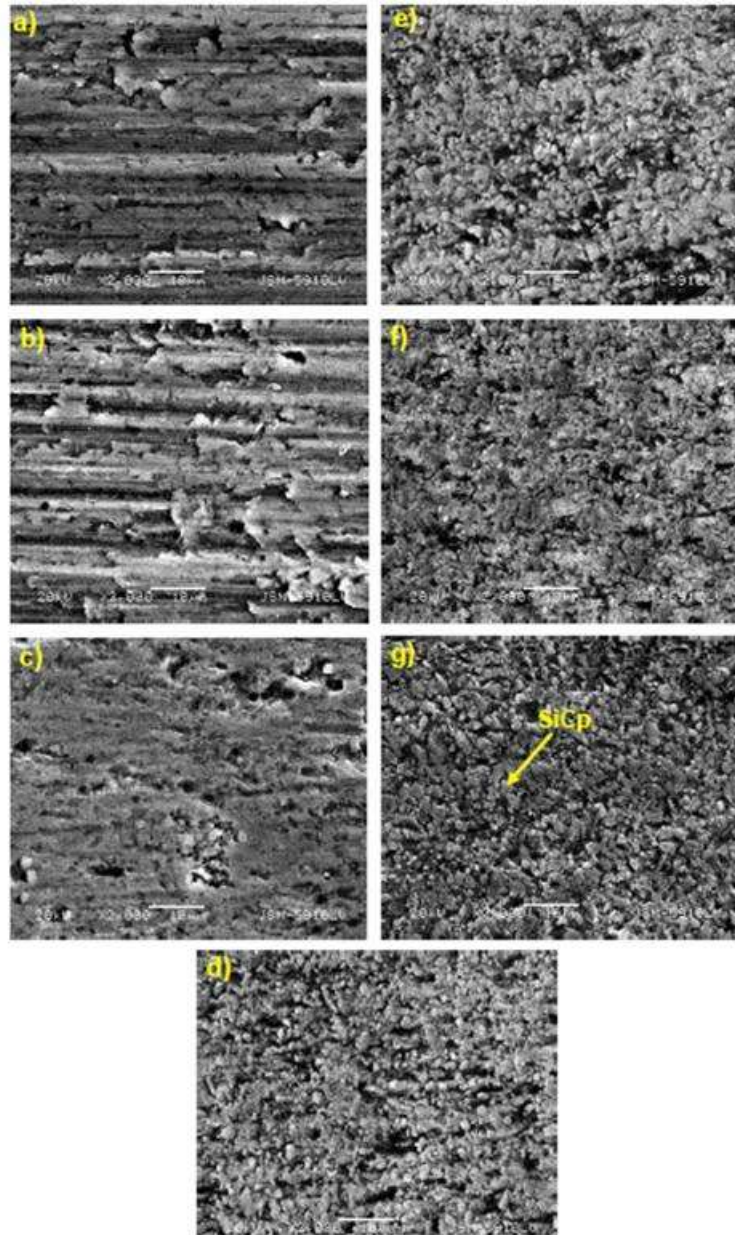


Figura 2.41. Micrografías en SEM de placas soldadas bajo parámetros de 900/125; a) 3003 BM; b) HAZ 3003; c) TMAZ 3003; d) Zona de agitación 3003 y 2124; e) TMAZ 2124; f) HAZ 2124; g) Metal base 2124.⁽³³⁾

Para la zona de agitación se encontraron diferentes regiones de Al y material compuesto, presentando granos equiaxiales finos recrystalizados y

partículas de SiC uniformemente distribuidos. La TMAZ del 3003.H24, que se encuentra adyacente a la zona de agitación, producida a 1400/40 mostró una distribución no uniforme de partículas de SiC. Finalmente, para la HAZ que se encuentra entre TMAZ y metal base, la microestructura obtenida fue similar a la del metal base.⁽³³⁾

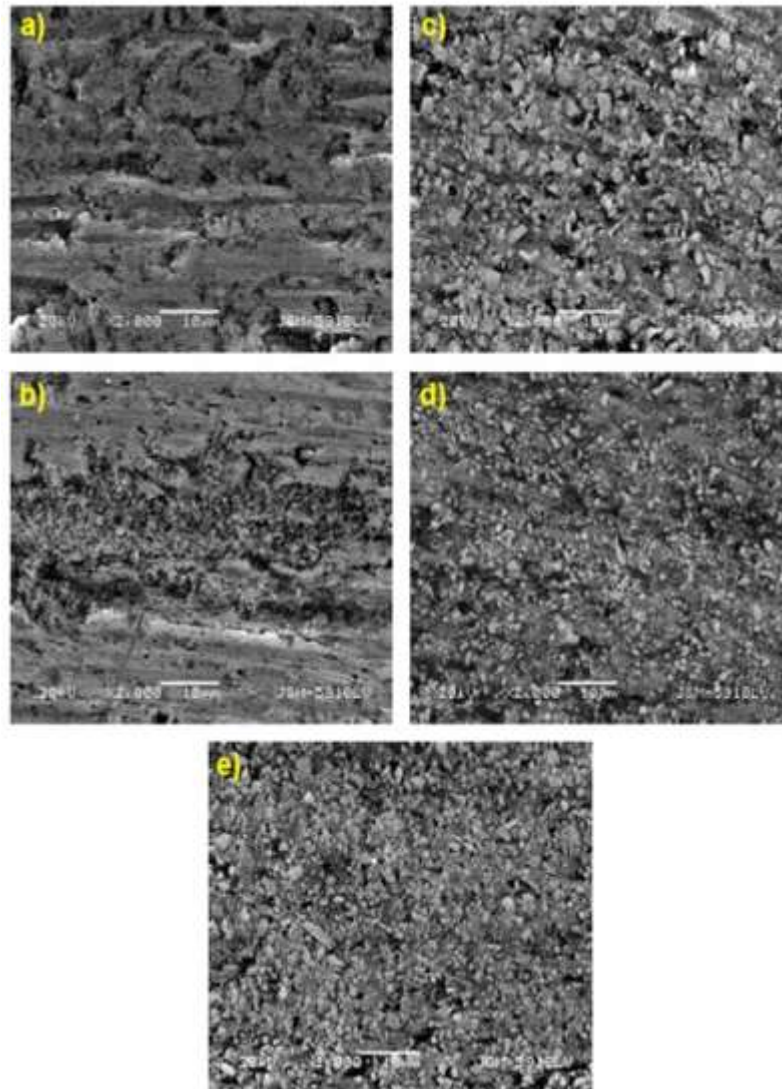


Figura 2.42. Micrografías en SEM de placas soldadas bajo parámetros de 1400/40; a) HAZ 3003; b) TMAZ 3003; c) HAZ 2124; d) TMAZ 2124; e) Zona de agitación 3003 y 2124.⁽³³⁾

En cuanto a los perfiles de microdureza de las uniones, estas mostraron menor dureza en la zona de agitación. Los resultados en la zona de avance (lado AA3003-H24 Al) de la HAZ son mayores que en la TMAZ debido al

reblandecimiento térmico y el calentamiento por fricción a excepción de la unión producida con los parámetros de soldadura de 1400/40. En esta unión, la dureza se incrementó por encima de los 80 HV en el lado de avance de la TMAZ por lo que se obtuvo un valor de la eficiencia de la unión menor. ⁽³³⁾

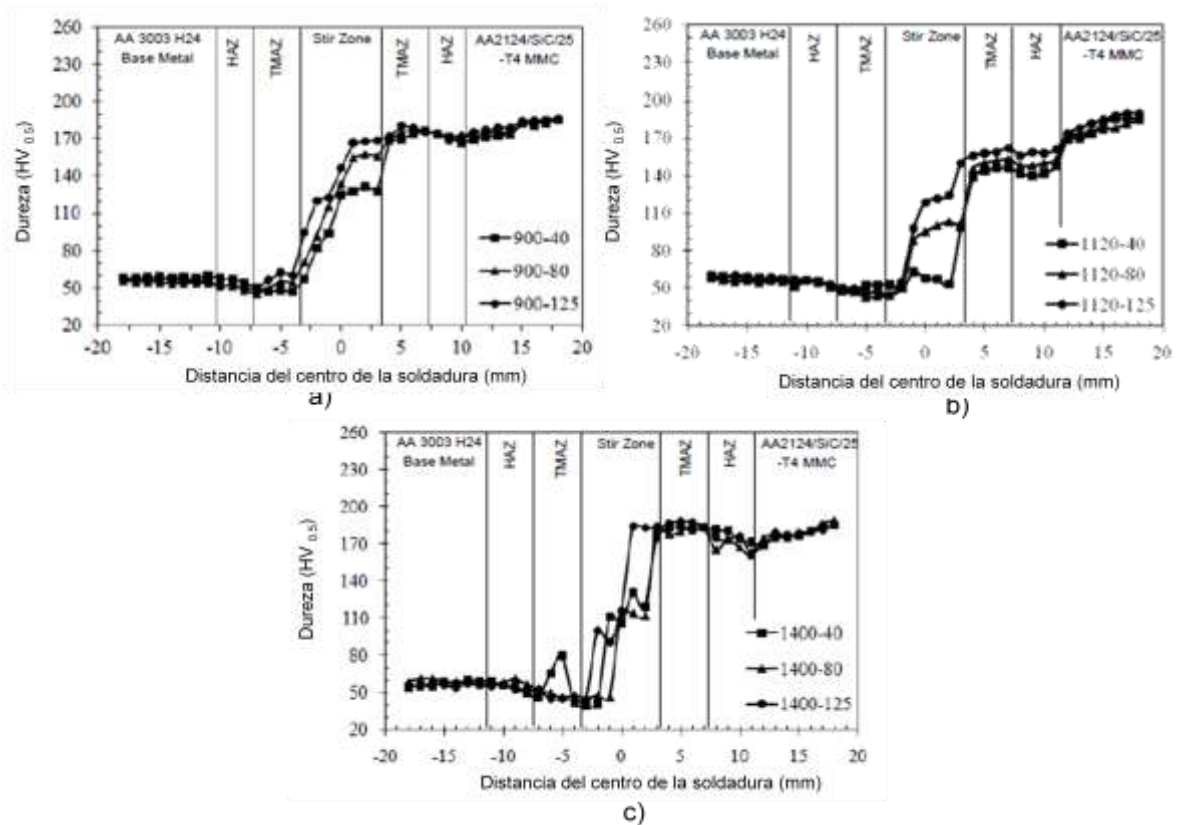


Figura 2.43. Perfiles de microdureza para las soldaduras realizadas bajo parámetros de a) 900/40-125; b) 1120/40-125; c) 1400/40-125 ⁽³³⁾

Los resultados del ensayo de tensión mostraron que una alta calidad de la unión puede ser obtenida con parámetros de 900/125. La resistencia a la tensión y los porcentajes de elongación incrementaron conforme aumentaba la velocidad transversal a una velocidad de rotación constante. El valor máximo de eficiencia de la unión a la tensión obtenido fue de 104% ($UTS_{FSW}/UTS_{BM} * 100$), que resulta ser mayor que la resistencia a la tensión de la aleación de aluminio pero mucho menor que la del material compuesto. Mientras que la elongación

de la unión fue mayor que ambos materiales, especialmente mayor que el material compuesto. ⁽³³⁾

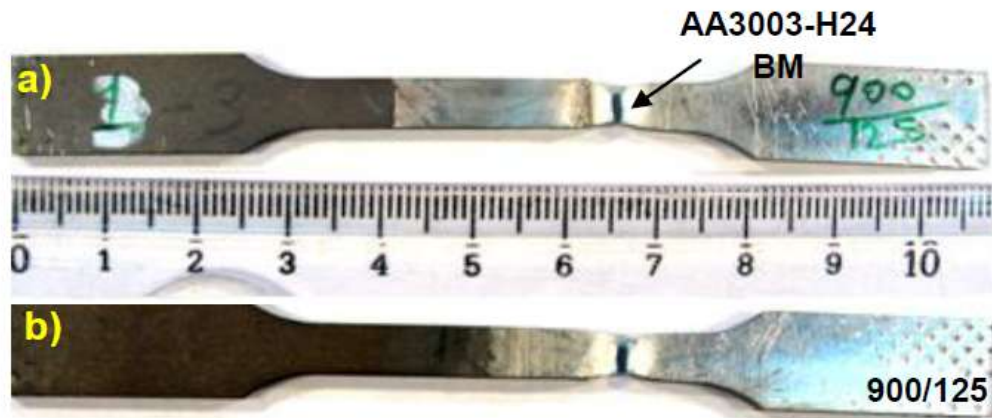


Figura 2.44. Probetas del ensayo de tensión después de la soldadura por fricción bajo los parámetros de 900/125; a) parte superior y b) parte trasera ⁽³³⁾

La unión con mayor eficiencia exhibió un típico módulo de fractura dúctil. La unión con menor eficiencia en contraste con la anterior, mostró un modo de fractura mixto, es decir presentando fracturas dúctiles y frágiles, predominando aquellas pertenecientes a este último tipo. ⁽³³⁾

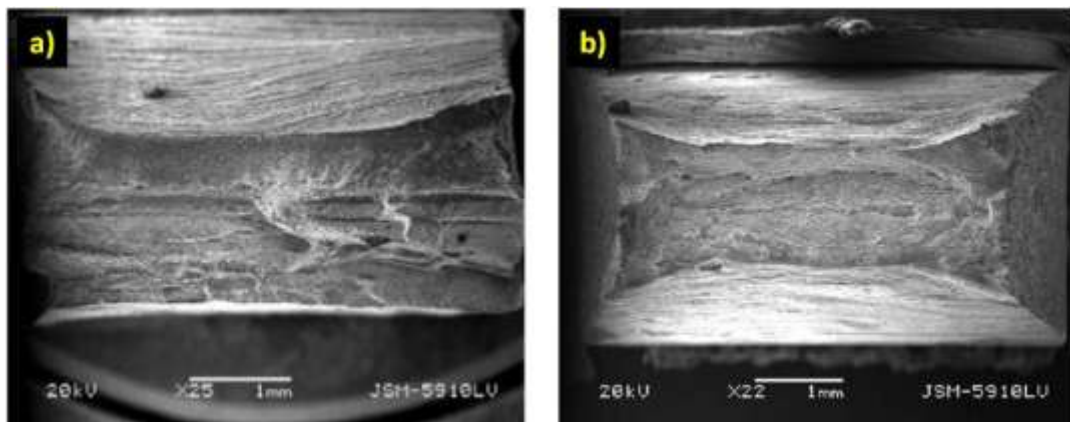


Figura 2.45. Micrografía en SEM de la superficie de fractura de la unión disímil Al/MMC para los parámetros de a) 900/125 y b) 1400/40 ⁽³³⁾.

Previamente en el 2006, Uzun ⁽³⁴⁾ empleó placas de una aleación de aluminio 2124 en condición T4 reforzada con partículas de carburo de silicio de 6mm de espesor y de 75x200 mm que fueron soldadas por el proceso de soldadura por fricción, empleando una herramienta de acero HSS recubierto de TiAlN, con las dimensiones presentadas en la figura 2.46, bajo los parámetros de 800 rpm y 120 mm/min.

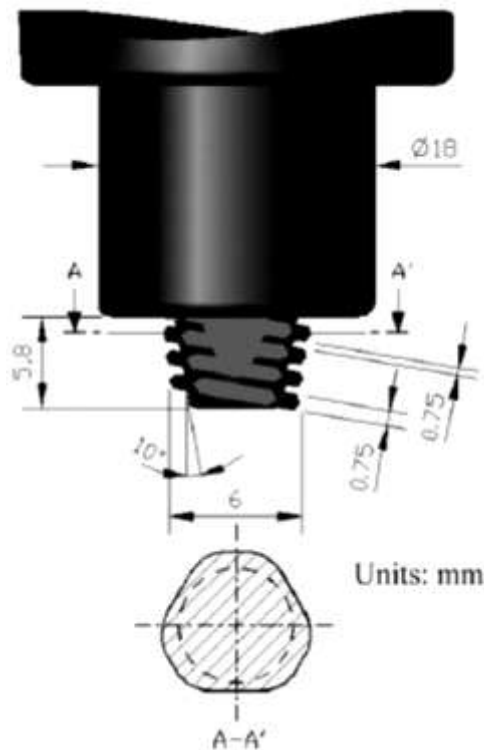


Figura 2.46. Configuración esquemática de la herramienta empleada para el proceso de FSW del compuesto AA2124/SiC ⁽³⁴⁾

Para el análisis de los cambios microestructurales en el botón de soldadura, la zona termomecánicamente afectada y la zona afectada por el calor, se llevaron a cabo estudios por microscopía electrónica de barrido y microscopía óptica. De manera transversal en las uniones, realizaron mediciones de microdureza Vickers con una carga de 9.81N por 30s para determinar el perfil de dureza. En cuanto a la composición química de la matriz y las partículas de carburo de silicio del botón de soldadura se llevó a cabo un

examen de rayos X, por medio de un equipo de SEM equipado con espectroscopia de energía dispersiva de rayos X.

Por medio de microscopía óptica se obtuvo la micro y macroestructura del material compuesto una vez que fue soldado (Figura 2.47), en las cuales se muestra que la microestructura puede ser dividida en 4 zonas: (1) material base, (2) zona afectada por el calor (HAZ), (3) zona termomecánicamente afectada por el calor (TMAZ), y (4) botón de soldadura.

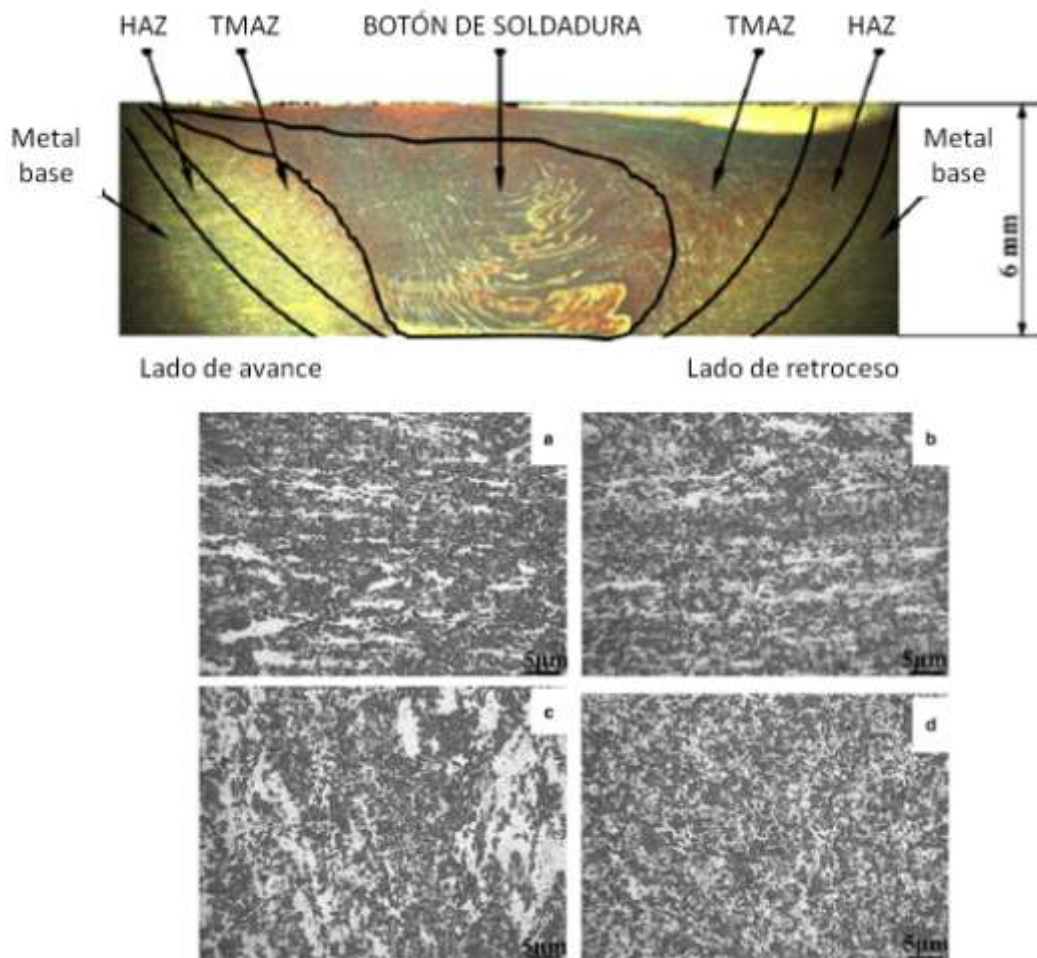
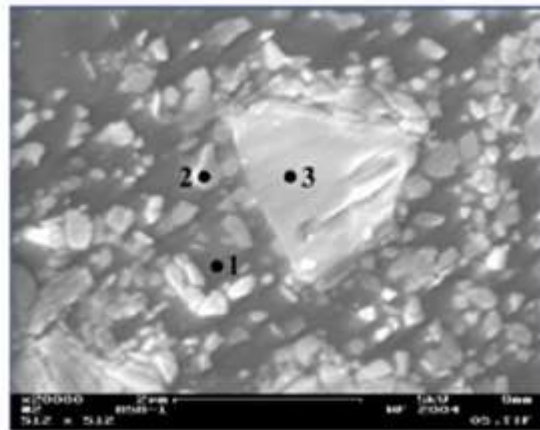


Figura 2.47. Superior: imagen macroscópica de la sección transversal de la unión mostrando las cuatro zonas principales. Inferior: microestructura de a) metal base, b) HAZ, c) TMAZ, d) botón de soldadura. ⁽³⁴⁾

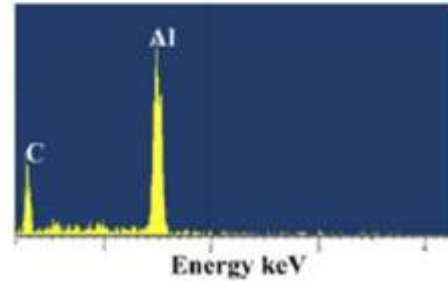
De los resultados obtenidos se pudo observar que la TMAZ fue deformada plásticamente y térmicamente afectada. Esta zona se caracteriza por la rotación por encima de los 90° tanto de los granos elongados de Al, como de las regiones libres de partículas de SiC. La HAZ, por su parte, en el lado de avance exhibió una microestructura similar a la del material base (AA2124/SiC/25p).

En cuanto al botón de soldadura, se observó que mostraba la estructura típica de aros de cebolla. La distribución de las partículas de SiC en esta zona es más homogénea, lo cual sugiere que un reacomodo de las partículas tuvo lugar durante el proceso de soldadura debido a la alta deformación y agitación inherentes al proceso.

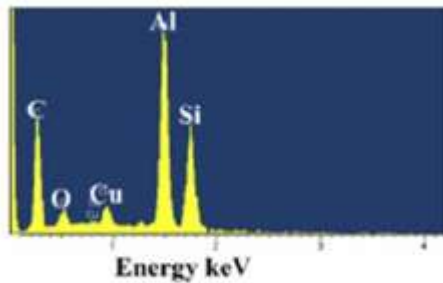
Por otra parte, los análisis realizados por EDX y SEM sugirieron la presencia de dos tipos de partículas de SiC: (1) partículas finas de 0.05 y 0.4 micrones en tamaño, y (2) partículas gruesas de entre 1 y 5 micrones en tamaño (figura 2.47); así como también demostró que los picos de silicio y carbono fueron predominantes en el área del botón de soldadura.



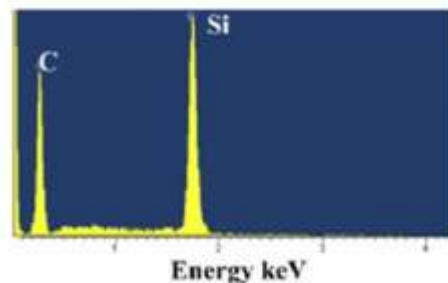
a) Microestructura por SEM del compuesto AA2124/SiC/25p



b) Análisis por EDX tomado del punto 1 en la matriz de aluminio



c) Análisis por EDX tomado del punto 2 representado partículas finas de SiC



d) Análisis por EDX tomado del punto 3 representado partículas gruesas de SiC

Figura 2.48. Microestructura por SEM del botón de soldadura y resultados del análisis por EDX tomados de las localizaciones 1, 2 y 3 de la misma microestructura ⁽³⁴⁾

Por medio del análisis microestructural se detectó la formación de porosidad en la zona de interfaz entre la matriz y las partículas gruesas de SiC localizadas en el botón de soldadura. Dicho fenómeno puede ser atribuible a los altos rangos de agitación ocurridos en el botón de soldadura y es observable en la figura 2.49.

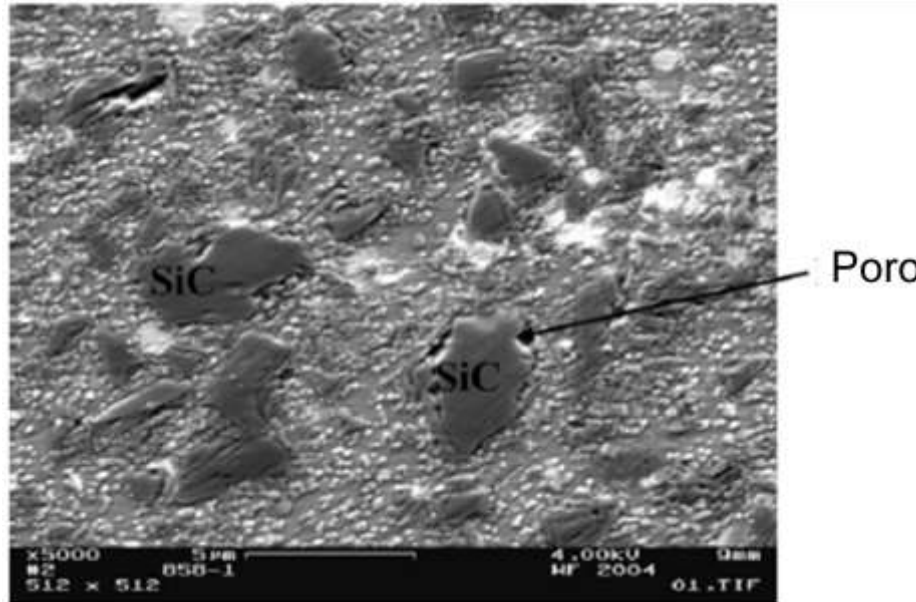


Figura 2.49. Formación de poros alrededor de algunas partículas gruesas de SiC en el botón de soldadura. ⁽³⁴⁾

Así mismo, la examinación por SEM reveló el agrietamiento de algunas de las partículas gruesas de SiC en el botón de soldadura, como se puede observar en la figura 2.50. Esto debido probablemente a la agitación severa de las partículas de SiC dentro de la matriz de aluminio en la zona en cuestión.

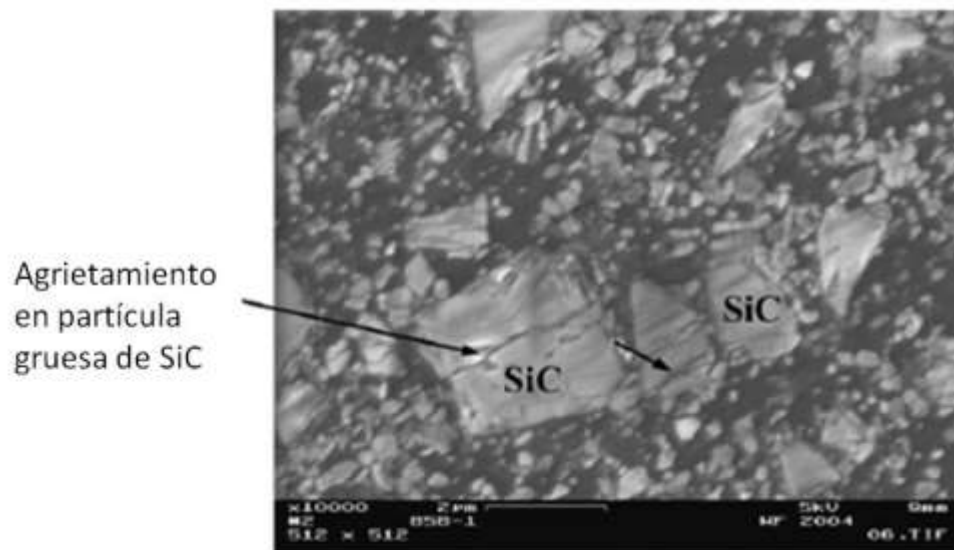


Figura 2.50. Agrietamiento de algunas partículas gruesas de SiC en el botón de soldadura. Micrografía por SEM. ⁽³⁴⁾

En cuanto a los valores de dureza que se obtuvieron mediante un análisis de microdureza (figura 2.51) a lo largo de la sección transversal de la soldadura en la parte superior (1mm de la superficie), en la parte media y en la parte inferior (1mm de la superficie inferior) se encontró que los valores se incrementaban ligeramente en la TMAZ tanto en el lado de avance como en el de retroceso. Dicho incremento de dureza en esta zona es atribuido a la disolución de las partículas de segunda fase y al engrosamiento causado por las condiciones termomecánicas a las cuales se encontró sometido el material.

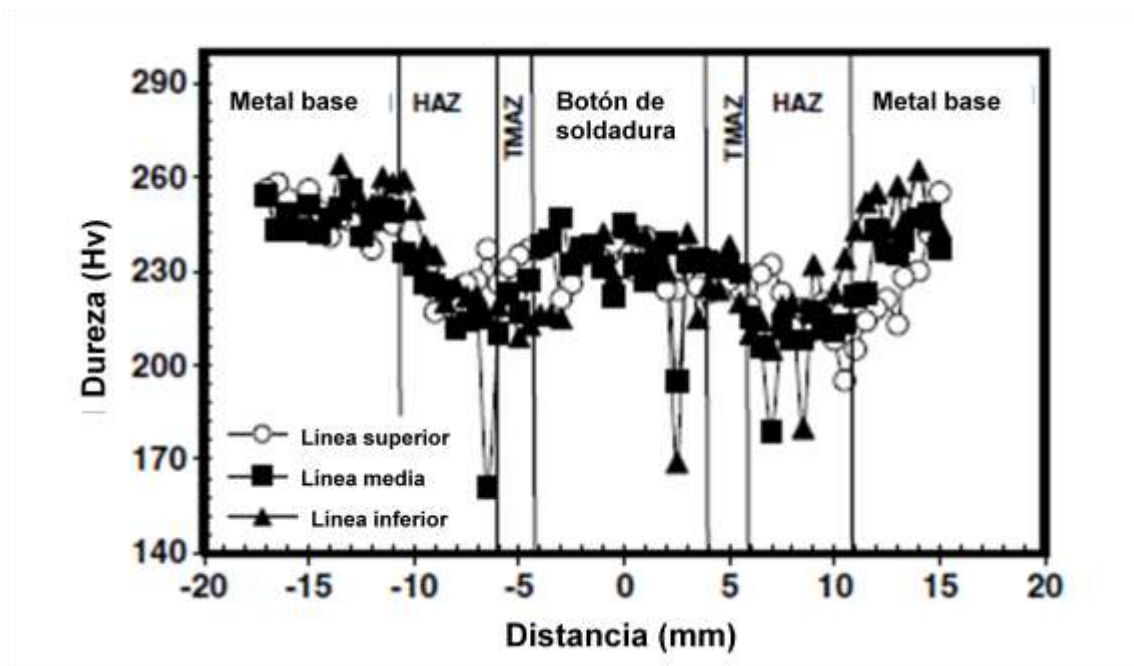


Figura 2.51. Perfil de dureza en la soldadura del material compuesto AA2124/SiC/25p. ⁽³⁴⁾

De la experimentación previamente descrita, Uzun en el 2006 concluyó lo siguiente:

- La microestructura se dividía en cuatro zonas principales: (i) metal base, (ii) zona afectada por el calor, (iii) zona termomecánicamente afectada por el calor, y (iv) botón de soldadura.
- Los análisis por EDX claramente mostraron que tanto el metal base como el botón de soldadura constan de una región de

partículas gruesas y finas de SiC homogéneamente distribuidas. Así como también, que el botón de soldadura exhibe regiones de partículas gruesas de SiC propensas a agrietamiento.

- El material base exhibe un valor de dureza promedio de 250 Hv, mientras que el botón de soldadura presenta un promedio de 240 Hv.

En un trabajo más reciente, Feng y colaboradores ⁽³⁵⁾ en el 2008 emplearon placas de 8 mm de un material compuesto AA2009/15%/SiCp, que fue soldado, al igual que en los casos anteriores por el proceso, FSW bajo los parámetros de 600 rpm y 50 mm/min con una herramienta de acero cuyo hombro tenía por diámetro 24 mm y un pin cilíndrico roscado de 8 mm.

En este trabajo, a diferencia de los estudiados anteriormente, las muestras se sometieron a un tratamiento térmico post-soldadura, PWHT por sus siglas en inglés, el cual consistió en un tratamiento T4 (solubilizado a 502° por 1 h, temple en agua, y envejecido a temperatura ambiente por un mes), con el objetivo de estudiar el efecto del tratamiento en las probetas sometidas a un proceso de fricción. La estructura final se estudió por medio de microscopía óptica (OM), SEM, TEM y DRX.

El análisis por OM, mediante el ataque por una mezcla de ácidos, mostró los característicos aros de cebolla en el botón de soldadura (NZ) en las muestras soldadas. En comparativa con las muestras tratadas se encontró que la estructura de aros no presentaba cambios significativos atribuibles al tratamiento térmico, como se puede apreciar en la figura 2.52.

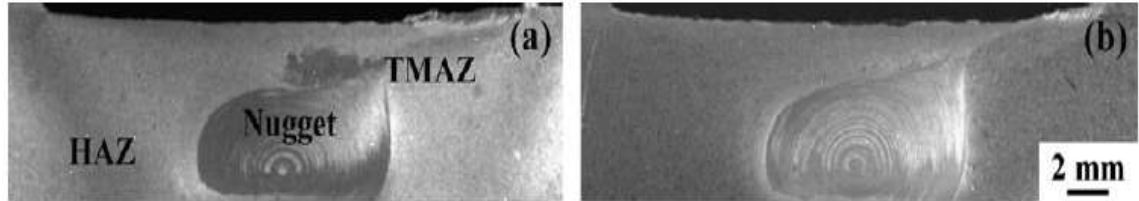


Figura 2.52. Macrografías mostrando la sección transversal de la unión del compuesto AA2009/SiCp. a) en condición FSW, b) en condición de tratamiento térmico. ⁽³⁵⁾

Conjuntamente se encontraron en el metal base (BM), agrupamientos de partículas así como también regiones libres de las mismas, lo que nos habla de una distribución no uniforme de partículas de SiC y granos gruesos (Figura 2.53.a). Una vez soldada la muestra, la dispersión mejoró notablemente y la microestructura se encontraba ahora caracterizada por una distribución homogénea de partículas de SiC y finos granos recristalizados de alrededor de $5\mu\text{m}$ (Figura 2.53.c). Comparado con las partículas alargadas en el compuesto en condición de extrusión (Figura 2.53.b), los bordes y las esquinas de las partículas de SiC en NZ fueron claramente suavizadas y algunas micro-grietas fueron detectadas en ciertas partículas de SiC, sobre todo en aquellas que presentaban un tamaño mayor (Figura 2.53.d). Por lo demás, el tamaño de las partículas de SiC disminuyó después de la soldadura, desde $5.4\mu\text{m}$ hasta $4.2\mu\text{m}$ en NZ en condición de FSW. Mientras que en el T4 se encontró con un crecimiento de grano en NZ hasta $8\mu\text{m}$ (Figura 2.53.e) y un decremento en el número de partículas finas de SiC (Figura 2.53.d y f).

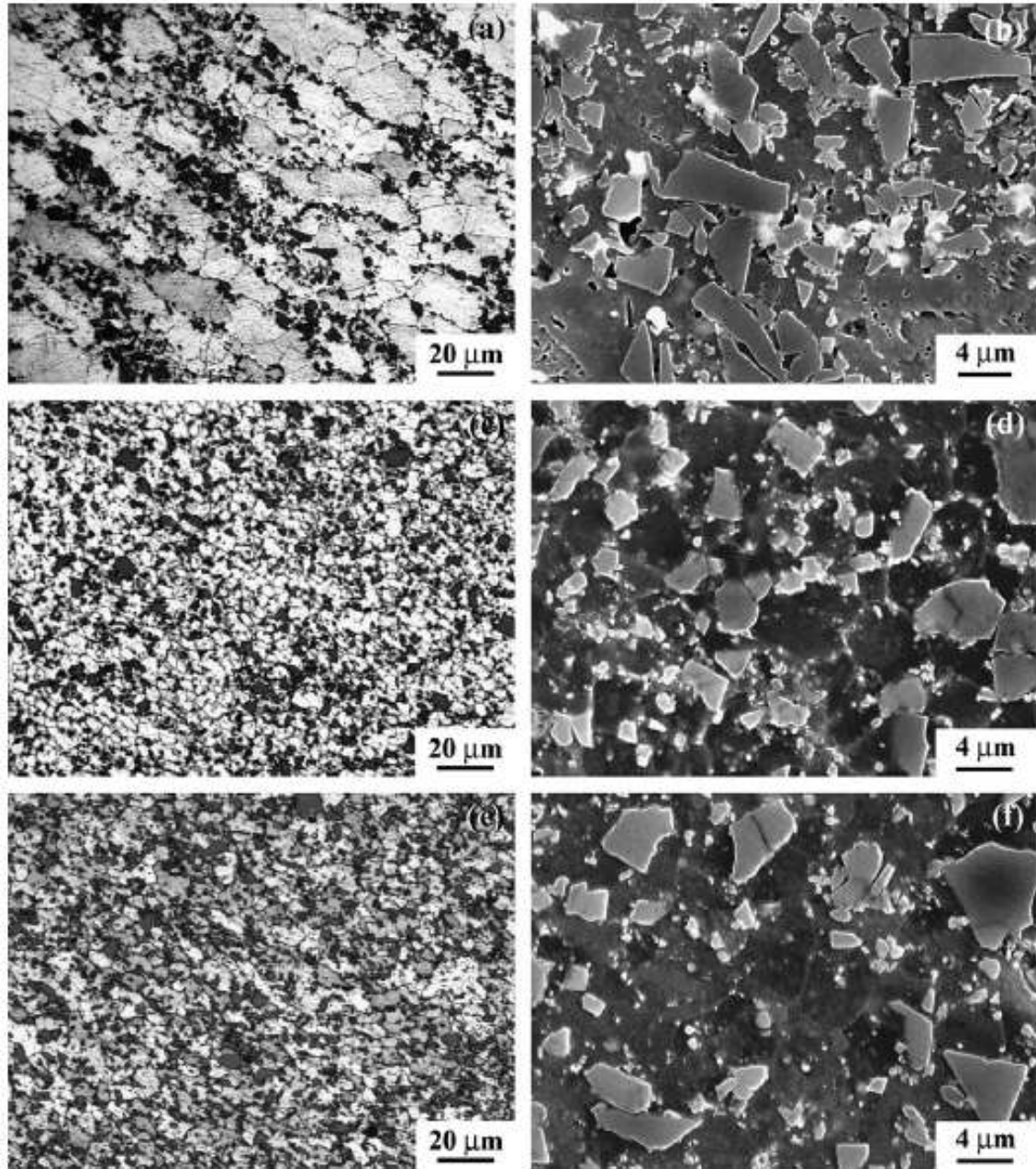


Figura 2.53. Microestructura del compuesto AA2009/SiC: (a) y (b) metal base, (c) y (d) botón de soldadura en condición de FSW, (e) y (f) botón de soldadura en condición T4; (a) (c) (e) OM y (b) (d) (f) SEM. ⁽³⁵⁾

En una vista magnificada de los aros de cebolla en NZ se encontró que estos consistían de bandas ricas en partículas (figura 2.54), donde se identificó por medio de EDS que dichas partículas eran fases de Al-Cu-Fe-Mg y Al-Cu-Fe, como se muestra en la tabla 2.2.

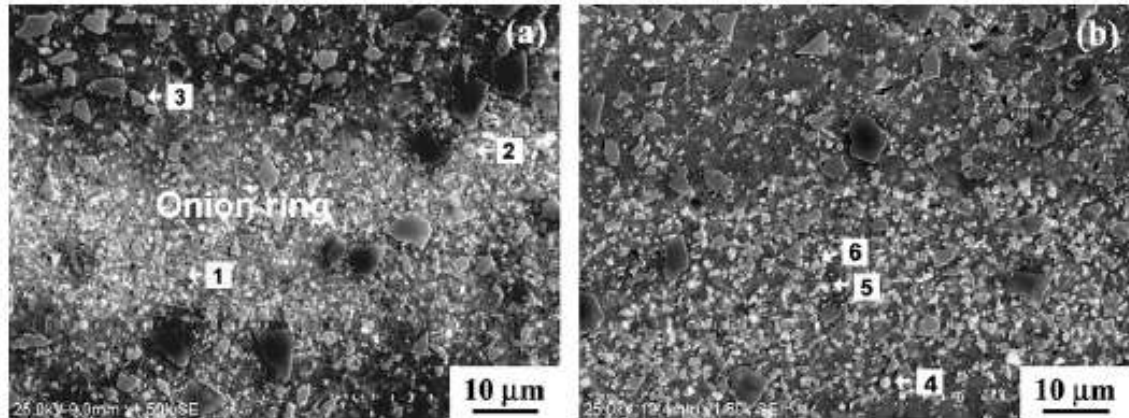


Figura 2.54. Micrografía mostrando las bandas ricas en partículas de los aros de cebolla en el NZ del compuesto soldado: (a) condición FSW, (b) condición T4. ⁽³⁵⁾

Tabla 2.2. Resultados del análisis por EDS de la figura 2.54. ⁽³⁵⁾

Localización	Al	Cu	Mg	Fe
1	77.65	9.44	1.23	11.68
2	88.80	8.51	1.20	1.49
3	91.86	6.78	1.35	-
4	79.57	16.02	1.20	3.21
5	69.07	23.81	-	7.12
6	68.10	25.30	1.30	5.30

Por su parte, el análisis por XRD (Figura 2.55) en el material base se encontró la presencia de Al_2CuMg , CuAl_2 y $\alpha\text{-SiC}$ en adición al Al. Mientras tanto, en NZ del compuesto, en condición FSW, se encontró además de picos de Al, CuAl_2 y $\alpha\text{-SiC}$, líneas de difracción de Cu_2FeAl_7 , lo cual indica la formación de dicha fase por efecto del proceso FSW.

Comparado con el compuesto base, los picos de difracción de CuAl_2 decrecen en NZ, lo cual indica la disolución parcial de esta fase; mientras que en la HAZ los patrones de difracción fueron muy similares a los del compuesto base. La intensidad de las difracciones de CuAl_2 en NZ después del tratamiento térmico fue notablemente reducida; sin embargo, se observó la aparición de los picos de difracción correspondientes a la fase Al_2CuMg .

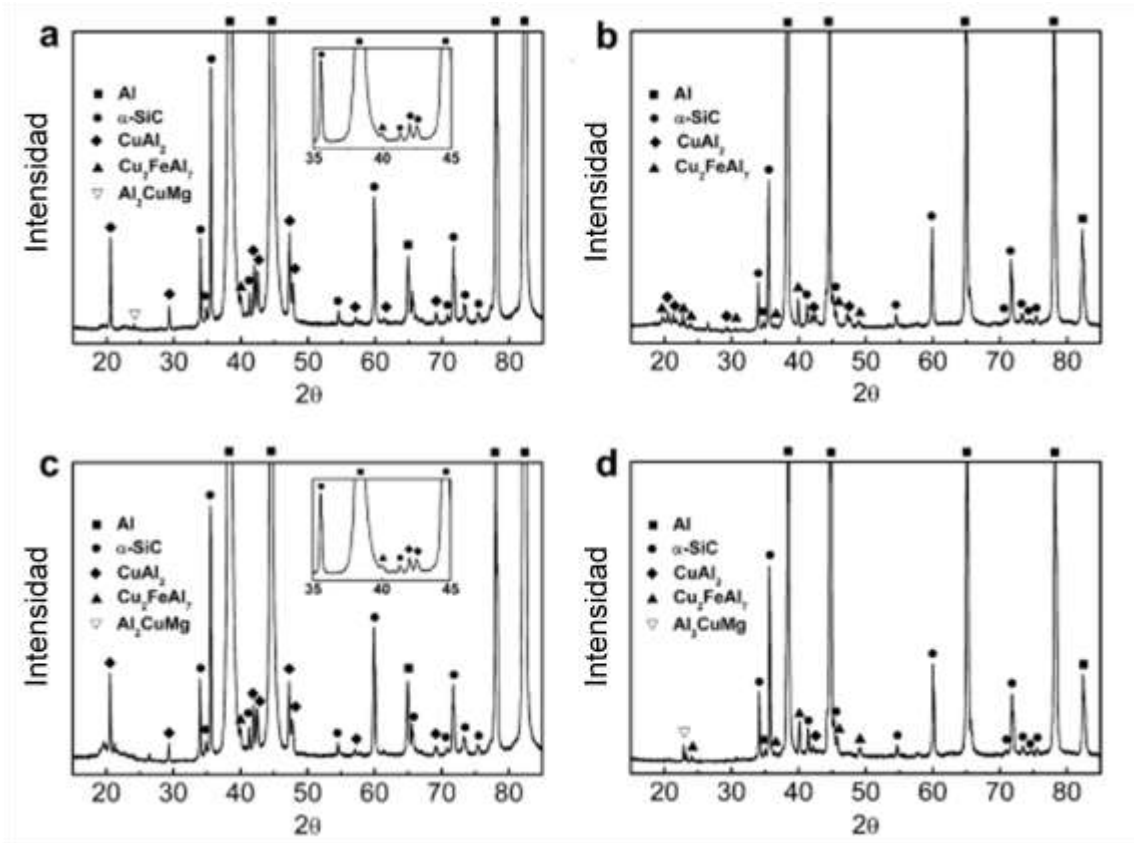


Figura 2.55. Patrones de difracción de rayos X: (a) Compuesto base, (b) botón de soldadura en condición de FSW, (c) zona afectada por el calor en condición FSW, (d) botón de soldadura en condición T4. ⁽³⁵⁾

Por medio de TEM (Figura 2.56) se encontró que en el compuesto base los precipitados gruesos con morfología acicular estaban claramente presentes, los cuales fueron identificados como fase θ CuAl_2 ; no obstante, posterior al proceso de FSW, los precipitados aciculares θ desaparecen en NZ, y en cambio se observó la presencia de precipitados finos dentro de los granos identificados como fase θ'' CuAl_2 , la cual es bien conocida por ser uno de los precipitados de endurecimiento de mayor injerencia en la aleaciones Al-Cu-Mg. Una vez realizado el tratamiento térmico, el número de precipitados θ'' en NZ se incrementa; mientras tanto, las partículas finas aciculares S' (Al_2CuMg) se hicieron visiblemente presentes.

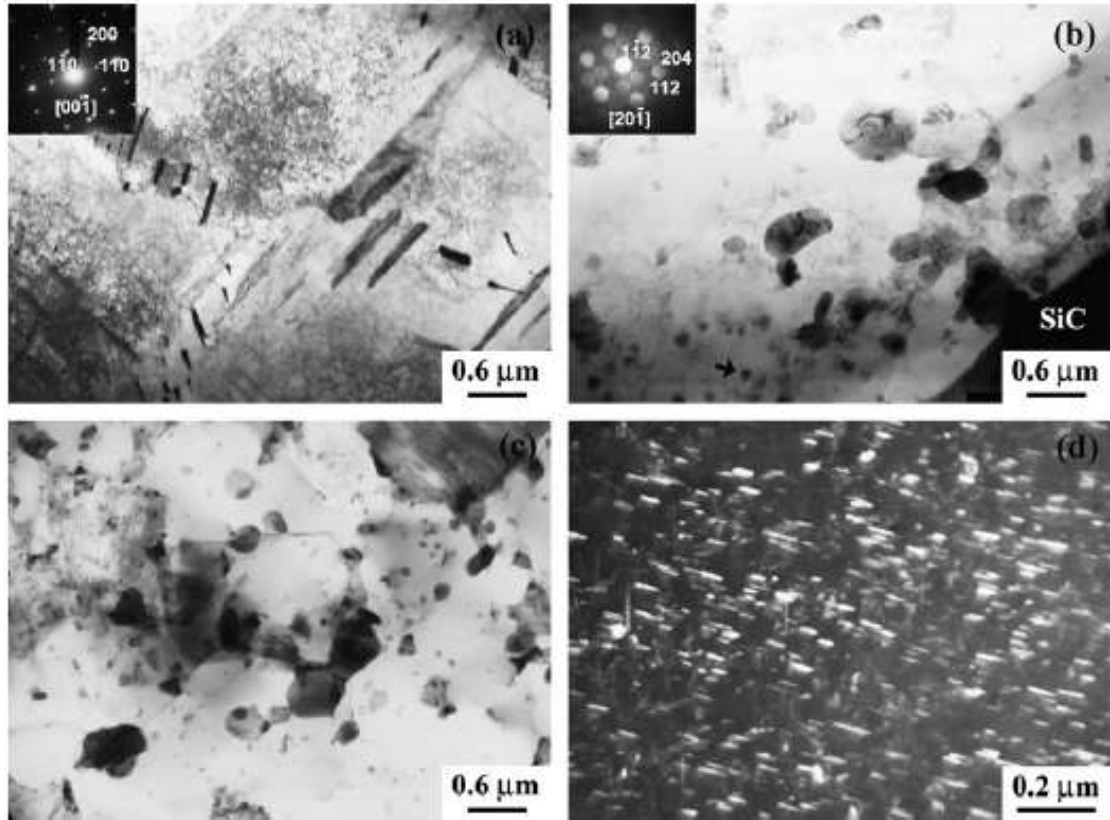


Figura 2.56. Micrografías por TEM mostrando la distribución de precipitados en (a) compuesto base, (b) NZ en condición FSW, (c) y (d) NZ en condición T4. ⁽³⁵⁾

Para el análisis de la superficie de fractura, la figura 2.57 muestra las superficies longitudinales de las muestras en condición T4 y de FSW. La fractura para la condición T4 se caracteriza por micro hoyuelos y líneas de desgarre, mientras que los desprendimientos de partículas y fisuras fueron raramente observables. Sin embargo, para las muestras soldadas en condición T4, se encontró un mayor número de desprendimiento de partículas de SiC y fisuración. La retrodispersión de electrones por SEM indicó que este desprendimiento estaba asociado con pequeñas partículas blancas adyacentes a las partículas. El EDS de estas partículas reveló que contenían altos porcentajes de Cu y Fe (Cu: 24.96%, Fe: 12.32%), indicando que estas pequeñas partículas blancas no eran otra cosa que la fase Cu_2FeAl_7 .

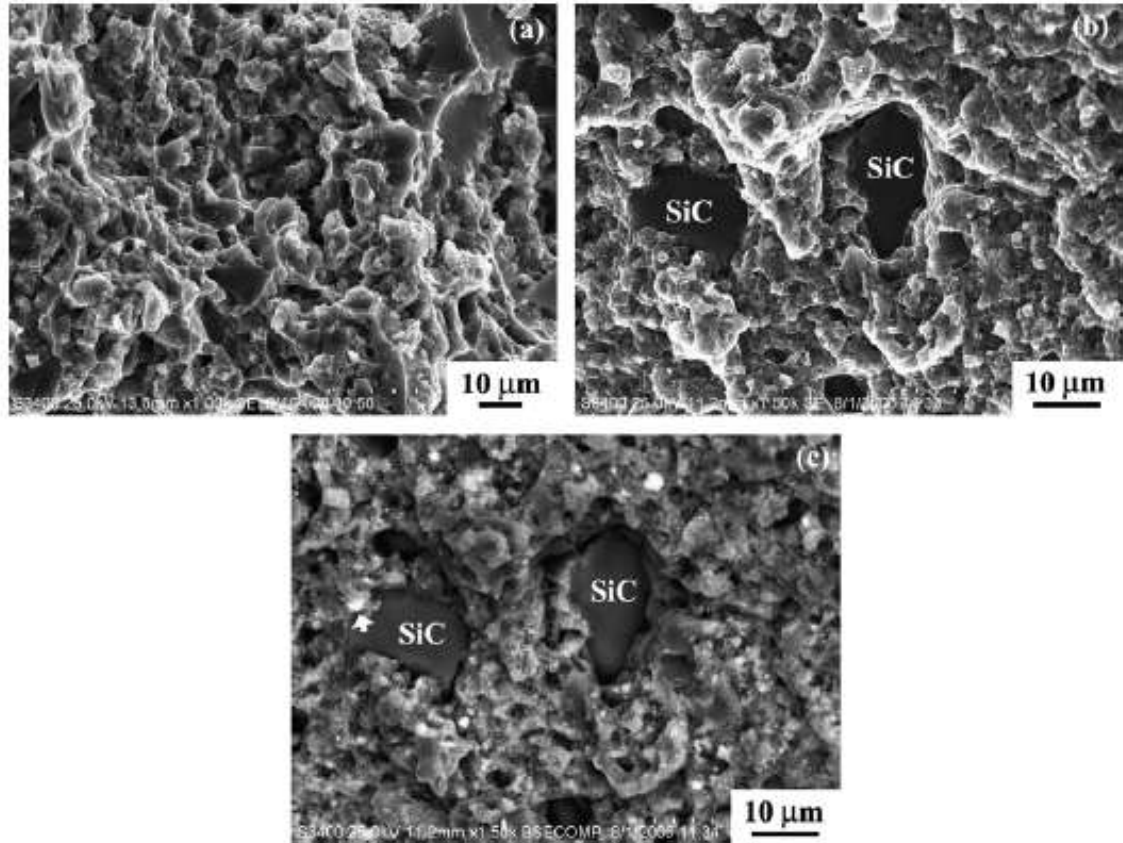


Figura 2.57. Imágenes por SEM mostrando las superficies de fractura longitudinales del compuesto en condición T4. (a) metal base, imagen de electrones secundarios (SEI), (b) muestra FSW, SEI, (c) muestra FSW, imagen de electrones retrodispersados (BEI).⁽³⁵⁾

Contrastando con el trabajo de Uzun en 2006⁽³⁴⁾, donde se encontró que la microestructura en los aros del material compuesto SiCp/2124 Al en NZ consistía de partículas finas de SiC segregadas en el interior de las bandas y exhibía regiones con una alta concentración de partículas finas de SiC, en el presente trabajo el análisis por SEM reveló que los aros de cebolla en NZ consistían en bandas ricas en partículas finas, y las partículas de SiC no se segregan en los aros de cebolla. Una posible razón para este fenómeno es que alto gradiente de agitación no fue el suficiente para segregar las grandes partículas de SiC de las bandas de alta densidad de partículas. Después del proceso FSW, la distribución de partículas mostró una mejora notable debido a la intensa deformación plástica y mezcla del material. El pin rotatorio produjo un efecto de quiebre en las partículas de SiC, causando un desvanecimiento de las

esquinas y bordes afilados de las partículas mayores y la fisuración de algunas de estas, por ende, el tamaño de las partículas se vio disminuido.

Únicamente cuando el tamaño de la partícula es menor a $0.1\mu\text{m}$ y el espacio entre partículas es menor a $1.5\mu\text{m}$ la recristalización puede ser inhibida, debido a que la estructura de dislocación es anclada y estabilizada por las partículas. Siendo así, existe el espacio suficiente para la matriz del compuesto para recristalizar en el NZ. Los granos finos y equiaxiales de $\sim 5\mu\text{m}$ en NZ del compuesto en condición de FSW fueron mucho menores que los encontrados en el compuesto base. Esto nos indica que un proceso de recristalización dinámica se llevó a cabo en el botón de soldadura durante el proceso de soldadura.

El presente estudio indica que es posible la unión de un material compuesto AA2009/SiCp en condición suave por el proceso de FSW y posteriormente endurecer la unión con un tratamiento térmico post- soldadura que no efectúa cambios microestructurales significativos en el material compuesto previamente soldado. ⁽³⁵⁾

CAPÍTULO III

DISCUSIÓN Y ANÁLISIS DE BIBLIOGRAFÍA

Los procesos de unión consisten uno de los pasos críticos y de mayor importancia en la industria debido a las implicaciones mecánicas, metalúrgicas, de proceso y costo que representan. Dicho esto se torna común pensar que el desarrollo de un proceso de unión adecuado para los materiales compuestos se vuelve cada vez más necesario.

Es así como la introducción de los procesos de arco aparece en escena para estos materiales, arrojando resultados no tan deseables. Debido a la alta viscosidad del compuesto fundido, la salida de gases generados por el proceso se dificulta, provocando porosidad. Sin mencionar que la diferencia en propiedades entre una aleación base relativamente más suave en contraste con el refuerzo provoca que la matriz entre al estado líquido más rápidamente que el refuerzo, demostrando que los procesos de arco convencionales no son adecuados para esta aplicación.

Una posible solución a este problema surge en 1991 en el Instituto de la Soldadura (TWI), un proceso de soldadura que no llega hasta la temperatura de fusión y que se vale en principio del calor generado por la fricción de un hombro rotatorio y la agitación del material plastificado por un pin; la ausencia de una zona de fusión, así como también un alto porcentaje de recristalización

colocaban el proceso de soldadura por fricción como candidato viable en la solución del problema de la soldadura de los materiales compuestos.

Sin embargo, las características propias del proceso generan una estructura caótica de difícil análisis, sin mencionar que las variables tales como velocidad de rotación, presión, ángulo de inclinación y diseño de la herramienta podrían llegar a afectar de manera adversa el material compuesto. El flujo de material y la microestructura se volvieron de las principales incógnitas a resolver en el proceso, valiéndose de potentes reactivos químicos que revelaran las diferentes transformaciones derivadas de los procesos de recuperación, recristalización, disolución y precipitación, hasta partículas fluorescentes o radioactivas y polvos cumpliendo la acción de marcadores rastreables que permitirán la reproducción de un patrón de flujo.

Otra de las características que dificulta el entendimiento de este proceso es que la soldadura por fricción, al no llegar a temperaturas de fusión, es regido por procesos difusivos en estado sólidos, los cuales, a diferencia de la difusión en estado líquido característica en los procesos de arco, implica transformaciones diferentes y una cinética de transformación que resulta complicada y en muchas ocasiones de resultados inesperados.

Como se ha podido notar hasta el momento, en el proceso de soldadura por fricción de materiales compuestos existen muchos fenómenos que requieren ser observados, fenómenos de carácter crítico y que representan un punto de inflexión entre un desempeño óptimo del material y el fracaso de su aplicación u operación, es de esta manera que las técnicas de caracterización microestructural se tornan de gran importancia.

Si bien es verdad que con el paso de los años se han desarrollado un gran número de técnicas de análisis microestructurales, son algunas las que constituyen los análisis básicos y esenciales con los que se puede obtener la

información necesaria para el correcto análisis de las soldaduras: la microscopía óptica (MO), la microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía electrónica de transmisión (TEM), difracción de rayos X (XRD) y la microscopía de electrones retrodispersados (EBSD). Algunas de las características principales de dichas técnicas se encuentran recapituladas en el anexo A.

En las investigaciones recientes ⁽³³⁾ ⁽³⁴⁾ ⁽³⁵⁾ se han encontrado similitudes entre los resultados obtenidos por las mismas; todas concuerdan en la presencia de partículas tanto finas como gruesas de SiC dentro del botón de soldadura combinadas con una estructura de grano fino equiaxial recristalizado; mientras que en la TMAZ la estructura se torna más heterogénea y de morfología acicular conllevando a un aumento en la dureza del material que contrasta con la HAZ donde la estructura se muestra muy similar al material base por lo que las propiedades de esta zona concuerdan con las descritas con el material original. Los autores han encontrado agrietamiento de las partículas mayores de SiC en el botón de soldadura debido a la deformación y agitación que se presenta en el proceso.

Otro inconveniente claramente observado es el alza en la dureza en la TMAZ causada principalmente por la formación de precipitados de endurecimiento coherentes con la matriz que provocarían la ruptura en esta zona bajo cierto nivel de esfuerzos, los cuales aunados a importantes rangos de porosidad encontrados en la interfaz Al/SiC en el botón de soldadura podrían causar la falla del material bajo condiciones de servicio.

La formación de los productos de reacción constituye otro de los fenómenos de atención en este proceso. La correcta identificación tanto de precipitados intermedios (Al_2CuMg), compuestos no solubles (Cu_2FeAl_7), segundas fases (Al_4C_3) y precipitados de endurecimiento θ'' es de vital importancia para definir y relacionar el comportamiento mecánico del

compuesto soldado, por lo que el uso de reactivos de ataque para su caracterización que contengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, ácido pícrico, NaOH , HNO_3 , HCl y HF , elementos encontrados en los reactivos señalados en el anexo B.

Las aleaciones de aluminio empleadas como matriz en los materiales compuestos soldados presentan elevados porcentajes de cobre y muy bajas concentraciones de magnesio y silicio, lo que puede afectar la mojabilidad que existe entre las partículas cerámicas de carburo de silicio y la matriz metálica de aluminio, lo que repercutiría de manera directa en la generación de porosidad en la interface entre las mismas, agravada en cierto grado por los altos rangos de agitación inherentes al proceso de soldadura por fricción.

Tomando en cuenta que el magnesio disminuye tanto la tensión superficial del aluminio como el ángulo de contacto, sin mencionar que su afinidad con el oxígeno es mayor que la que posee el aluminio, y en vista que la falta de mojabilidad es debido a una capa de óxido que se genera en la superficie del mismo, una mejora en dicha propiedad de adherencia del material sería claramente una de las consecuencias del incremento en el porcentaje de magnesio en la aleación base. Por otra parte el silicio en rangos del 7 al 15% previene o evita la formación de la fase Al_4C_3 , misma que fragiliza la interface.

CAPÍTULO IV

CONCLUSIONES

En base a la literatura revisada se puede concluir lo siguiente:

- Tomando en cuenta la naturaleza del proceso de soldadura por fricción y los productos de reacción obtenidos del mismo, así como también las características microestructurales desarrolladas, se recomienda el uso de la microscopía óptica como análisis inicial y complementariamente la realización de un análisis por microscopía electrónica de barrido.
- Para los materiales compuestos de matriz metálica de aluminio, específicamente, se recomiendan reactivos como Keller, Weck, Klemm y Beraha que contienen los elementos necesarios para revelar tanto el perfil de soldadura como productos específicos de reacción.
- Velocidades de avance menores a 50 mm/min presentan tendencia a generar porosidad en la interfaz matriz/cerámico, por lo que velocidades de avance en el orden de 100 a 130 mm/min son recomendadas junto con velocidades de rotación entre 800 y 900 rpm.

- La aleación base de aluminio para el material compuesto reforzado con partículas de carburo de silicio podría presentar un mejor comportamiento ante la porosidad generada por la soldadura si se incrementa la mojabilidad del material, aumentando los porcentajes tanto de magnesio hasta alrededor de un 10% y silicio de entre 10% y 15%.

BIBLIOGRAFÍA

1. **Aguilar-Cortés E., Hung W., Pech M., Acevedo J., García F.** *Estudio de la soldabilidad de compuestos avanzados de matriz de aluminio reforzados con fibrillas de grafito (CMM Al/Gr) unidos mediante láser pulsado de Nd:Yag.*. Saltillo, Coahuila : s.n., 2010.
2. **González, Carlos.** Análisis Madrid. [En línea] 24 de Febrero de 2009. [Citado el: 01 de Diciembre de 2011.] <http://www.madrimasd.org/informacionIdi/analisis/analisis/analisis.asp?id=38324>.
3. **Donaldson Steven L., Miracle Daniel B.** *ASM Handbook Volumen 21*. s.l. : ASM International, 2001.
4. **Varvani-Farahani, Ahmad.** *Composite Materials: Characterization, Fabrication and Application- Research Challenges and Directions*. 63-67, Toronto, Canadá : Springer Science, 2009, Vol. XVII.
5. **Attallah, Moataz.** Friction Stir Welding Process Modelling & Microstructure. *Friction Stir Welding of Aluminum Alloys. Microstructure- Property Development*. Saarbrücken, Alemania : LAP LAMBERT Academic Publishing GmbH & Co. KG, 2011.
6. **Rai R., Bhadeshia H. K. D. H., DebRoy T.** *Review: friction stir welding tools*. 04, Cambridge, Inglaterra : Science and Technology of Welding and Joining, 2011, Vol. 16.
7. **Hirsch, Jürgen.** *aluMatter. Materials and Weldability. Friction Stir Welding*. [En línea] The University of Liverpool, 2010. [Citado el: 10 de Enero de 2012.] <http://aluminium.matter.org.uk/content/html/eng/default.asp?catid=205&pageid=2144416864>.
8. **Salem, H. G.** *Friction stir weld evolution of dynamically recrystallized AA 2095*. s.l. : Scripta Materialia, 2003, Vol. 49.
9. **Nandan R., DebRoy T. and Bhadeshia H. K. D. H.** *Recent Advances in Friction Stir Welding – Process, Weldment, Structure and Properties*. 52, Pensilvania, Estados Unidos : Progress in Materials Science, 2008.
10. **Peel M. J., Steuwer A., Withers P. J., Dickerson T., Shi Q., and Shercliff H.** *Dissimilar friction stir welds in AA5083-AA6082. part i: Process parameter effects on thermal history and weld properties*. 37, s.l. : Metallurgical and Materials Transactions, 2006, Vol. VII.
11. **Sato Y., Urata M., and Kokawa H.** *Parameters controlling microstructure and hardness during friction-stir welding of precipitation-hardenable aluminum alloy 6063*. 33, s.l. : Metallurgical & Materials Transactions A, 2002, Vol. III.
12. **Seidel T. U., Reynolds A.P.** *Visualization of the material flow in AA2195 friction-stir welds using a marker insert technique*. s.l. : Metallurgical and Materials Transactions A, 2001, Vol. 32.
13. **London, B; Mahoney, M; Bingel, W; Calabrese, M.** *Material flow in friction stir welding monitored with Al-SiC and Al-W composite markers*. San Diego, CA : Friction Stir Welding and Processing II, 2003.
14. **Li, Y, Murr, L E y McClure, J C.** *Flow visualization and residual microstructures associated with the friction stir welding of 2024 aluminum to 6061 aluminum*. s.l. : Materials Science and Engineering A, 2000, Vol. 271.
15. **Doherty, R. D.; Hughes, D. A.; Humphreys, F. J.; Jonas, J. J.; Jensen, D. J.; Kassner, M. E.; McNelley, T. R.; King, W. E.; McQueen, H. J.; Rollet, A. D.** *Current issues in recrystallization: a review*. s.l. : Materials Science and Engineering A, 1997, Vol. 238.
16. **Su, J. Q.; Nelson, T. W.; Mishra, R.; Mahoney, M.** *Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminum*. s.l. : Acta Materialia, 2003, Vol. 51.
17. **Fonda, R. W., Bingert, J. F. y Colligan, K. J.** *Development of grain structure during friction stir welding*. s.l. : Scripta Materialia, 2004, Vol. 51.
18. **Prado, R. A.; Murr, L. E.; Soto, K. F.; McClure, J. C.** *Self-optimization in tool wear for friction-stir welding of Al6061+20% Al₂O₃ MMC*. A349, s.l. : Mater. Sci. Eng A, 2003, Vols. 1-2.
19. **Fernández, G. J. y Murr, L. E.** *Characterization of tool wear and weld optimization in the friction-stir welding of cast aluminum 359+20% SiC metal-matrix composite*. 1, s.l. : Materials Characterization, 2004, Vol. 52.
20. **Callister, William D.** Chapter 5. Diffusion. *Materials Science and Engineering 7th ed.* United States of America : John Wiley & Sons, Inc., 2007.
21. **Poirier, D. R. y Geiger, G. H.** *TRANSPORT PHENOMENA IN MATERIALS PROCESSING*. Warrendale, Pennsylvania : The Minerals, Metals & Materials Society, 1994. ISBN 978-0-8733-9272-3.

22. **Louthan, M.** Metallographic Techniques; Optical Metallography. [aut. libro] American Society for Metals. *ASM Handbook Materials Characterization*. United States of America : ASM International, 1998.
23. **Vander Voort, George F.** Metallographic techniques. Optical Microscopy. [aut. libro] American Society for Metals. *ASM Handbook. Metallography and Microstructures*. United States of America : ASM International, 1998.
24. **Monje, I E, Louis, E y Molina, J M.** *Aluminum/diamond composites: A preparative method to characterize reactivity and selectivity at the interface*. 10, Alicante, España : Elsevier, 2012, Vol. 66.
25. **Farnsworth, Paul B.** Optical and X-Ray spectroscopy. [aut. libro] American Society for Metals. *ASM Metals Handbook volume 10, Materials Characterization*. USA : ASM International, 1998.
26. **Schwartz, Adam J., Kumur, Mukul y Adams, Brent L.** *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. New York : Plenum Publishers, 2000. ISBN 0-306-46487.
27. **Knipe, Loyd.** EBSD images of cataclastic fault rock evolution. [En línea] *Journal of Structural Geology*, 2000. [Citado el: 30 de Abril de 2012.]
<http://www.see.leeds.ac.uk/structure/assynt/skiagebsd.htm>.
28. **Ceniceros, M. A., Martínez, G. T. y Ponce, A.** *PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA TEM MEDIANTE UN SISTEMA DE DOBLE HAZ (SEM/FIB)*. Saltillo, Coahuila : Asociación Mexicana de Microscopía, 2010.
29. **Somasekharan, A. C. y Murr, L. E.** *Characterization of complex, solid-state flow and mixing in the friction-stir welding (FSW) of aluminum alloy 6061-T6 to magnesium alloy AZ91D using color metallography*. 41, El Paso, Texas : Springer, 2006.
30. **Ghorbani, M. R., Emamy, M. y Nemati, N.** *Microstructural and mechanical characterization of Al-15%Mg2Si composite containing chromium*. 32, Tehran, Iran : Elsevier, 2011.
31. **Hernández, J. L.; Martínez, R.; Cruz, J. J.; Ornelas, C.; Elias, C.** *Caracterización por MET de materiales compuestos fabricados por metalurgia de polvos con matriz de grafito y reforzados con grafito*. Morelia, Michoacán : Asociación Mexicana de Microscopía, 2010.
32. **Guo, J.; Amira, S.; Gougeon, P.; Chen, X. -G.** *Effect of the surface preparation techniques on the EBSD analysis of a friction stir welded AA1100-B4C metal matrix composite*. 62, Québec, Canada : Elsevier, 2011.
33. **Duman, Yahya Bozkurt and Serdal.** *The effect of welding parameters on the mechanical and microstructural properties of friction stir welded dissimilar AA 3003-H24 and 2124/SiC/25p-T4 alloy joint*. 17, Estambul, Turquía : Scientific Research and Essays, 2011, Vol. VI. ISSN 1992-2248.
34. **Uzun, Hüseyin.** *Friction stir welding of SiC particulate reinforced AA2124 aluminum alloy matrix composite*. Sakarya, Turkey : Elsevier, 2006, Vol. 28.
35. **Feng, A. H., Xiao, B. L. y Ma, Z. Y.** *Effect of microstructural evolution on mechanical properties of friction stir welded AA2009/SiCp composite*. China : Elsevier, 2008, Vol. 68.
36. **Aguilar-Martínez, J. A. y Hernández, M. B.** *La infiltración no asistida como una técnica de procesamiento de compósitos Al-Mg-Si/SiC*. 5, Nuevo León, México : Revista Mexicana de Física, 2008, Vol. 54.
37. **Rodríguez-Reyes, M., Pech-Canul, M. y Parras-Medecigo, E. E.** *Efecto de la temperatura sobre el contenido de magnesio en la aleación y la infiltración no asistida de preformas de SiCp por aleaciones de aluminio*. Saltillo, Coahuila : Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, 2000.

ANEXOS

Anexo A. Tabla comparativa de técnicas de caracterización

TÉCNICA	HERRAMIENTA	MATERIALES	VENTAJAS	DESVENTAJAS	PREPARACIÓN DE MUESTRA	APLICACIONES
MO	Microscopio óptico	Metales	Sencillo	Límite de resolución de 1µm	1. Corte	Historia de fabricación
		Cerámicos	Económico	Profundidad de campo limitada	2. Montaje	Influencia de tratamiento térmico
		Compuestos	Rápido	No arroja datos de composición química	3. Limpieza	Integridad de soldadura
		Mat. Geológicos	Cualitativo	No se puede analizar cristalografía	4. Desbaste	Análisis de falla
			Cuantitativo		5. Pulido	Caracterización del efecto de la ruta de procesamiento en microestructura y propiedades
			6. Ataque químico			
SEM	Microscopio electrónico de barrido	Metales	Fácil operación	Solo para muestras sólidas	1. Corte	Análisis de superficies de fractura
		Cerámicos	Interfaces intuitivas para el operador	Tamaño limitado a 10 cmx40mm	2. Montaje	Circuitos integrados
		Compuestos	Poca preparación de muestra	Requiere una cámara de vacío	3. Tratamiento superficial	Productos de corrosión
		Polímeros	Rápida adquisición de datos	Materiales propensos a desgasificación a bajas presiones	4. Recubrimiento conductivo	Materiales en polvo
		Semiconductores	Formatos digitales de información	Elementos ligeros o con números atómicos menores	5. Ataque químico*	Estudios de deformación
		Minerales		Baja energía de resolución		Orientación de cristales
				Baja sensibilidad a elementos en poca cantidad		Identificación química
		Requiere recubrimiento conductivo		Defectos e impurezas internos		
TEM	Microscopio electrónico de transmisión	Metales	Magnificaciones mayores	Equipo grande	1. Corte	Heterogeneidades en los cristales
		Compuestos	Alta calidad de imagen	Costoso	2. Pulido	Defectos lineales y precipitados
		No metales	Información detallada	Difícil preparación de muestra	3. Adelgazamiento químico	Identificación cualitativa de fases
		Polímeros	Analiza forma, tamaño y estructura	Operación de equipo y análisis de datos requieren de capacitación previa	4. Fabricación de la oblea	Orientaciones
		Compuestos orgánicos	Análisis focalizado	Muestras limitadas a aquellas que sean atravesadas por electrones	5. Corte	Estructura y textura
				Muestras muy pequeñas	6. Perforación	Análisis de fracturas
				Imágenes en blanco y negro	7. Electropulido/ Láser de iones	Productos de tamaño microscópico
				Requiere de un espacio especial		Análisis de topografía
		Requiere de mantenimiento constante				

Anexo A. Tabla comparativa de técnicas de caracterización (continuación)

XRD	Difractómetro de rayos X	Fluidos	Preparación de muestra simple	No para elementos con número atómico menor a 11	1. Corte	Identificación cualitativa de composición química	
		Metales	Análisis cualitativo y cuantitativo		2. Planicidad de una de las caras	Análisis cuantitativo de compuestos cristalinos	
		Polímeros	De fácil acceso	No apto para películas delgadas		Tamaño de cristales	
		Cerámicos	Simple	Detección limitada		Determinación de coeficiente de dilatación térmica	
		Semiconductores	Equipo no muy grande	Requiere de patrones de indexación		Simetría de cristales	
					Obtención de parámetros de red		
EBSD	Microscopio electrónico de barrido con detector de EBSD	Metales	Modo automático y manual	Tamaño de muestra limitado a la cámara de SEM	1. Corte	Análisis de textura para control de calidad, formabilidad y propiedades eléctricas y magnéticas	
			Imagen en 3D			2. Montaje	Conteo de austenita y ferrita retenida
			Muestras mayores que en TEM		Contacto eléctrico no óptimo	3. Desbaste	Medición de espesor de textura
		Minerales	Análisis de áreas mayores	Carga de la muestra es requerida	4. Pulido	Medición, análisis y orientación de segundas fases	
			Cerámicos	Equipo relativamente barato en comparación con TEM	Fácil deformación en la superficie	5. Sílica Coloidal	Medición de tamaño de grano
				Datos específicos	Limpieza previa a examinación	6. Limpieza final	Desarrollo de dispositivos de película delgada
		Semiconductores					Estudios de recristalización
							Orientación de cristales
							Medición y distribución de desorientaciones en límites de grano
							Medición y distribución de deformación
Materiales inorgánicos cristalinos					Identificación de fases		

Anexo B. Ataques químicos selectivos

Productos de rxn	Reactivo	Comentarios
Al ₂ CuMg	Conc. HNO ₃	sumergir 10s@20°C
CuAl ₂	0.5-1.5 g ácido pícrico.	sumergir 10-20 min@20°C
	100 ml H ₂ O	
	4 gr ácido pícrico	sumergir 10-20 min@20°C
	100 ml etanol	
	5-10 gr sulfato férrico	Sumergir 45s to 3 min. Brown
	100 ml H ₂ O	
	0.25 gr tiosulfato de sodio	
	100 ml H ₂ O	
	Beraha	
Cu ₂ FeAl ₇	10% NaOH	106°Fx 5 seg-1min
	0.5% HF	
	1.5% HCl	15seg sumergir
	2.5% NHO ₃	
Mg ₂ Si	10 ml H ₃ PO ₄	sumergir 1-3 min @50°C
	90 ml H ₂ O	
	90 ml H ₂ O	sumergir x 10 seg (violeta)
	4 ml HF	
	4 ml H ₂ SO ₄	
	2 gr CrO ₃	

Anexo C. Caso de estudio

“Fabricación y caracterización microestructural de un material compuesto de matriz metálica de aluminio alto Si y Mg reforzado con partículas de carburo de silicio”

5.1. Fabricación de material compuesto

5.1.1. Método de procesamiento

Los métodos de procesamiento de los materiales compuestos de matriz metálica pueden agruparse en tres categorías, las cuales emplean el metal en las siguientes condiciones (figura C.1):

- a) El metal en estado sólido
- b) El metal en estado líquido
- c) Las fases sólido líquido

La fabricación en estado sólido resulta ser muy costosa a pesar de su alto índice de efectividad, mientras que el procesamiento en estado líquido ofrece flexibilidad en cuanto a la forma y operaciones de acabado debido al uso de preformas cerámicas. Aunque la infiltración asistida por presión o vacío es una de las técnicas que más se utilizan industrialmente, el desarrollo de técnicas de infiltración sin la aplicación de fuerzas externas es de vital importancia para disminuir los costos de procesamiento; sin mencionar que se corre el riesgo de deformación y/o ruptura de la preforma durante el procesamiento, es por esto que se escoge la infiltración no asistida en molde abierto para este caso de estudio. ⁽³⁶⁾

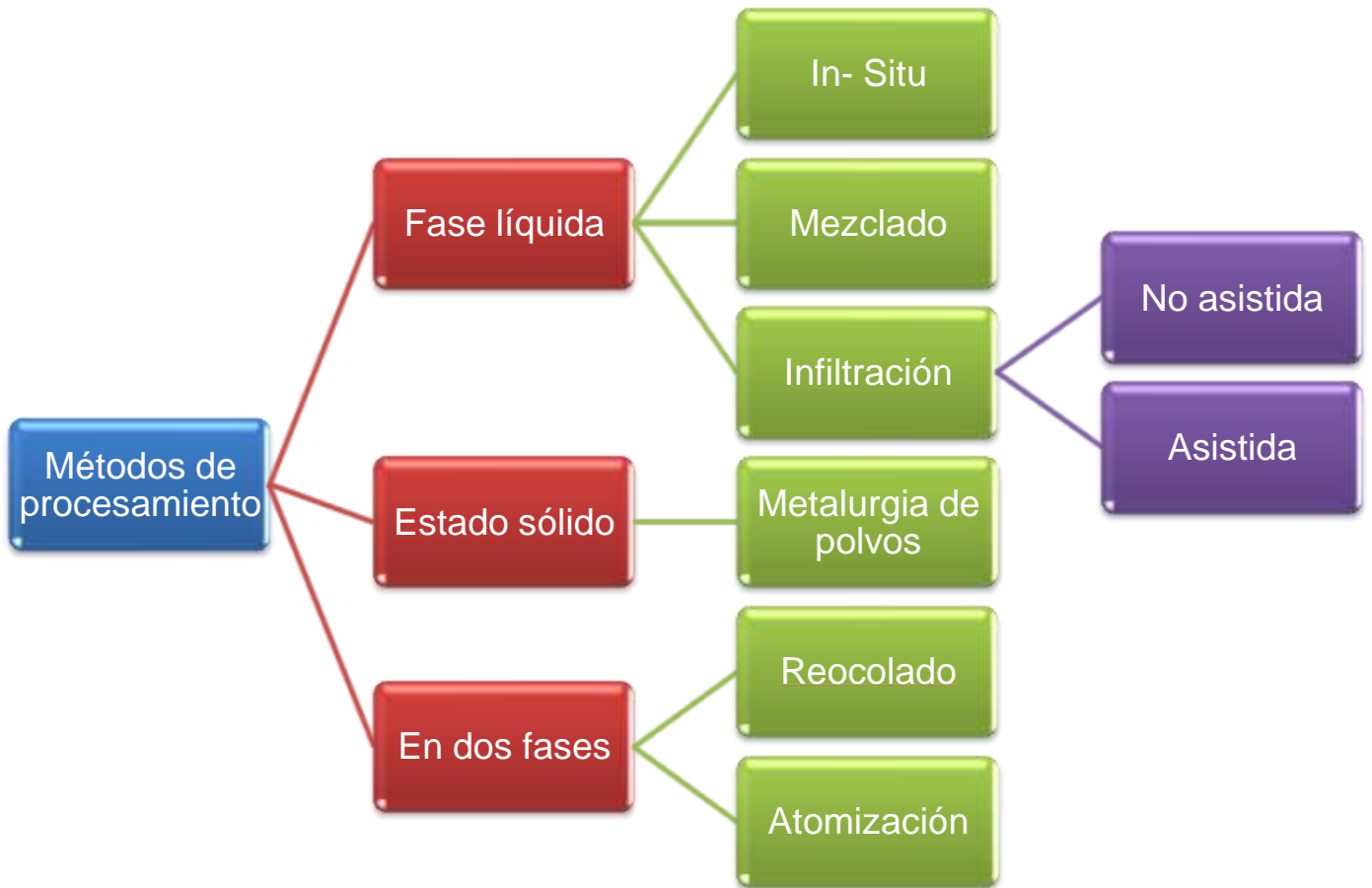


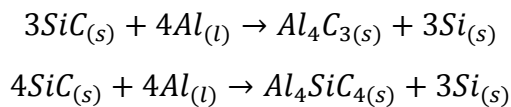
Figura C.1. Métodos de procesamiento de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con cerámicos. ⁽³⁶⁾

5.1.2. Parámetros de procesamiento

La infiltración no asistida se vale principalmente de la fuerza de capilaridad y de la mojabilidad presentes en el material, convirtiendo a estos dos parámetros en clave para el éxito en la producción del material, por lo que el monitoreo de los mismos junto con la temperatura, aleantes en el aluminio, atmósfera y tiempo de infiltración se torna sumamente importante.

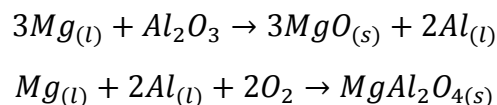
Se ha encontrado que el silicio y el magnesio son dos de los elementos aleantes más importantes en las aleaciones de aluminio empleadas para la infiltración de preformas de SiC. Ambos elementos reducen el punto de fusión del aluminio e incrementan su fluidez. Por su parte, el Si previene o retarda la formación de los compuestos Al_4C_3 y Al_4SiC_4 durante la fabricación del compuesto. Estas fases se presentan generalmente a tiempos prolongados y temperaturas altas de procesamiento. ⁽³⁶⁾

El SiC es atacado por el Al puro en el rango de temperaturas de 650-1300°C, a presión atmosférica de acuerdo a las siguientes reacciones:



La formación de dichos compuestos afecta las propiedades mecánicas del compuesto debido a que se trata de un producto frágil y poco resistente; así mismo tienden a hidratarse y disolverse en ambientes húmedos, por lo que se reduce la resistencia a la corrosión ambiental del compuesto. ⁽³⁶⁾

Una de las funciones del Mg, como se puede apreciar en las siguientes reacciones, es actuar como elemento surfactante para reducir el óxido de aluminio (Al_2O_3) que puede estar presente en la aleación de aluminio fundida, ya que tiene mayor afinidad por el oxígeno, formando la espinela $MgAl_2O_4$ en la interface Al/SiC y por tanto se mejora de manera importante el mojado. ⁽³⁷⁾



5.1.3. Diseño de aleación base

Con base a lo anteriormente estipulado se escogió una aleación de aluminio con altos contenidos tanto de Si como de Mg. Para la fabricación de esta aleación se partió de 5 kg una aleación comercial de aluminio 6061 con la siguiente composición química:

Tabla C.1. Composición química inicial de Al6061

Elemento	Sn	Mg	Pb	Zn	Cu	Ni	Fe	Mn	Cr	Ti	Si
Porcentaje	<0.02	0.90	0.02	<0.04	0.13	0.01	0.40	0.04	0.07	0.02	0.49

Se determinó que la composición de la aleación debería ser ajustada entre 12 y 15% Si y 10%Mg, considerando una pérdida de Mg del 5%. Con esto en mente se calculó que se agregarían 595 gr de Si y 705 gr de Mg.

5.2. Fusión de aluminio

Para la fusión se empleó un molde metálico cuadrado de solera de acero de 30x30 cm con un ángulo de salida de 45° recubierto con pintura de grafito, el cual fue precalentado junto con la preforma hasta una temperatura aproximada de 200°C. Se empleó un horno de piso en las instalaciones del laboratorio de metalurgia del Instituto Tecnológico de Saltillo.



Figura C.2. Horno de piso e instalaciones empleadas para la fusión de aleación base de aluminio.

Una vez calentado el horno se introdujeron las piezas de aluminio equivalente a 1.780 kg, las cuales se fundieron, ajustando las cantidades de Si y Mg de acuerdo al peso del fundido. Una vez encontrado el aluminio en estado líquido se procedió a la adición del Si dejando un tiempo de espera de 3 minutos para su incorporación; posteriormente se añadió el magnesio, el cual generó una reacción de oxidación, elevando la temperatura por encima de los 900°C (figura C.3.)



Figura C.3. Reacción del magnesio en el fundido

Debido a la dificultad para la manipulación del crisol con el fundido a la temperatura antes mencionada se dejó enfriar la aleación líquida hasta que alcanzara una temperatura de 680°C, momento en el cual se procedió a vaciar en el molde metálico, el cual contenía la preforma cerámica precalentada.



Figura C.4. Vaciado de la aleación en molde con preforma

Una vez solidificada la aleación se procedió a desmoldar, dejando enfriar el material a lo largo de todo el día sobre una capa de arena de moldeo. En seguida se dio inicio al análisis del material obtenido una vez enfriado por completo.



Figura C.5. a) Pieza recién desmoldada sobre cama de arena, b) Pieza metálica resultante después de limpieza y enfriamiento

Se encontró que el aluminio no había infiltrado la preforma de manera adecuada, sin embargo se pudo observar en las orillas de la preforma algunas áreas donde el atrapamiento de partículas de SiC pudo haberse llevado a cabo, si bien no de manera difusiva, al menos de forma mecánica.



Figura C.6. Posibles áreas de infiltración de preforma de SiC en aleación Al-Si-Mg.

5.2. Caracterización de material base

Para la caracterización microestructural del material se seleccionó una sección transversal de 7x1 cm a partir del área de atrapamiento de preforma hasta el borde de la pieza metálica para realizar un perfil de concentración de partículas de SiC y determinar el porcentaje infiltrado exitosamente en la aleación.

5.2.1. Preparación y ataque

La muestra se desbastó mecánicamente con lijas de carburo de silicio 120, 220, 300, 600, 800 y 1200, para posteriormente ser pulida en paño con pasta de diamante de 1 μ m y alcohol.

Para el ataque inicial se empleó el reactivo Nital al 5%. Es bien sabido que el Nital no reacciona con el aluminio, sin embargo siendo el HNO₃ el principal componente de este ataque, su reacción con el magnesio, que posiblemente se encuentre presente en la aleación, arrojaría señales del mismo en la micrografía. Posteriormente se atacó con el reactivo Keller por 5 segundos, seguido de un enjuague en agua y alcohol, finalizando con secado de aire tibio.

5.2.2. Resultados

El examen visual de la muestra reveló un nivel importante de porosidad en toda el área a examinar de la muestra, siendo muestra de las consecuencias de la falta de desgasificación del material al momento del vaciado del mismo.

El ataque con Nital reveló segregación en los límites de grano de la aleación de aluminio, la cual se percibe en menor incidencia conforme se avanza al extremo exterior de la muestra. La segregación se muestra en un tono azulado que contrasta con la matriz blanca en la microestructura.

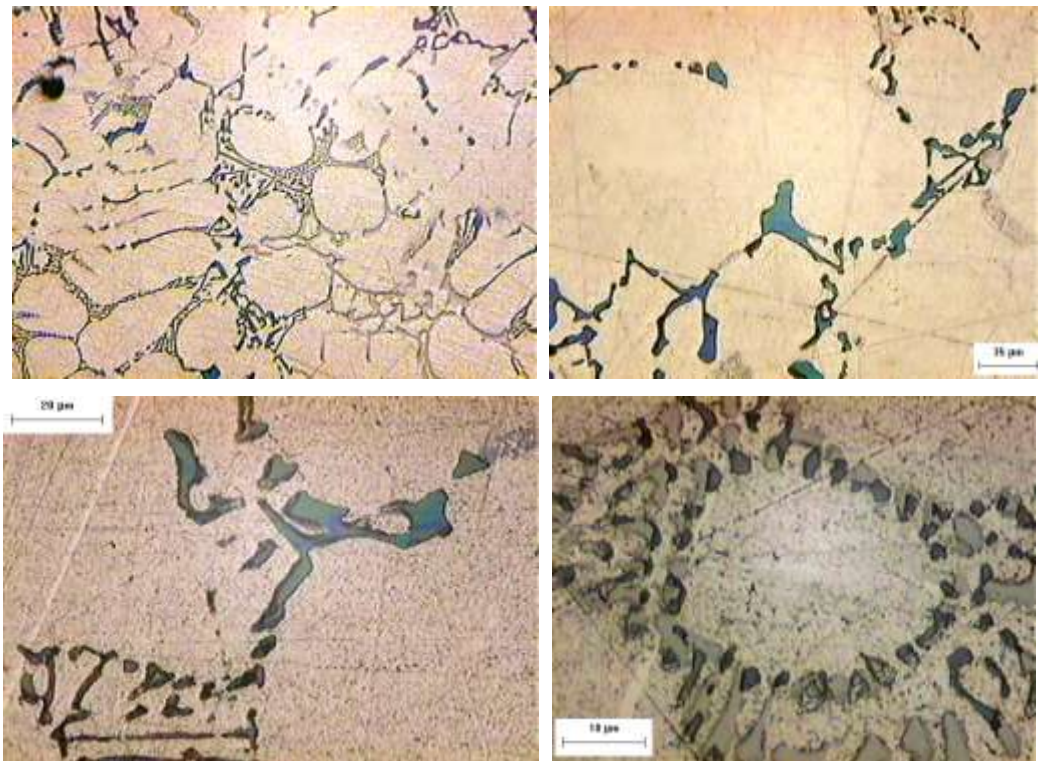


Figura C.7. Segregaciones en aleación vaciada de aluminio.

El ataque con Keller reveló una estructura granular de gran tamaño debido al proceso de solidificación bajo el cual se llevó a cabo la fusión de aluminio. Bajo esta condición de ataque la segregación sigue siendo visible en los límites, sin embargo pierde la coloración azul presentada con anterioridad.

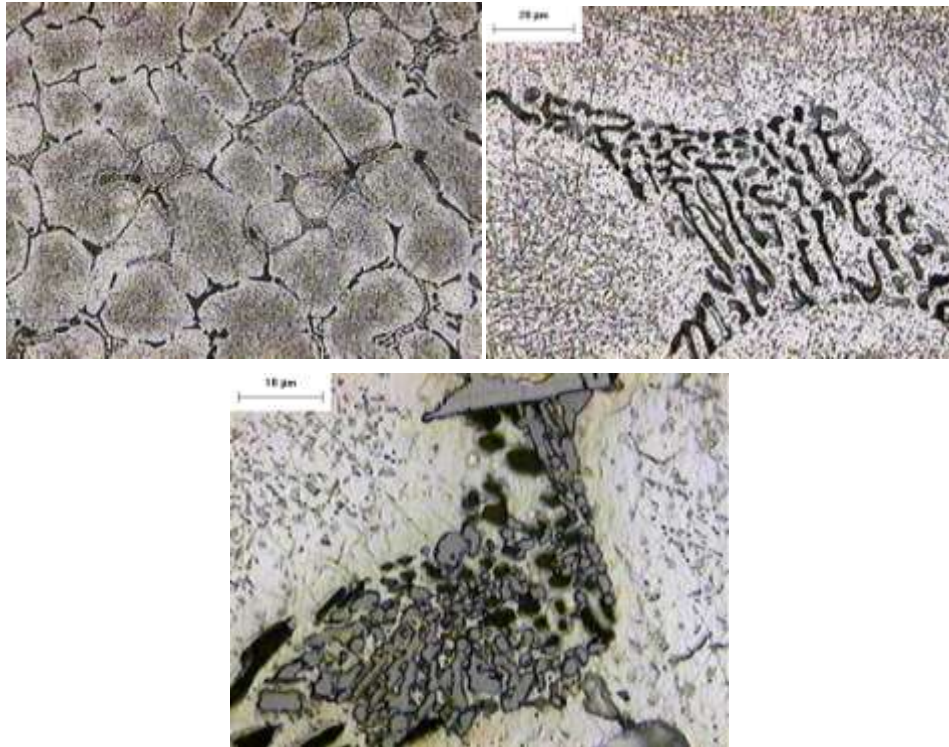


Figura C.8. Aleación de Al-Si-Mg atacada con el reactivo de Keller mostrando estructura de grano y segregaciones en los límites.

5.3. Análisis de resultados

El análisis microestructural por medio de microscopía óptica no reveló la presencia de partículas de carburo de silicio, lo que indica que la infiltración de la preforma no se llevó a cabo de manera adecuada o satisfactoria; esto debido probablemente a que la temperatura de vaciado no fue lo suficientemente elevada para promover la interacción entre el SiC y el aluminio, así como la fluidez de la aleación en sí. De la misma manera, la calidad del material vaciado se ve afectada de manera adversa debido a la porosidad por gas presente en la aleación, la cual podría evitarse con un método de desgasificación por lanza de grafito empleando gas argón o nitrógeno.

La segregación en los límites considera ser de magnesio, debido probablemente a las bajas velocidades de solidificación y podría llegar a ser deprimente para las propiedades mecánicas de la aleación. Según la literatura revisada, los compuestos que contienen magnesio son propensos a reaccionar

en presencia de HNO_3 , lo cual explicaría el comportamiento observado en las microestructuras, sin embargo, un análisis por difracción de rayos X sería conveniente para la identificación adecuada del compuesto formado. Sin embargo y de manera general, la presencia de compuestos de Mg supondría un incremento en la dureza y fragilidad de la aleación base, lo cual dificultaría el proceso de soldadura por fricción en términos tanto de soldabilidad como de costo, ya que la herramienta debería ser fabricada de un material de alta dureza, preferiblemente PcBN, el cual es más costoso en comparación con el acero grado herramienta que se emplea de manera común para soldar aluminio y sus aleaciones.

5.4. Conclusiones

La infiltración no asistida de una preforma de carburo de silicio por aluminio es posible controlando la temperatura de vaciado, la cual debe oscilar entre los 900 y 1000°C.

La cantidad de magnesio que se adicione a la aleación se debe ajustar a la pérdida del mismo al momento de su oxidación en el baño.

La microscopía óptica provee de información suficiente para un análisis inicial, sin embargo la preparación metalográfica de la muestra es delicada, debido a la naturaleza suave del aluminio.

El ataque de la muestra puede ser llevado a cabo con reactivos habituales obteniendo resultados de buena calidad, siempre y cuando estos se encuentren en buen estado.

La factibilidad de soldar por fricción una aleación de aluminio de alto silicio y alto magnesio es alta, tomando en cuenta la selección adecuada de parámetros, es decir el material de la herramienta y los parámetros adecuados para el proceso. Tomando en cuenta la estructura heterogenea que se

desarrolla en los Al-SiC y la presencia de fases duras, se recomendaría un rango de parámetros entre los 800 y 1000 rpm en un rango de 100 a 120 mm/min, asegurando con esto la distribución homogénea de los compuestos, así como también la plasticidad adecuada del material para llevar a cabo la unión.