

Soldadura por difusión de Microreactores metálicos de aceros inoxidable ferríticos

Escuela Técnica Superior de Ingenieros



Proyecto Fin de Carrera

Javier Pahissa García

Tutores: Antonio Paúl Escolano - Leidy Marcela Martínez Tejada

20-1-2015



Índice

➤ Índice.....	2
➤ Resumen.....	4
➤ 1. Introducción.....	6
➤ 2. Objetivos.....	18
➤ 3. Experimental.....	19
• 3.1 Aceros inoxidables ferríticos usados.....	19
• 3.2 Preparación superficial de las muestras antes de la soldadura.....	20
- 3.2.1 Decapado y pasivado.....	20
• 3.3 Material de aporte para soldeo por TLP (Transfer Liquid Phase).....	21
• 3.4 Soldadura por punto.....	21
• 3.5 Acoplamiento de más de dos placas, microreactor de 3 pisos.....	23
• 3.6 Proceso de soldadura por difusión con y sin material de aporte.....	24
• 3.7 Ensayos realizados.....	26
- 3.7.1 Ensayos de soldadura por difusión de ACX845.....	26
- 3.7.2 Ensayos de soldadura por difusión de fecralloy.....	26
- 3.7.3 Soldadura de microreactor de fecralloy con placas de 70x70x1 mm ³	27
• 3.8 Caracterización de la zona soldada.....	27
- 3.8.1 Preparación de las muestras soldadas para su observación en el microscopio SEM.....	27
- 3.8.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM) y microanálisis de energía dispersiva de rayos X(EDX).....	27
- 3.8.3 Ensayos de disolución de precipitados.....	28
- 3.8.4 Ensayos de microdureza.....	29
➤ 4. Resultados y discusión.....	32
• 4.1 Soldadura por difusión de microreactores de ACX 845.....	32
- 4.1.1 Soldadura a 50 kN (14 MPa), 950°C, 8h con vidrio metálico.....	32

-	4.1.2	Soldadura a 27 kN (7,8 MPa), 950°C, 8h con vidrio metálico...	37
-	4.1.3	Soldadura a 14 kN (4 MPa), 950°C, 8h con vidrio metálico.....	40
-	4.1.4	Soldadura a 5 kN (1,4 MPa), 950°C, 8h con vidrio metálico.....	44
-	4.1.5	Soldadura a 5 kN (1,4 MPa), 950°C, 8h sin vidrio metálico.....	48
•	4.2	Soldadura por difusión de microreactores de feccralloy con vidrio metálico.....	51
-	4.2.1	Soldadura a 50 kN (10,2 MPa), 950°C, 8h.....	51
-	4.2.2	Soldadura a 26 kN (5,3 MPa), 950°C, 8h.....	55
-	4.2.3	Soldadura a 15 kN (3 MPa), 950°C, 8h.....	59
-	4.2.4	Soldadura a 10 kN (2 MPa), 950°C, 8h.....	62
-	4.2.5	Soldadura de microreactor de feccralloy de 3 pisos a 10 kN (2 MPa), 950°C, 8h.....	66
•	4.3	Estudio de la disolución de precipitados.....	68
-	4.3.1	Disolución de precipitados por quenching. Microreactor de ACX 845 soldado con vidrio metálico a 5 kN.....	68
-	4.3.2	Disolución de precipitados por enfriamiento lento. Microreactor de ACX 845 soldado con vidrio metálico a 5 kN.....	70
-	4.3.3	Disolución de precipitados por quenching. Microreactor de feccralloy soldado con vidrio metálico a 10 kN.....	73
-	4.3.4	Disolución de precipitados por enfriamiento lento. Microreactor de feccralloy soldado con vidrio metálico a 10 kN.....	74
•	4.4	Medidas de microdureza Vickers.....	76
➤	5.	Conclusiones.....	81
➤	6.	Referencias.....	82

Resumen

El propósito fundamental de los distintos estudios que se han realizado durante este proyecto de fin de carrera ha sido el de soldar microreactores de aceros ferríticos de feccralloy y de ACX 845 con y sin material de aporte por Diffusion Bonding, sin la deformación de los canales. La selección de estos dos aceros para el diseño de microreactores se debió a su bajo coste en comparación con otras aleaciones y a su buena resistencia a altas temperaturas.

El estudio abarca desde la puesta a punto del equipo de soldadura Microtest variando diferentes condiciones de carga que no deformen los canales de los microreactores de un piso, hasta soldar un prototipo de microreactor de feccralloy de tres pisos en contracorriente. La calidad de la soldadura y la formación de precipitados se estudiaron con microscopía electrónica de barrido. Se analizó la difusión de elementos hacia la zona soldada a medida que varía la carga aplicada durante la soldadura. Se realizaron además ensayos de microdureza en la zona soldada y los resultados se correlacionaron con la formación de precipitados que fragilizan y endurecen la aleación. Finalmente se realizaron ensayos de disolución de precipitados y se determinó igualmente la microdureza final del material soldado.

Las condiciones óptimas de soldadura se seleccionaron en base a la conservación de las dimensiones de los canales del microreactor durante la soldadura y en la calidad de la soldadura. En este sentido se seleccionó una carga de 5 kN sin material de aporte para soldar microreactores de ACX 845. Con esta carga no se deformaron los canales y se observó menor formación de precipitados de cromo, además se evitó la formación de precipitados de SiO_2 , favorecidos por el uso del vidrio metálico como material de aporte en los demás casos. El tratamiento de disolución de precipitados por quenching resultó efectivo en la disminución de precipitados del acero ACX 845. Este hecho se comprobó con el ensayo de microdureza, ya que el material sometido a quenching disminuyó la microdureza con respecto al enfriado lentamente, lo que se traduce en disminución de los precipitados y aumento de la tenacidad del acero.

Para soldar los microreactores de feccralloy la disminución de carga desde 50 kN hasta 10 kN favoreció la formación de precipitados, puesto que su microdureza aumentó, sin embargo los canales de los microreactores sufrieron menor deformación. Con los resultados de este estudio se seleccionó una carga de 10 kN para soldar microreactores de feccralloy a 950°C. Con este valor, a pesar de la formación de precipitados de NiAl y algunos de cromo que fragilizan la aleación, los canales del microreactor conservaron su forma y tamaño tras la soldadura. El estudio posterior de disolución de precipitados no fue tan efectivo como en el caso del ACX 845, lo que sugiere un tratamiento posterior más riguroso para aumentar la tenacidad de esta aleación.

1. Introducción

El uso masivo y generalizado de dispositivos eléctricos y electrónicos portátiles aumenta la necesidad de fuentes de potencia autónomas y eficientes, de hasta unos 50 W, capaces de reemplazar la tecnología actual basada en el uso de baterías. El uso de combustibles o productos químicos convencionales, hidrocarburos o alcoholes por ejemplo, es una alternativa prometedora cuando se combina con los recientes desarrollos en intensificación de procesos basados en la tecnología de reactores de microcanales^[1].

Los microreactores se pueden usar además para el tratamiento de residuos o para la transformación de productos químicos, donde los equipos a gran escala pueden no ser factibles debido a su costo o por la necesidad de trabajar con equipos de menor tamaño. Además el desarrollo de métodos de bajo coste para la producción de dispositivos de procesamiento químico a pequeña escala, ofrece un potencial mayor para la producción en masa de tales unidades. También es necesaria una capacidad de cambio rápida para el tratamiento de productos químicos, ya que dependiendo del lugar o del tiempo, el número de unidades puede llegar a variar. Con los microreactores se puede modular el número de unidades en servicio. Gracias a esta flexibilidad se puede lograr una elevada eficiencia energética^[2].

Una de las aplicaciones más comunes para los microreactores es su uso como intercambiadores de calor^[2]. Se pueden diseñar microreactores con canales en contra corriente donde se favorece el contacto de fluidos, de manera que se hace circular por uno de ellos una reacción exotérmica y por el otro una reacción endotérmica, maximizando la transferencia de calor y minimizando la pérdida de energía en forma de calor (equilibrio termodinámico)^[2,3]. P. M. Martin y colaboradores^[2] lograron desarrollar un microreactor (intercambiador) que fue utilizado para proporcionar el calor necesario para la conversión de metano en gas de síntesis (syngas - CO + H₂) usando la energía generada de la combustión del metano.

En general los microreactores favorecen la buena transferencia de calor por su régimen laminar, además con un diseño adecuado se puede lograr incorporar fácilmente catalizadores para mejorar el rendimiento^[2]. Su uso mejora el rendimiento en procesos químicos de no equilibrio (reacciones no reversibles), además permiten una síntesis más eficiente de los productos químicos más valiosos y también proporcionan una mayor descomposición de los compuestos peligrosos, además de permitir un mayor control de la temperatura. Todas estas aplicaciones están relacionadas con el diámetro estrecho de los canales de los microreactores. Es por esto que se denominan habitualmente a los reactores de microcanales como aquellos dispositivos para la reacción química en los que los conductos tienen al menos una dimensión menor que 1 milímetro (rango submilimétrico).

Los microreactores se caracterizan por una construcción en modo “jerárquico”, es decir, por ensamblaje de unidades compuestas a su vez en subunidades y así sucesivamente. La unidad básica es la microestructura, que en la mayoría de los casos es un microcanal. Un conjunto de microestructuras forman un elemento, que al añadirse líneas de conexión de fluidos y un soporte o material base forman una unidad. Las unidades suelen agruparse en forma de pilas (apilamiento) que al añadirse una carcasa con sus correspondientes conexiones forman un dispositivo (Figura 1)^[1]. La interconexión de varios dispositivos, sea en paralelo, en serie o en cualquier combinación de ellas, junto con otros elementos o equipos, forman una planta o instalación.

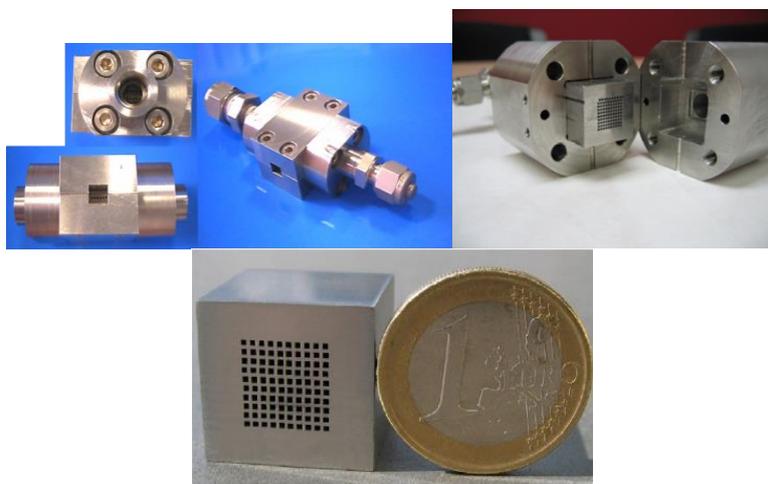


Figura 1. Imágenes de microreactores

En general debido a la reducción de su tamaño los reactores de microcanales dan lugar a una serie de ventajas importantes entre las que destacan: i) disminución de las dimensiones lineales; ii) aumento de la relación superficie/volumen para satisfacer una transferencia de masa y calor eficientes; iii) reducción de volumen; iv) ensayos rápidos y baratos de materiales y procesos; v) flexibilidad de producción. Como resultado se obtienen los siguientes beneficios: a) transferencia más rápida de los resultados de la investigación a la producción; b) arranque más rápido de la producción a menores costos; c) escalado de la producción más fácil; d) tamaño de planta más pequeño; e) menores costos de materiales, transporte y energía; f) mayor flexibilidad para las demandas del mercado; g) operación intrínsecamente segura^[3].

Sin embargo, se debe reconocer que si los costos de producción están relacionados con la economía de escala, el uso de reactores de microcanales conlleva costes adicionales a los de los procesos clásicos, ya que deben sumarse también los mayores costos debidos a los procesos de microfabricación, que son superiores a los de los equipos clásicos. Por tanto, el uso de los reactores de microcanales estará sólo justificado en aquellos casos en los que su uso produzca sensibles mejoras que compensen los inevitables aumentos de costo de fabricación o funcionamiento. Algunos de estos casos están relacionados con campos como: a) sustitución de procesos por lotes de procesos continuos; b) intensificación de procesos; c) seguridad laboral; d) cambios en las propiedades del producto; e) deslocalización de la producción. Los avances en el desarrollo de reactores cada vez más pequeños se han producido conjuntamente con: (i) desarrollos de tecnologías capaces de fabricar componentes de mayor calidad y menor tamaño; (ii) avances en las técnicas relacionadas con la funcionalización de la superficie para mejorar alguna propiedad o favorecer el depósito de materiales que mejoren determinadas propiedades del sistema; (iii) técnicas capaces de ensamblar e interconectar dichos componentes^[3]. Todo ello de la mano de una buena selección del material para la fabricación del microreactor.

Entre los diferentes materiales metálicos que se pueden usar para el diseño de microreactores se destacan los aceros inoxidable. Estos son materiales resistentes a la

corrosión, presentan un excelente factor de higiene-limpieza y soldabilidad, son fáciles de transformar y no se endurecen por aplicación de temperatura, además resisten a la mayoría de ácidos oxidantes. En estos materiales los métodos térmicos brindan la posibilidad de obtener superficies rugosas^[4,5], las cuales retienen más líquido y favorecen la adherencia de materiales que se quieran depositar en los canales del microreactor. Los aceros inoxidable, por definición, contienen un mínimo de 10,5% de Cr. El Cr conduce a la formación de una capa de Cr_2O_3 en presencia de oxígeno que pasiva la superficie del metal, evitando el progreso de los procesos de oxidación^[6]. A temperaturas elevadas, c.a.1000oC, se favorece termodinámicamente la formación de Cr(VI) por oxidación de la capa protectora de Cr_2O_3 . Este compuesto al ser volátil a altas temperaturas, deja la superficie de la aleación desprotegida, dando paso a la oxidación. Para evitar este fenómeno se han diseñado las aleaciones formadoras de Al_2O_3 , aleadas con contenidos significativos de Al^[7]. La resistencia a la oxidación de estas aleaciones se ve afecta además, por la existencia de otros elementos aleantes como el Ni, el Mo, el Si, etc. El aumento en el contenido de silicio favorece la resistencia a la oxidación, quizás debido a un efecto sinérgico con otros elementos de la aleación al formar una interfase de SiO_2 en la intercara metal-óxido^[8,9], la cual se forma muy lentamente debido al gradiente potencial del oxígeno en la interfase^[10]. El carbono, por lo general, se mantiene en un nivel máximo de 0.08%, el cual es satisfactorio para la mayoría de las aplicaciones en servicio. El aumento en el contenido de Ni mejora considerablemente la resistencia a la oxidación a elevadas temperaturas y favorece las propiedades mecánicas, ya que retarda la formación de fases fragilizantes (intermetálicos Fe-Cr), aunque incide de forma extremadamente negativa en el precio final de la aleación.

Debido al aumento del precio de las materias primas, que incrementa proporcionalmente el precio de los aceros inoxidable más aleados como los austeníticos, y la competencia de países emergentes como China e India, se ha motivado la búsqueda de aleaciones alternativas más estables y económicas. Los aceros inoxidable ferríticos se presentan como una buena opción debido a su menor contenido en elementos de aleación, lo cual hace que los precios no sean tan elevados. La cantidad de níquel utilizado en los aceros austeníticos está sujeto a la fluctuación en

su precio (Figura 2)^[11]. En los últimos años el níquel ha alcanzado niveles sin precedentes. Su precio actual se encuentra 15.539\$/ton^[11]. Los aceros ferríticos son más económicos ya que son esencialmente aleaciones con cromo. Algunos aceros ferríticos pueden contener molibdeno, silicio, aluminio, titanio y niobio que promueven diferentes características específicas en ellos.

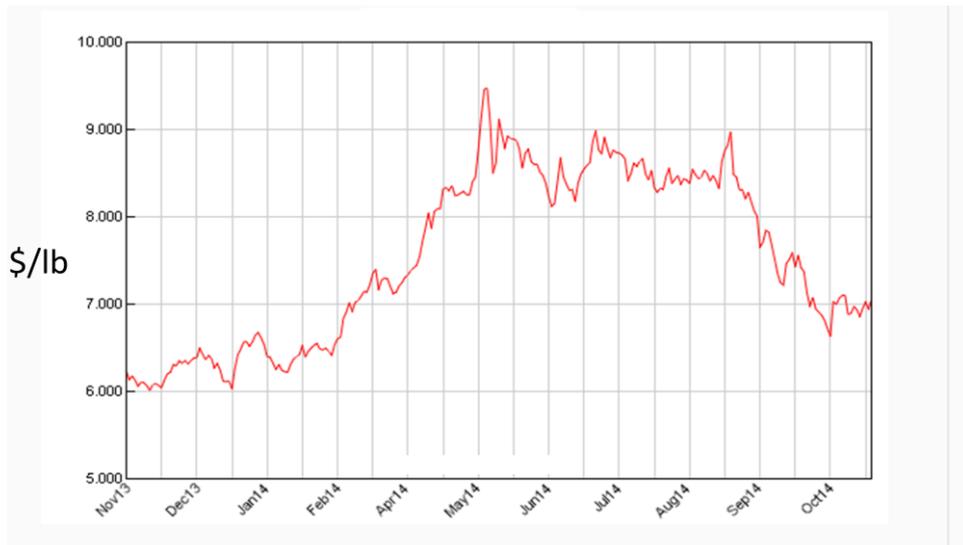


Figura 2. Precio del Níquel desde noviembre 2013 hasta octubre 2014

En general se considera a las aleaciones ferríticas los materiales más adecuados para la construcción de microreactores. Los fenómenos de corrosión en atmósferas con actividad de carbono alta (superior a la unidad), “metal dusting (MD)”, son frecuentes en la industria química, particularmente en plantas de reformado y producción de gas de síntesis^[12, 13]. Es por esto que seleccionar una aleación ferrítica es fundamental en el momento de diseñar un microreactor para estas aplicaciones, ya que son resistentes a este tipo de fenómenos de corrosión. Además de esto, los aceros ferríticos se caracterizan por^[14]:

- Presentar una dilatación térmica baja, menor que los austeníticos.
- Ofrecer una excelente resistencia a la oxidación a altas temperaturas (son menos propensos a la formación de cascarilla).
- Ofrecer una elevada conductividad térmica (transmiten el calor de manera más uniforme que los austeníticos).

- Ofrecer un mayor límite elástico (similar al de los aceros al carbono habituales) que los austeníticos del tipo 304.
- No fisuración por corrosión bajo tensión.
- Los estabilizados con niobio ofrecen una excelente resistencia a la fluencia (menor deformación frente a tensiones de larga duración)
- Son más fáciles de cortar y trabajar que los austeníticos (que requieren herramientas especiales y máquinas más potentes, generando un mayor desgaste de las herramientas).
- En el conformado en frío son menos propensos a la recuperación elástica que los austeníticos.

Con un tratamiento térmico adecuado, los aceros inoxidable ferríticos con un porcentaje en aluminio entre un 3 y un 6%, pueden generar largas agujas de alúmina muy adherentes (Figura 3) que además de proteger a la aleación, pueden facilitar el anclaje de materiales catalíticos diversos, ampliando el campo de aplicación de los microreactores diseñados con estos materiales^[15,16,17]. La formación de esta capa de alúmina depende de la composición de la aleación y del tratamiento térmico utilizado. Además del buen crecimiento de la capa de alúmina con un tratamiento térmico adecuado se debe evitar la formación de la fase Sigma (FeCr)^[18,19], ya que es un compuesto intermetálico de hierro y cromo que tiende a crearse entre 600 y 900°C y que puede reducir la ductilidad y la resistencia a la corrosión de estos aceros, provocando con ello el fallo del material. En la Tabla 1 se muestran algunas aleaciones ferríticas comerciales que contienen entre un 5 y un 6% de Al^[20].

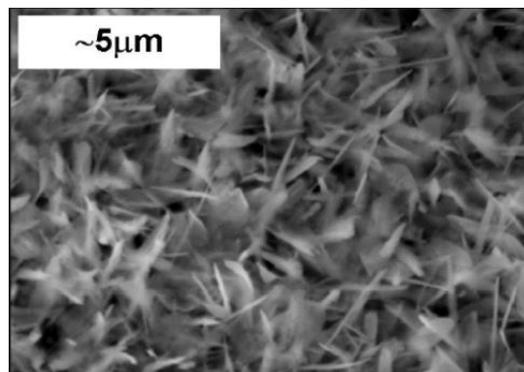


Figura 3. Micrografía SEM de una aleación ferrítica (fecnalloy) con agujas de alúmina crecidas por tratamiento térmico

Tabla 1. Composición nominal (% en peso) de aceros ferríticos comerciales con Al.

Aleación	Fe	Cr	Al	Ti	La	Zr	Y	Ce	Hf
Aluchrom	Bal.	20.6	5.4	0.010	-	0.170	0.006	-	-
AluchromYHf	Bal.	20.3	5.6	0.010	-	0.054	0.046	-	0.31
Fecralloy	Bal.	22.3	5.4	0.084	-	0.080	0.045	-	-
Fecralloy JA13	Bal.	16.3	5.0	0.010	-	0.050	0.320	-	-
Khantal AF	Bal.	21.1	5.2	0.094	-	0.058	0.034	-	-
Khantal APM	Bal.	21.1	5.9	0.026	-	0.110	-	-	-
Nisshinsteel	Bal.	19.9	5.0	-	0.120	-	-	-	-
Ugine Savoie 12178	Bal.	19.9	5.0	-	0.009	-	-	0.019	-
Ugine Savoie 12179	Bal.	20.0	5.0	-	0.014	-	-	0.030	-

En los aceros inoxidables ferríticos con bajo porcentaje en carbono no se espera la presencia de carburos de cromo^[21], los cuales ocasionarían corrosión intergranular y por lo tanto disminución de la calidad de la soldadura y de la resistencia a la corrosión^[14,14]. Otros elementos de la aleación pueden generar carburos. Los aceros ferríticos estabilizados que contienen Ti o Nb pueden formar carburos de Ti o de Nb, que en un momento dado, pueden inhibir la formación de carburos de cromo, ya que no quedaría carbono en solución sólida para reaccionar con el cromo. Los aceros no estabilizados son más propensos a la formación de carburos de cromo. Por lo tanto la formación de precipitados depende en gran medida del porcentaje en carbono y de la clase de elementos que conforman la aleación. Una solución para aumentar la vida en servicio de un microreactor en el que se haya detectado previamente la presencia de precipitados de carburo, es la disolución de estos con tratamientos térmicos. Los tratamientos térmicos por lo general suelen comprender calentamientos a velocidad controlada hasta la temperatura de disolución de los precipitados por encima de 900°C^[22], para luego y desde esa temperatura, bien realizar un quenching o enfriamiento rápido, evitando que precipiten los carburos de cromo, o realizar un enfriamiento lento para favorecer otras transformaciones de fase^[22]. La selección de un tratamiento térmico u otro depende del tipo de acero soldado y la clase de precipitado formado. Por ejemplo los aceros estabilizados con niobio o titanio, si se enfrían lentamente, se favorece la formación de carburos de Ti o de Nb, de esta forma

cuando se llegue al rango de precipitación del carburo de Cr (800°C) ya no quedará carbono libre y no se formarían carburos de cromo. Con el quenching no da tiempo a la precipitación de carburos de cromo.

Para la fabricación de los microcanales (entre 10 y 1000 μm) el mecanizado de los canales con sierra no es recomendable, porque es difícil controlar el tamaño del canal y pueden quedar superficies irregulares que podrían alterar las características de los flujos que circulan por los canales. Actualmente uno de los métodos que más se usa para el micromecanizado de los canales es el grabado químico. Con este método, una solución química (reactivo de ataque) elimina el material o molde con forma de los canales de la pieza por disolución controlada^[1]. Este método tiene bajo coste, además de ser rápido, con ausencia de rebabas en los bordes de las paredes; y permite el procesamiento de materiales muy finos y un control preciso de las dimensiones del canal. Sin embargo, este método tiene la desventaja de que el grabado es isotrópico, de manera que la profundidad del canal es siempre menor que su altura. Por otra parte, la eliminación del molde o resina puede ocurrir durante el proceso con el reactivo de ataque concentrado o también a alta temperatura^[23].

En general las técnicas para el micromecanizado de los canales se pueden agrupar en:

A) Micromecanizado por procesos de ultra precisión

- Procesos de corte de viruta: torneado con herramientas de diamante (“Diamond Turning”^[24, 25]), microfresado (“Micromilling”^[26, 27]), micro-taladrado (“Microdrilling”) o aserrado (“Dicing”^[28]).
- Mecanizado por micro-Electroerosión (“Micro Electro Discharge Machining: μ -EDM”^[29, 30]): bien por penetración, bien por hilos finos (hasta diámetro de 20 μm).
- Micromecanizado láser o Procesos de conformado: micropunzonado (“Micro-Punching”^[31]), microconformado (“Micro-Embossing”).

B) Micromecanizado por deposición/eliminación selectiva de capas a partir de técnicas litográficas

- Ataque químico húmedo isótropo o anisótropo de vidrios (“Wet Chemical Etching of Glass”^[32]), silicio (“Isotropic Wet Chemical Etching”^[33], Anisotropic Wet Chemical Etching”^[34]) o metales.
- Ataque seco de silicio/metales (“Dry Etching of Silicon”): capaz de mayores relaciones de aspecto (50-150) y paredes verticales, siendo especialmente destacable la tecnología DRIE (“Deep Reactive Ion Etching”)^[35].
- LGA (“Lithographie, Galvanoformung, Abformung”^[36]): técnica basada en una secuencia de procesos que combinan litografía profunda de alta precisión mediante rayos X con la necesidad de máscaras especiales para la electrodeposición de un metal que actuará como molde, por lo que supone un elevado coste.

Una vez micromecanizadas las láminas o unidades, la siguiente etapa es el ensamblaje e interconexión del dispositivo. Las técnicas para realizar dicha conexión, siempre asegurando la estanqueidad en los canales, se pueden agrupar en:

A) Métodos reversibles

Se basan en la fijación de las láminas por simple presión o añadiendo juntas tóricas, láminas poliméricas (p.e. poliamidas^[37]) o láminas de grafito^[38].

B) Uniones permanentes

Mediante pegado o soldadura (“Bonding”). En este caso la técnica a aplicar depende de los materiales entre los que se realice la unión. En el caso de uniones entre silicio/cristal y algunos polímeros es posible aplicar los procesos denominados “Diffusion Bonding”^[39] o “Anodic Bonding”^[40]. Para metales se puede realizar la soldadura con o sin aporte de material por láser, bombardeo de electrones o inducción (“Electron Beam/Laser Welding, Soldering o Brazing”^[41]).

La fabricación de microreactores con formas complejas que, además, deben trabajar en condiciones de elevadas presiones y temperaturas requiere el uso de técnicas de

unión no convencionales. La unión mediante láminas finas formadas por multicapas reactivas ("Reactive Multilayer Foil Bonding" (RMFB)) o las técnicas de difusión ("Diffusion Bonding"^[42]) son las más atractivas para la fabricación de dispositivos miniaturizados. El proceso de unión por RMFB consiste en una especie de síntesis por reacciones autopropagadas (SHS) en la que se han usado multicapas M/Si, M/Al, M/B e incluso óxidos que facilitan la unión de los componentes del microreactor.

La soldadura por difusión o "Diffusion Bonding" es un proceso de unión en estado sólido, en el que la unión de materiales puestos en contacto íntimo se consigue al someter a ambos a una presión moderada y a una temperatura elevada^[43]. La temperatura de soldeo es inferior a la temperatura de fusión de los materiales a soldar, y la presión lo suficientemente baja para que no se produzca una deformación macroscópica elevada de la pieza. Dependiendo de si se utiliza material de aporte o no, los procesos de soldadura por Diffusion Bonding se dividen en:

A) Soldeo por difusión directa

Es un proceso de estado sólido en el que se produce la unión entre dos superficies lisas y limpias, que se presionan juntas a elevada temperatura, sin utilizar ningún material intermedio que facilite la formación de la unión, dándole el tiempo necesario para que los átomos de cada superficie se difundan a través de la formación de un enlace de la interfaz^[43]. La aplicación de presión mecánica uniaxial o isostática deforma plásticamente asperezas superficiales que conducen a un contacto íntimo entre las superficies, que requiere acabados superficiales muy buenos. Asimismo, este proceso puede venir acompañado de la adición de pulsos eléctricos que calientan el material por efecto Joule. En este proceso se puede favorecer una menor temperatura de unión introduciendo entre las superficies a unir láminas reactivas de bajo punto de fusión. En el caso de las aleaciones de aluminio donde la capa de óxido superficial hace muy difícil la soldadura, la introducción de láminas que disuelven la capa de óxido, fundamentalmente a base de boro, permiten procesos de soldadura a bajas temperaturas^[44].

B) Soldeo por difusión con aporte de material (TLP (Transfer Liquid Phase))

En este caso se utilizan otros materiales metálicos para favorecer un contacto más íntimo entre las piezas a unir, sin superar nunca el punto de fusión de dicho material. Cuando se alcanza una temperatura por encima de la de fusión del vidrio metálico y se mantiene constante durante un cierto tiempo, se produce la difusión del vidrio metálico a través de las láminas, y se logra la solidificación isotérmica debido a un cambio en su composición en la que su temperatura de fusión se hace superior a la que inicialmente tenía^[1].

Tanto el tiempo como la temperatura y la presión afectan a la microestructura del material soldado y por tanto también a las propiedades finales químicas y mecánicas del dispositivo final.

En la presente memoria de trabajo de fin de carrera de ingeniería industrial se muestran los resultados más relevantes del estudio de soldadura por difusión de microreactores de aceros inoxidable ferríticos. Se seleccionaron dos materiales para el diseño de microreactores: (i) un acero inoxidable ferrítico EN-1.4509 (ACX 845 - Acerinox) de última generación con elevados contenidos en elementos estabilizadores como Al, Nb y Ti, como una opción técnica y económica que, por otra parte, ha sido poco explorada desde el punto de vista científico-tecnológico para el diseño de microreactores. (ii) Un acero inoxidable ferrítico 22Cr-5Al (FeCrAlloy-Goodfellow), cuyos principales elementos aleantes son Cr y Al que aumentan la resistencia a la corrosión a alta temperatura por la formación de Al_2O_3 .

Se puso a punto un equipo de soldadura por Diffusion Bonding, para ello se determinaron las condiciones óptimas de soldadura por difusión en ambas clases de aceros inoxidable ferríticos usando un equipo de soldadura (Microtest). Se estudiaron diferentes condiciones de fuerza, en términos de carga aplicada a las placas del microreactor y se realizaron ensayos de soldadura de las placas con y sin material de aporte (TLP (Transfer Liquid Phase)), para evaluar su influencia en la unión de las placas. La temperatura de trabajo se fijó en 950°C. A esta temperatura el crecimiento de grano es estable evitándose su crecimiento excesivo y el reblandecimiento del material, ya que a mayor temperatura se aumenta la velocidad de difusión no lineal de

las especies, llevando consigo una mala unión, alabeos o deformación de los canales, y a menor temperatura se puede favorecer la formación de la fase Sigma (FeCr) ^[18,19] provocando con ello el fallo del material.

Una vez soldadas las piezas del microreactor, se realizó un tratamiento térmico posterior para eliminar los posibles precipitados que quedasen en la pieza, y finalmente se realizó un ensayo de microdureza para determinar la resistencia mecánica de los microreactores.

Los logros principales de este trabajo fueron: (i) la soldadura por difusión de un microreactor de feccralloy de 3 pisos en contracorriente, soldadura por difusión de microreactores de ACX 845 y de feccralloy de un piso sin deformación de los canales; (ii) los resultados de microdureza que permitieron correlacionar la formación de precipitados con el aumento de la fragilidad de las aleaciones al variar la carga aplicada durante la soldadura.

2. Objetivos

Se fijó como objetivo general del presente proyecto de fin de carrera, la puesta a punto de un equipo de "Diffusion Bonding" para soldar microreactores de aceros inoxidables ferríticos de feccralloy y de EN1.4509 (ACX 845) sin deformación de los canales.

Este objetivo general se dividió en los siguientes objetivos específicos:

- Desarrollar y optimizar un método de soldadura por difusión, con y sin aporte de material, para unir piezas de microreactores de aceros inoxidables ferríticos.
- Evaluar la influencia de la presión mecánica en la deformación plástica que puede sufrir el material durante la soldadura.
- Estudiar la formación de precipitados con el cambio de presión mecánica aplicada a las piezas del microreactor durante el proceso de soldadura.
- Estudiar la disolución de precipitados formados durante el proceso de soldadura para aumentar la resistencia mecánica del microreactor.
- Evaluar la microdureza del microreactor antes y después de la disolución de precipitados.
- Soldar por "Diffusion Bonding" un microreactor de feccralloy de varios pisos en flujo en contracorriente.

3. Experimental

3.1 Aceros inoxidables ferríticos usados

Para formar los microreactores se utilizaron placas lisas y micromecanizadas con canales longitudinales micromecanizados por Anisotropic Wet Chemical Etching de aceros inoxidables comerciales EN-14509 (ACX 845 de Acerinox estabilizados con Nb y Ti) 35x100x1,3 mm³, y de fecralloy (Goodfellow) 70x70x1 mm³ (Figura 4). Las composiciones de las aleaciones se muestran en las Tablas 2 y 3.

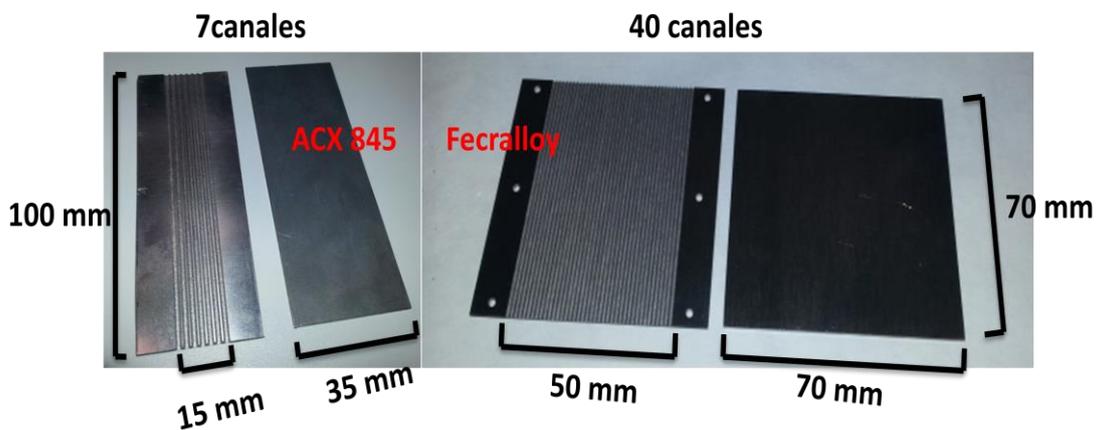


Figura 4. Placas lisas y micromecanizadas de ACX 845 y Fecralloy

Tabla 2. Composición del acero EN-14509 (ACX 845)

Euro Norma	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Ni
	≤ 0,015	0,45	≤0,50	<0,030	<0,007	17,80	≤0,20
1.4509	%Mo	%Ti	%Al	N ₂ ppm	%Nb	%Sn	%Pb
	≤0,50	0,12≤Ti≤0,25	≤0,08	≤200	0,35≤Nb≤0,55	-	≤0,0010

Tabla 3. Composición (% en peso) del acero FeCrAlloy

Fecralloy	%Fe	%Cr	%Al	%Y	%Zr	%C
	72,7	22	5	0,1	0,1	0,03

3.2 Preparación superficial de las muestras antes de la soldadura

3.2.1 Decapado y pasivado

Antes de someter las placas planas y mecanizadas a los ensayos de soldadura, se limpiaron con agua, jabón y etanol para que las superficies estén libres de contaminantes, y así aumentar el área de contacto entre ellas.

La exposición al aire de las piezas genera una cascarilla de óxido en la superficie, por lo tanto se debe eliminar para que las superficies estén libres de contaminantes, para ello se realiza un decapado con ácidos y un posterior pasivado para que estos reaccionen con los óxidos y los eliminen.

Para el decapado se sumergió la probeta completamente en una solución de HNO_3 15% y HF 2% (p/p) a 60°C durante 2 minutos, realizando una pequeña agitación manual para favorecer el decapado. A continuación se lavó con agua y jabón y se secó con papel de celulosa sin frotar, posteriormente se pasivó sumergiendo la pieza decapada en una solución de HNO_3 65% (p/p) previamente calentada a 60°C durante 1 minuto. Finalmente se lavó la pieza decapada y pasivada con agua destilada, jabón y etanol para eliminar cualquier resto de ácido, y se secó en un horno a 120°C durante 30 minutos.

Después de realizar el decapado y pasivado la pieza debe cambiar el tono de color como se muestra en la Figura 5.

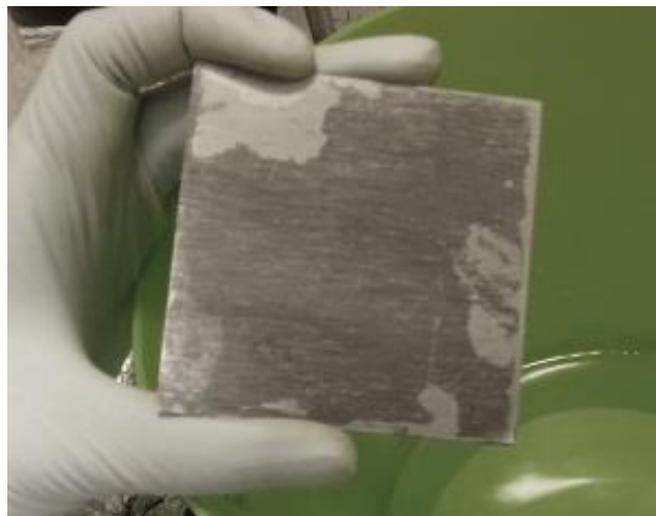


Figura 5. Aspecto de una pieza de feccralloy durante el decapado

En la Figura 6 se muestran dos placas del microreactor antes y después de realizar el decapado y pasivado.

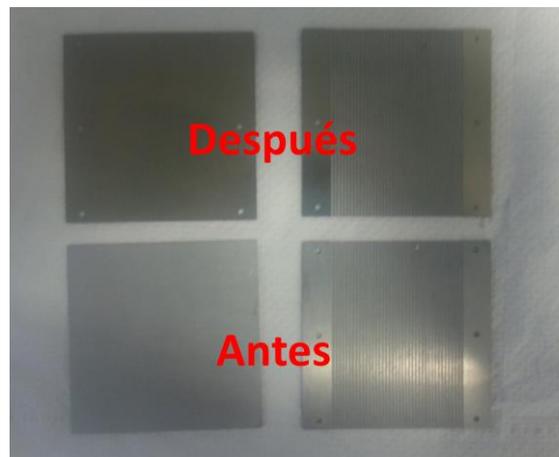


Figura 6. Láminas lavadas con agua y jabón antes y después del decapado y pasivado

3.3 Material de aporte para soldar por TLP (Transfer Liquid Phase)

Se utilizó un vidrio metálico (Goodfellow) como material de aporte para favorecer la soldadura, de composición 8% (p/p) de silicio, 14% (p/p) boro y 78% (p/p) níquel y de espesor 0,025 mm. El vidrio metálico se limpió previamente con acetona y se colocó sólo sobre las zonas que se quieren soldar, evitando colocarlo sobre los canales, como se muestra en la Figura 7.

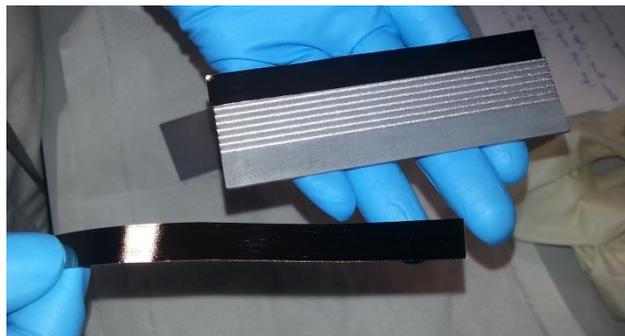


Figura 7. Disposición del vidrio metálico

3.4 Soldadura por punto

Para mantener la posición correcta de unión con la segunda placa, se fijó el vidrio metálico a la placa mecanizada usando un soldador por puntos como se muestra en la

Figura 8. En este caso la soldadura en cuatro puntos fue suficiente para evitar el desplazamiento del vidrio tras aplicar presión durante el proceso de soldadura por difusión.



Figura 8. Soldando por puntos el vidrio metálico a la lámina mecanizada

Luego se soldó por puntos la placa lisa a la mecanizada como se muestra en la Figura 9, para evitar el desplazamiento de las placas durante el proceso de soldadura. Igualmente, para los ensayos sin material de aporte se realizó previamente la soldadura por puntos de la placa lisa y mecanizada.



Figura 9. Soldando ambas placas

Los microreactores iniciales se formaron con dos placas, una lisa y otra con canales mecanizados, dispuestas una encima de la otra, con o sin vidrio metálico en medio, como se muestra en la Figura 10.

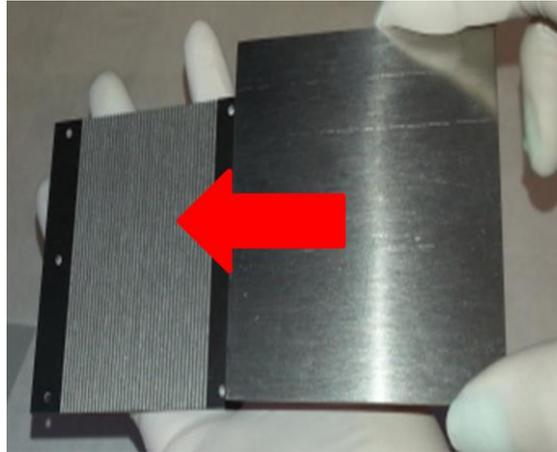


Figura 10. Acoplamiento de dos placas de Fecralloy

3.5 Acoplamiento de más de dos placas, microreactor de 3 pisos

En la Figura 11 se muestran las láminas utilizadas para formar el microreactor de fecralloy de 3 pisos. Se utilizaron 5 placas micromecanizadas y una lisa, colocándose formando 90° entre sí, para lograr el sentido en contracorriente, como se muestra en la Figura 12.

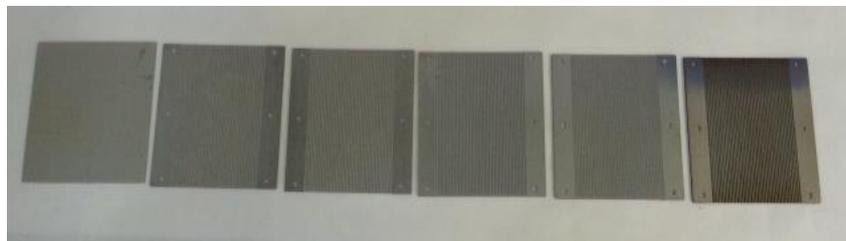


Figura 11. Láminas del microreactor de 3 pisos en contracorriente

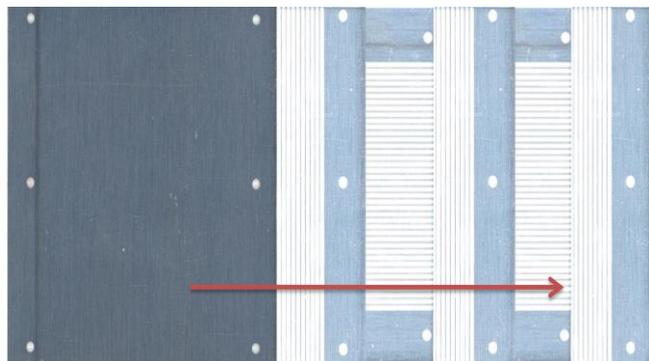
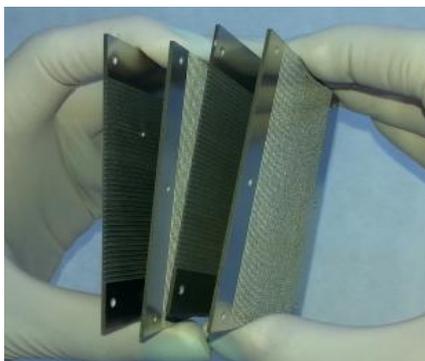


Figura 12. Acoplamiento de las láminas para microreactor de fecralloy de 3 pisos

3.6 Proceso de soldadura por difusión con y sin material de aporte

Los tratamientos de soldadura por difusión se realizaron en una máquina electromecánica (Microtest) (Figura 13) que consta de un sistema de aplicación de presión, un sistema de protección contra la oxidación (cámara de protección-horno) y un sistema de aplicación de calor que utiliza dos termopares, uno prácticamente en contacto con la pieza a soldar y otro que controla la temperatura del horno. Se utilizaron dos juntas de bidón que permitieron un óptimo contacto entre el horno y la parte inferior del equipo. Las variables que se controlaron durante el proceso fueron: la temperatura, el tiempo y la carga. Antes de cada ensayo se realizaron purgas con argón y vacío, para eliminar posibles impurezas que se encuentren dentro del horno y garantizar la estanqueneidad en el interior del mismo, a partir de los cuales se trabajó en flujo de argón (20 ml/min). Para la soldadura el calentamiento se realizó a 10°C/min hasta 950°C, con un tiempo de estabilización de 8 h. Una vez finalizado el tiempo del proceso, se llevó a cabo el enfriamiento controlado hasta temperatura ambiente.

La adquisición de datos se registró durante todo el proceso de soldadura con el software SCM 30095.12.4, el cual almacena la temperatura, el tiempo, la fuerza y la posición (o deformación de la pieza), e indica los pasos a seguir durante el proceso de soldadura. Se comienza a almacenar información desde que la célula de carga contacta con la pieza, hasta que el sistema alcanza 202°C durante el enfriamiento. La fuerza aumenta a una velocidad constante de 200 N/s hasta el valor de la carga del ensayo deseado. Una vez finaliza la adquisición de datos, la célula se descarga para recuperar la muestra soldada.

Antes de comenzar el ensayo se configuraron las condiciones del mismo, las cuales se detallan a continuación:

- Alarma de fuerza máxima: 10kN por encima de la de trabajo.
- Alarma de fuerza mínima: -0,3kN.
- Carga de fluencia: Carga de trabajo experimental.
- Velocidad del ensayo: 200 N/s.

- Temperatura de control del ensayo: 2°C menor que la de trabajo, 948°C.
- Tiempo de estabilización de la carga: 8h.
- Velocidad de calentamiento de 10°C/min hasta alcanzar la temperatura deseada.
- Velocidad de bajada de 100°C/min hasta 200°C. A partir de este valor el software no controla el descenso de temperatura.

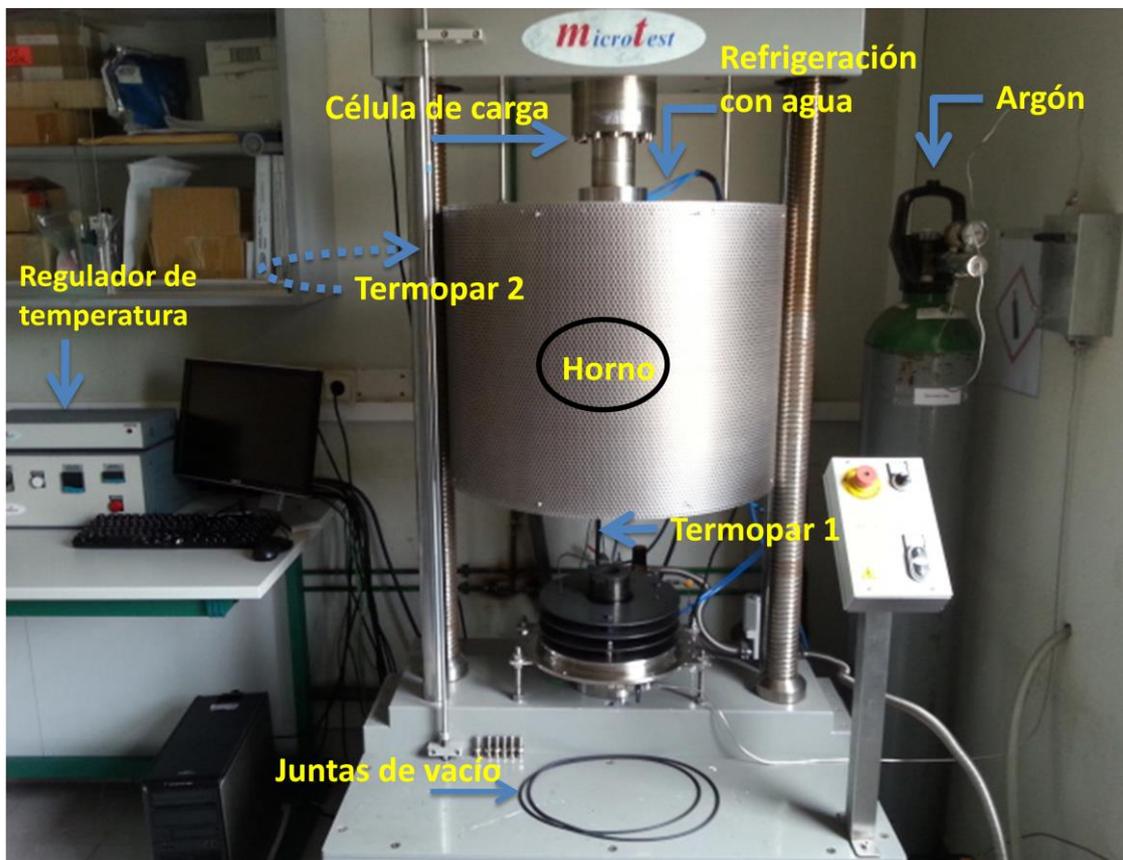


Figura 13. Equipo de soldadura por difusión empleado

Tras configurar las características del ensayo se dispusieron las placas del microreactor dentro del horno de soldadura. En la Figura 14 se muestra la disposición de las piezas dentro del horno de soldadura. Se utilizaron dos útiles de acero para asegurar la altura adecuada y de esta forma garantizar el contacto entre la célula de carga y las piezas a soldar, además se colocaron cuatro aislantes cerámicos dispuestos entre cada parte metálica para evitar la soldadura entre los útiles.

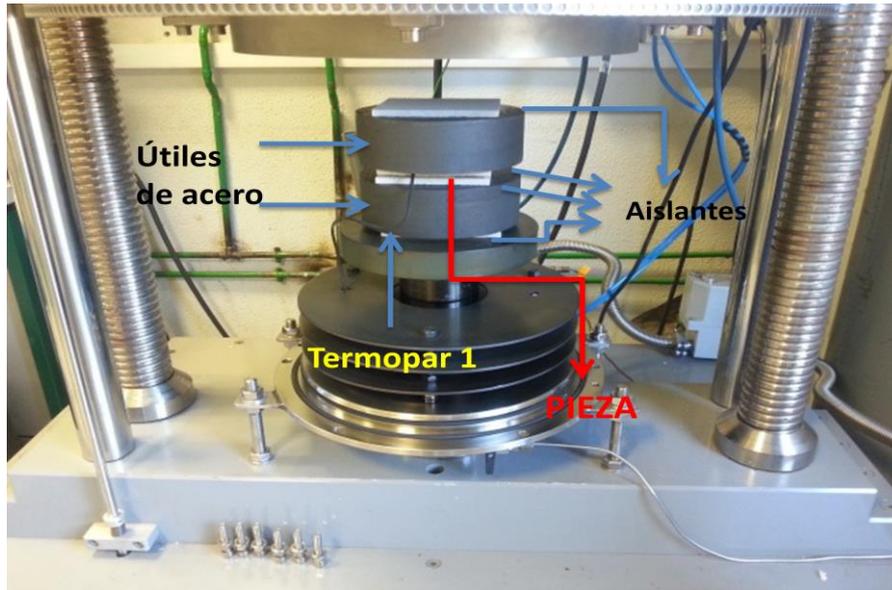


Figura 14. Disposición de las piezas del microreactor dentro del horno de soldadura

3.7 Ensayos realizados

3.7.1 Ensayos de soldadura por difusión de ACX845

Tabla 4. Condiciones de los ensayos con placas de ACX845 35x100x1,3 mm³

Material	Fuerza	Temperatura máxima	Tiempo de estabilización	Presión	Nº de placas - Nº microreactores	Material de aporte
ACX 845	50 kN	950°C	8 h	14 MPa	2 - 1	Si
ACX 845	27 kN	950°C	8 h	7,8 MPa	2 - 1	Si
ACX 845	14kN	950°C	8 h	4 MPa	2 - 1	Si
ACX 845	5 kN	950°C	8 h	1,4 MPa	2 - 1	Si
ACX 845	5 kN	950°C	8 h	1,4 MPa	20 - 10	Si
ACX 845	5 kN	950°C	8 h	1,4 MPa	2 - 1	No

3.7.2 Ensayos de soldadura por difusión de fecralloy

Tabla 5. Condiciones de los ensayos con placas de Fecralloy 70x70x1 mm³

Material	Fuerza	Temperatura máxima	Tiempo de estabilización	Presión	Nº de placas - Nº microreactores	Material de aporte
Fecralloy	50 kN	950°C	8 h	10,2 MPa	2 - 1	Si
Fecralloy	26 kN	950°C	8 h	5,3 MPa	2 - 1	Si
Fecralloy	15 kN	950°C	8 h	3MPa	2 - 1	Si
Fecralloy	10kN	950°C	8 h	2MPa	2 - 1	Si

3.7.3 Soldadura de microreactor de fecralloy con placas de 70x70x1 mm³

Microreactor de 3 pisos a 10 kN con un espesor final de 6,1 mm con las condiciones mostradas en la Tabla 6.

Tabla 6. Condiciones para la fabricación del microreactor de fecralloy de 3 pisos

Material	Fuerza	Temperatura máxima	Tiempo de estabilización	Presión	Nº de placas - Nº microreactores	Material de aporte
Fecralloy	10 kN	950°C	8 h	2 MPa	6 - 1	Si

3.8 Caracterización de la zona soldada

3.8.1 Preparación de las muestras para su observación en el microscopio SEM

Tras realizar la soldadura de las piezas del microreactor se cortaron para observar su sección transversal. Las piezas cortadas se embebieron en resina, luego se realizaron lijados con papeles abrasivos de SiC de granos progresivamente decrecientes (240, 400 y 600), refrigerados con agua. Después de cada paso se limpió la probeta con agua para eliminar los granos abrasivos y restos del material remanentes sobre la superficie. A continuación, se pulieron con paños de tejido similar al terciopelo, sobre los que se añadió pasta de diamante de 20, 8 y 2 μm de tamaño de grano.

Finalmente se lavó exhaustivamente con jabón, agua y etanol la pieza, para su posterior caracterización mediante Microscopía Electrónica de barrido (SEM).

3.8.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM) y microanálisis de energía dispersiva de rayos X(EDX)

La microscopía electrónica de barrido (SEM, Scanning Electron Microscopy) agrupa un conjunto de técnicas que permiten la caracterización morfológica, estructural y de composición de superficies sólidas mediante imágenes con diferente grados de resolución. Se basa en el principio de la microscopía óptica en la que se sustituye el haz de luz por un haz de electrones, con esto se consigue una resolución muy superior a la de cualquier instrumento óptico. Su funcionamiento consiste en hacer incidir un

barrido de haz de electrones sobre la muestra. La muestra (salvo que sea conductora) está generalmente recubierta por una capa fina de oro o carbón, lo que le otorga propiedades conductoras. Al alcanzar el haz la superficie de la muestra se generan las siguientes partículas: (i) electrones retrodispersados: extraídos de la muestra por el haz de electrones incidente ofreciendo información sobre la morfología superficial de la muestra; (ii) electrones secundarios: son reflejados elásticamente por los átomos de la muestra y dan información sobre la distribución de elementos químicos en la misma; (iii) fotones con energías en el rango de los rayos X: esta radiación se produce por el retorno a su estado de equilibrio de átomos previamente excitados por un haz de electrones muy energético; (iv) fotones con energías en el rango visible del espectro: esto permite el análisis de la composición local e identificación de estructuras. El microscopio se encuentra internamente equipado con detectores que recogen la energía de los electrones y la transforman en imágenes ^[45,46].

Para el estudio por SEM/EDX de la microestructura y el microanálisis de la zona soldada se utilizó un microscopio Hitachi S4800. En las condiciones generales, se trabajó con detectores de electrones secundarios, se empleó un voltaje de 20 keV, y aumentos de 1000X y 2000X. Previo al análisis por SEM, las muestras se metalizaron con oro en un metalizador TELSTAR EMITECH K-550, con control automático del tiempo e intensidad de emisión. Los metalizados se realizaron durante 4 ó 6 min con intensidades entre 25 y 30 mA.

3.8.3 Ensayos de disolución de precipitados

Para realizar la disolución de precipitados se seleccionaron las situaciones de carga más óptimas para soldar ambos aceros, donde los canales del microreactor no sufrieron deformación aparente. Los ensayos realizados se muestran en las Tabla 6 y 7; en todos los casos se usó una velocidad de calentamiento de 10°C/min hasta 1050°C, tras lo cual (i) se realizó un quenching hasta temperatura ambiente o (ii) se disminuyó lentamente la temperatura con una velocidad de enfriamiento de 5°C/min.

Tabla 7. Ensayos de disolución de precipitados en ACX845

Material	Temperatura máxima	Enfriamiento tras calentamiento y mantenimiento de la pieza un par de minutos a 105°C	Material de aporte
ACX 845 - 5 kN	1050°C	Agua (Quenching)	Si
ACX 845 - 5 kN	1050°C	Enfriamiento lento	Si
ACX 845 - 5 kN	1050°C	Agua (Quenching)	No
ACX 845 - 5 kN	1050°C	Enfriamiento lento	No

Tabla 8. Ensayos de disolución de precipitados en fecralloy

Material	Temperatura a máxima	Enfriamiento tras calentamiento y mantenimiento de la pieza un par de minutos a 105°C	Material de aporte
Fecralloy - 10 kN	1050°C	Agua (Quenching)	Si
Fecralloy - 10 kN	1050°C	Enfriamiento lento	Si

3.8.4 Ensayos de microdureza

Para conocer la dureza de cada una de las muestras soldadas se realizó un ensayo de microdureza Vickers en un equipo Zwick 3212. El microindentador aplica 1 kg de carga sobre la muestra. Primero se genera una huella sobre la pieza, para después medirla y determinar la dureza. Se tomaron tres medidas diferentes de microdureza en cada una de las piezas, tomando una media entre las tres como la medida de la microdureza final.

En general el ensayo de dureza HV (Vickers) se caracteriza por:

- Ser un ensayo de microdureza por la magnitud de la carga y el tamaño del indentador.
- Medir la resistencia de un material a la deformación plástica localizada (significado relativo, no absoluto).
- La profundidad o tamaño de la huella resultante se relaciona con un número de dureza.
- Cuanto más blando es un material, mayor y más profunda es la huella y menor es el número de dureza.

- Penetrador: diamante tallado en forma de pirámide cuadrangular con 136° entre caras.
- El valor de la dureza es función de la diagonal de la huella, es decir, que es función del área de la pirámide.
- La medida de microdureza depende del valor de fuerza F en kgf (1-120) kg, de la media aritmética "d" entre las diagonales (d1 y d2 en mm) y del tiempo de análisis (10-15 s) (Figura 15).

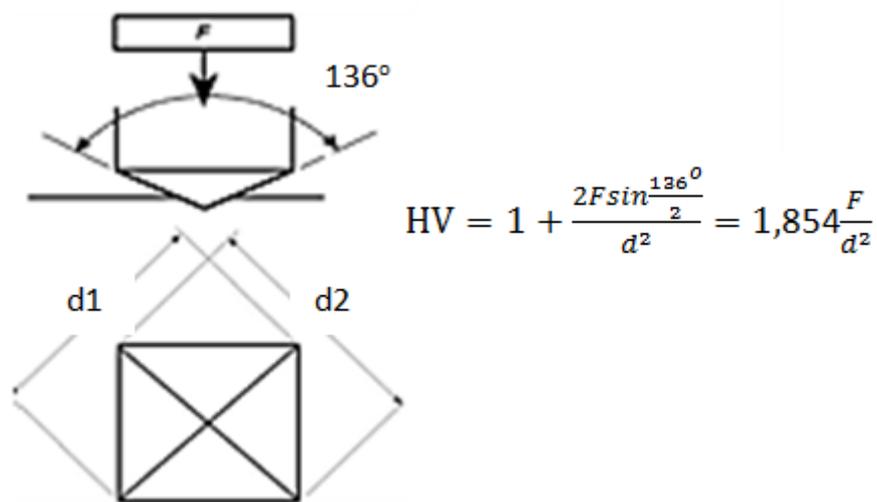


Figura 15. Huella y parámetros del indentador para medidas de microdureza tipo Vickers.

Las ventajas del ensayo de dureza Vickers son: (i) aporta resultados universales, (ii) el valor es independiente de la carga, (iii) con único penetrador se mide una amplia gama de materiales, (iv) posibilidad de medir piezas delgadas, (v) se puede medir dureza superficial.

En la Figura 16 se muestra una de las huellas dejadas por el indentador para medir la microdureza del feccralloy soldado a 10 kN tras realizar el tratamiento térmico de quenching para la disolución de precipitados.

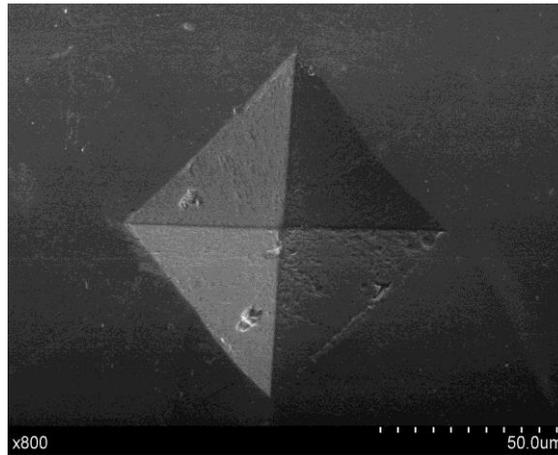


Figura 16. Micrografía SEM de la huella dejada por indentador.

Las precauciones que deben tomarse antes del ensayo son: (i) la superficie debe estar lisa y perpendicular al eje de aplicación de la carga, (ii) superficie pulida y libre de óxidos, grasa y carburos.

4. Resultados y discusión

4.1 Soldadura por difusión de microreactores de ACX 845

4.1.1 Soldadura a 50 kN (14 MPa), 950°C, 8h con vidrio metálico

La Figura 17 muestra la curva del tratamiento de soldadura con el tiempo, la temperatura (en azul), la posición-deformación (en rojo) y la fuerza (en verde) obtenido para este ensayo. Con el gráfico de la temperatura se observa si el calentamiento y enfriamiento han sido los deseados, con el de la carga se controla que la carga haya sido realmente la seleccionada y con el de la posición se observa si la pieza se ha contraído o fluido durante el ensayo de soldadura. Con 50 kN a medida que se aumenta la temperatura la pieza se comprime. A 950°C la gráfica de la posición con respecto al tiempo no se mantiene estable, la no linealidad de esta gráfica con la aplicación de la carga cuando la temperatura y la carga alcanzan los valores deseados, sugiere la deformación de la pieza y por lo tanto la de los canales del microreactor (ver la zona marcada en la Figura 17), los cuales efectivamente estaban embebidos en la lámina lisa y deformados. Durante el enfriamiento la pieza se dilata significativamente. A partir de esta figura se concluye que la carga de 50 kN es elevada y deforma los canales del microreactor.

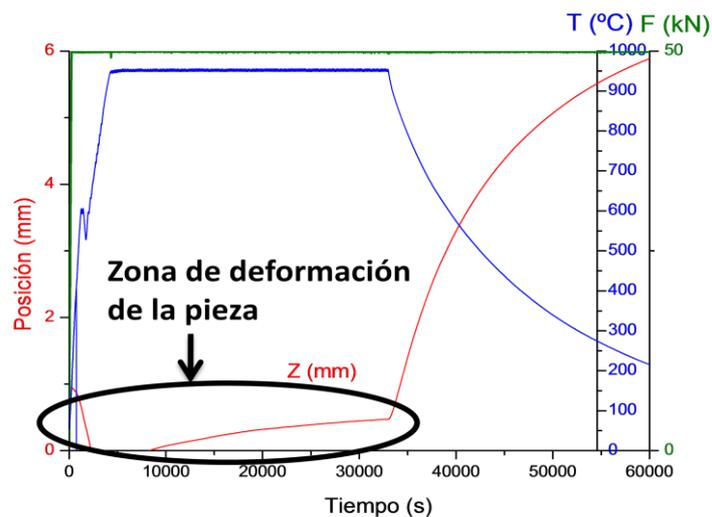


Figura 17. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de ACX 845 a 50 kN, 950°C, 8h

La Figura 18 muestra la micrografía SEM de la zona soldada de ACX 845, 50 kN y la Figura 19 el análisis "mapping" por elementos, para determinar cuáles elementos han difundido mejor y cuáles han formado precipitados. Se sigue el mapping del Al, Cr, Fe, Nb, Ni, O, Si y Ti. La zona soldada se observa aproximadamente en la mitad de la imagen (Figura 18). Se observan zonas más oscuras, alargadas longitudinalmente en ambos extremos de la zona soldada, al igual que otras zonas menos oscuras dispuestas transversalmente en forma de agujas. El Al, Cr, Fe, Nb y Ti están presentes en la aleación y difunden hacia la zona soldada. El Si y Ni se encuentran presentes mayoritariamente en el vidrio metálico y difunden hacia ambas placas. Si la difusión de todos estos elementos es alta, la calidad de la soldadura será mejor.

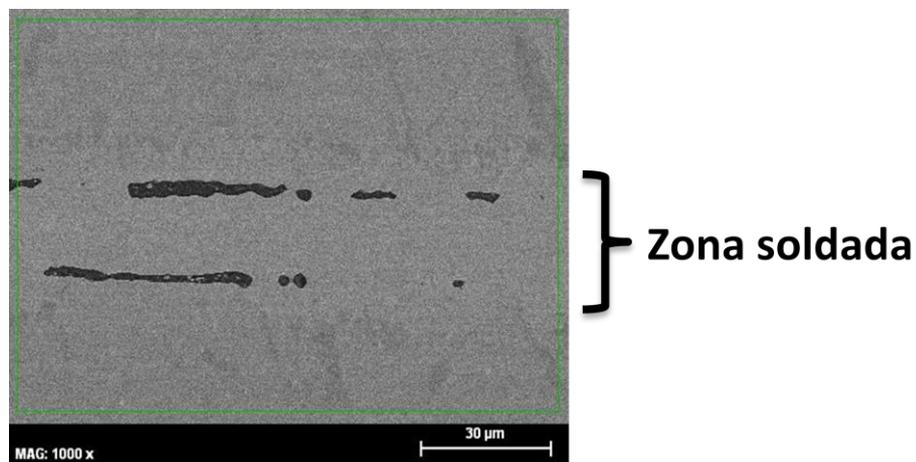


Figura 18. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de ACX 845 a 50 kN

En la Figura 19 se observan las zonas más oscuras de la Figura 18, que corresponden a SiO_2 y las zonas menos oscuras a precipitados de Cr. Estos precipitados, pueden en cierta medida obstaculizar y actuar como barrera para la difusión del níquel hacia la zona soldada, e incluso del hierro y del cromo, empobreciendo la soldadura. Se observan también algunos precipitados de aluminio, simultáneamente con precipitados de titanio y de niobio. Estos precipitados pueden ser carburos de titanio y carburos de niobio puesto que ambos elementos tienen gran afinidad con el Carbono. Si se forman más carburos de Ti o Nb se puede inhibir la formación de carburos de cromo y con ello, se lograría, dejar al cromo en solución^[21,22-21].

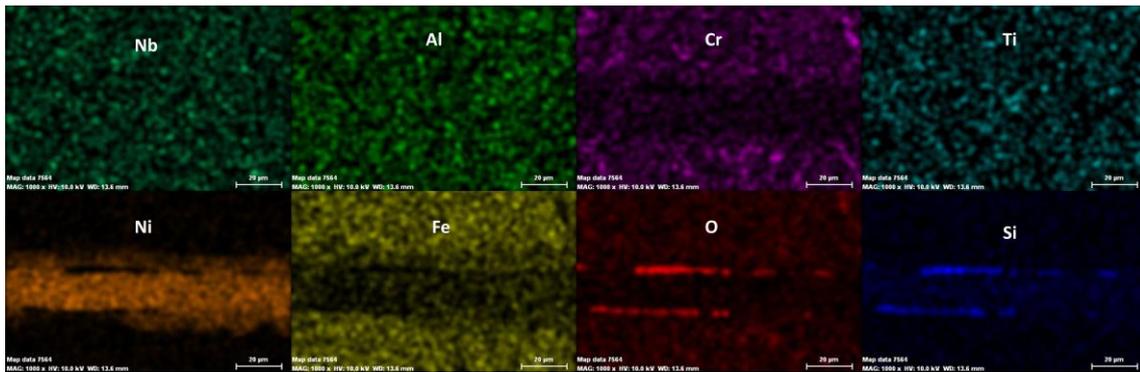


Figura 19. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 50 kN

El "análisis en línea" de la soldadura a 50 kN se muestra en la Figura 20, la flecha verde indica el sentido del análisis. La difusión de silicio parece algo mejor, ya que se evitó tomar la zona de precipitados más oscura en este análisis.

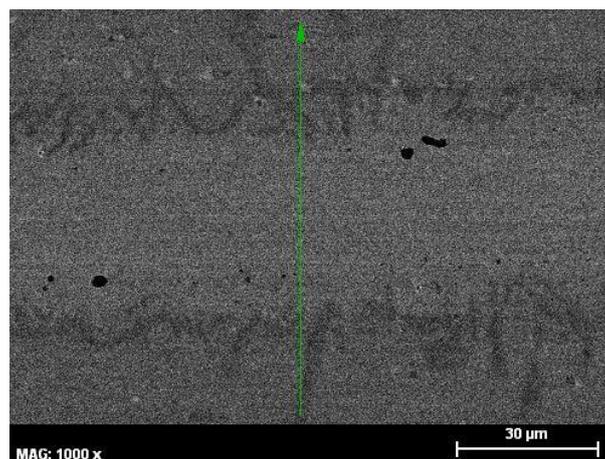


Figura 20. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 50 kN

La Figura 21 muestra los resultados del análisis en línea. Las señales de Ni y Si son intensas en el centro de la zona soldada, aunque como era de esperar, la del Ni es mucho mayor debido a su mayor porcentaje en la composición del vidrio metálico. El Ni se difunde desde el centro de dicha zona hacia los extremos, donde su difusión parece ser interrumpida por la aparición de un pico de Cr, posiblemente precipitados de Cr que pueden obstaculizar la buena difusión de este elemento. Los picos de Cr

coinciden con picos de oxígeno, dos a ambos lados de la zona central y uno en la zona izquierda, coincidiendo este último con precipitados en forma de aguja observados en la Figura 18. Este resultado indica que se generan óxidos de cromo. El Fe intenta difundir hacia el interior de la zona soldada, pero finalmente permanece en los extremos de dicha zona como se observó en la Figura 19. El Al se encuentra constante a lo largo de todo el espesor de la zona soldada, lo que sugiere una buena difusión a pesar de la formación de algunos precipitados como se muestra en la Figura 19. No se observan precipitados de Ti, sin embargo se forma un precipitado de Nb de color blanco cercano a 71 μm .

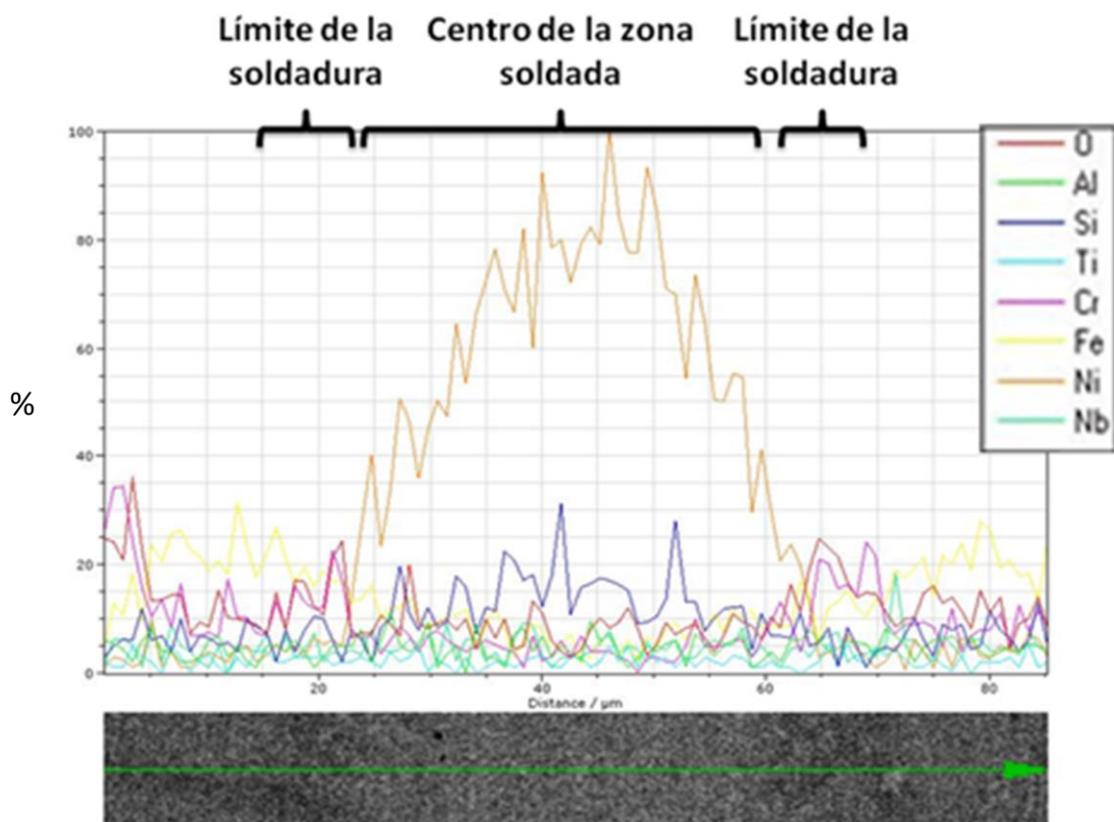


Figura 21. Análisis en línea de la zona de soldadura del microreactor de ACX 845 a 50 kN

Con el fin de determinar de qué están formados los precipitados más oscuros y las agujas de la Figura 18, se realiza un análisis en línea pasando por ambas zonas (Figuras 22 y 23).

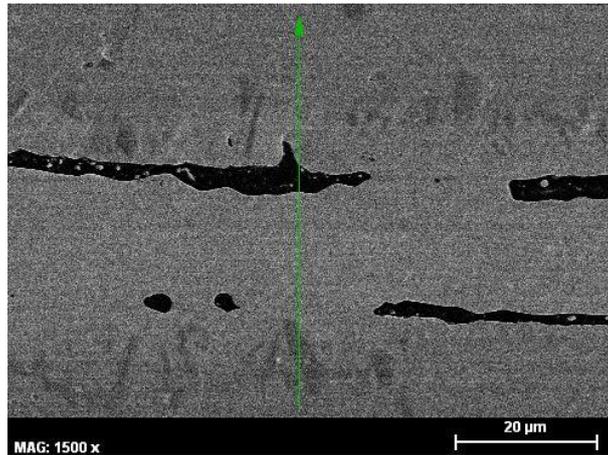


Figura 22. Zona para el análisis en línea de los sectores más oscuros y las agujas de la Figura 18, soldadura del microreactor de ACX 845 a 50 kN

Efectivamente los precipitados más claros con forma de aguja están formados por óxidos de cromo y los más oscuros por óxidos de silicio. También se observa que la intensidad de la señal del níquel disminuye rápidamente al llegar a la zona de estos precipitados, lo que se traduce en baja difusión del níquel. En los límites de la soldadura sin SiO_2 se observa la mejor difusión del Ni hacia ambas láminas del microreactor (Figura 19). Si se evita la formación de precipitados, se mejora la difusión de los elementos y con ello, se favorece la soldadura de los materiales.

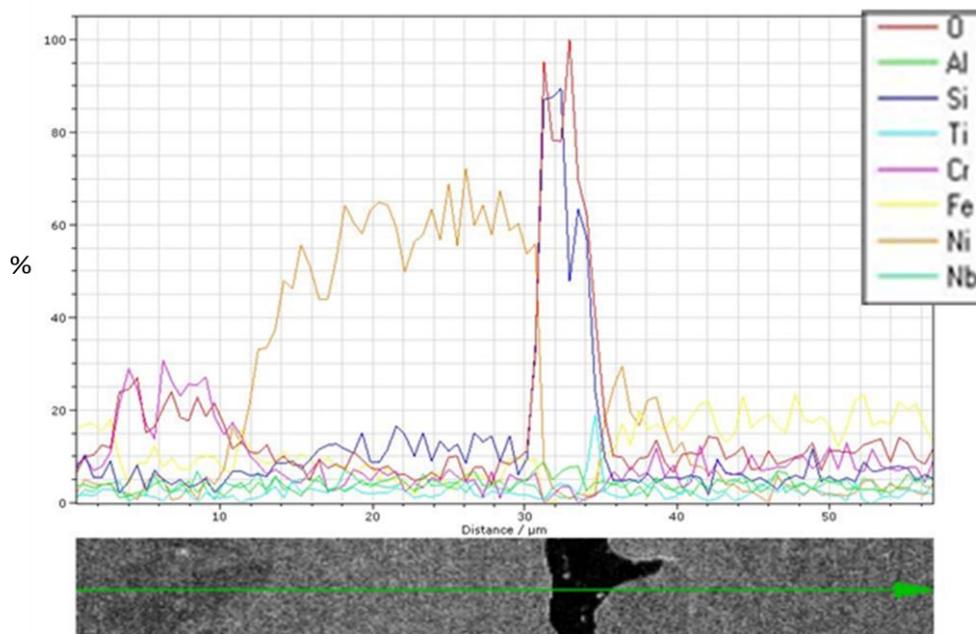


Figura 23. Análisis en línea de las zonas más oscuras y agujas de la Figura 18, soldadura del microreactor de ACX 845 a 50 kN

La presencia de óxido de silicio inhibe la difusión de los elementos, pero a la vez también actúa como capa protectora, puesto que evita la posible propagación de la corrosión^[47]. El óxido de silicio puede deberse al del vidrio metálico usado como material de aporte o al propio acero ACX 845.

4.1.2 Soldadura a 27 kN (7,8 MPa), 950°C, 8h con vidrio metálico

En este segundo ensayo se disminuyó la carga hasta un valor cercano a la mitad del primer ensayo, sin embargo con este valor la pieza se deformó nuevamente. En la Figura 24 se muestran las curvas del tratamiento de soldadura obtenidas para este ensayo. Los resultados de este ensayo son muy similares a los obtenidos con 50 kN, la curva de deformación-posición no es estable con la temperatura y la fuerza, sugiriendo la deformación del microreactor.

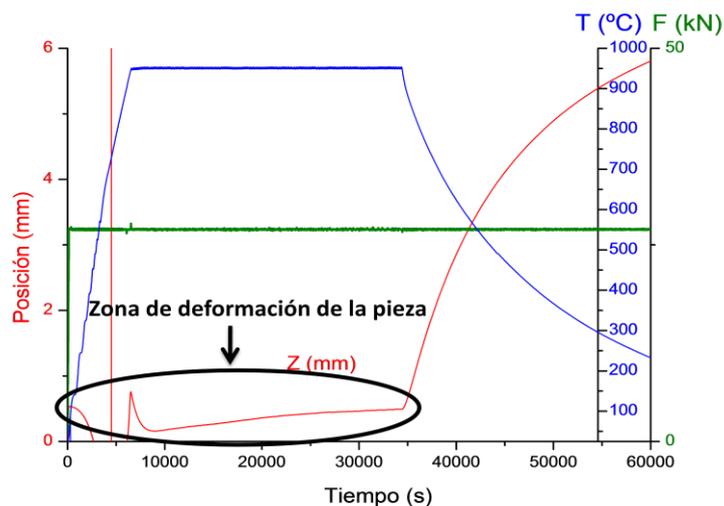


Figura 24. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de ACX 845 a 27 kN, 950°C, 8h

En la Figura 25 se muestra la micrografía SEM del ensayo a 27 kN. De nuevo se observan precipitados de óxido de silicio (marcado como 1 en la Figura 25), y precipitados de cromo en forma de agujas (marcado como 2 en la Figura 25) en especial en la parte inferior de la soldadura. Se observan además pequeñas zonas blancas en el interior de las zonas enriquecidas con silicio (marcado como 3 en la

Figura 25). Estas últimas no parecieron en el ensayo a 50 kN. El mapping por elementos de la zona soldada de la Figura 25 se muestra en la Figura 26.

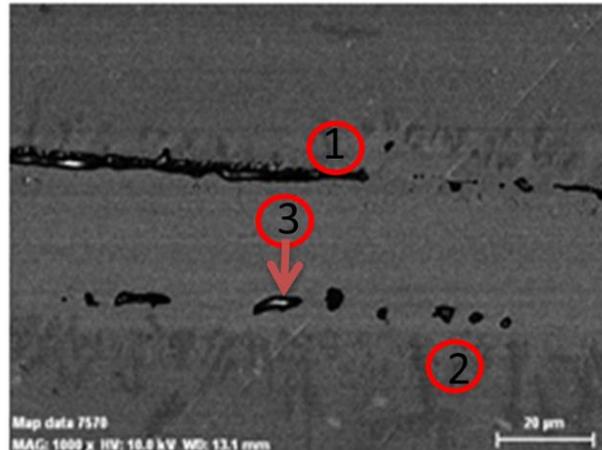


Figura 25. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de ACX 845 a 27 kN

En la Figura 26 se observa de nuevo óxido de silicio en ambos extremos de la zona soldada, el cual puede actuar como barrera para la difusión del níquel y del hierro, como se observa en la mitad izquierda del mapping del níquel. Se favorecen de nuevo precipitados de cromo en forma de aguja en ambos extremos de la zona soldada, los cuales al parecer aumentan en número a los observados a 50 kN. A 27 kN los puntos más brillantes del mapping de Cr no coinciden con el mapping de oxígeno, lo que sugiere que en este caso se forman menos óxidos de cromo en comparación con 50 kN, y que estos precipitados pueden ser en su mayoría carburos de cromo. Simultáneamente se observan algunos precipitados de niobio, que coinciden con las zonas grisáceas ubicadas en la parte inferior de la Figura 25. Estos precipitados de niobio posiblemente sean carburos de niobio. También se continúan observando algunos precipitados de aluminio, y no se observan grandes precipitados de titanio.

La Figura 27 señala la zona de soldadura seleccionada para el análisis en línea de esta muestra.

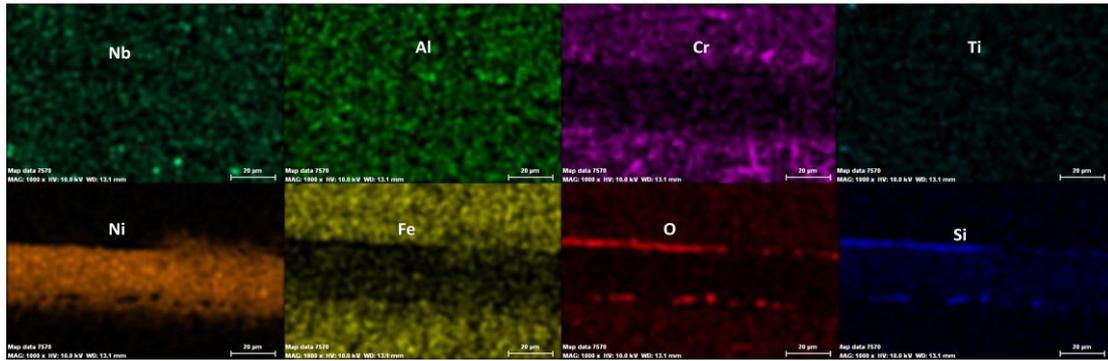


Figura 26. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 27 kN

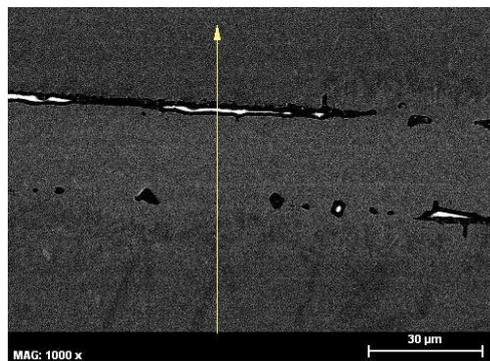


Figura 27. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 27 kN

La línea seleccionada atraviesa los tres tipos de zonas en estudio (1, 2, 3) de la Figura 25. El níquel difunde desde el centro de la soldadura hacia los extremos, hasta encontrarse con una barrera de óxido de silicio en un extremo, el precipitado más oscuro (zona 1), y con precipitados de cromo (zona 2) en el otro extremo. La señal de cromo no coincide en gran medida con la señal de oxígeno, sugiriendo la formación de carburo de cromo en lugar de óxidos de cromo. Se observan además picos intensos de niobio y titanio en la parte inferior de la soldadura, los cuales coinciden con las zonas más grisáceas. Con el análisis en línea mostrado en la Figura 28 no se determina claramente la clase de precipitado 3 observado en la Figura 25. Sin embargo se podría relacionar con precipitados de aluminio, puesto que esta zona coincide de manera aproximada con un pico de este elemento, o incluso podría ser óxido de silicio. En general la difusión del Al es menor, ya que se observan más picos de precipitados de Al en el análisis en línea en comparación con el ensayo a 50 kN.

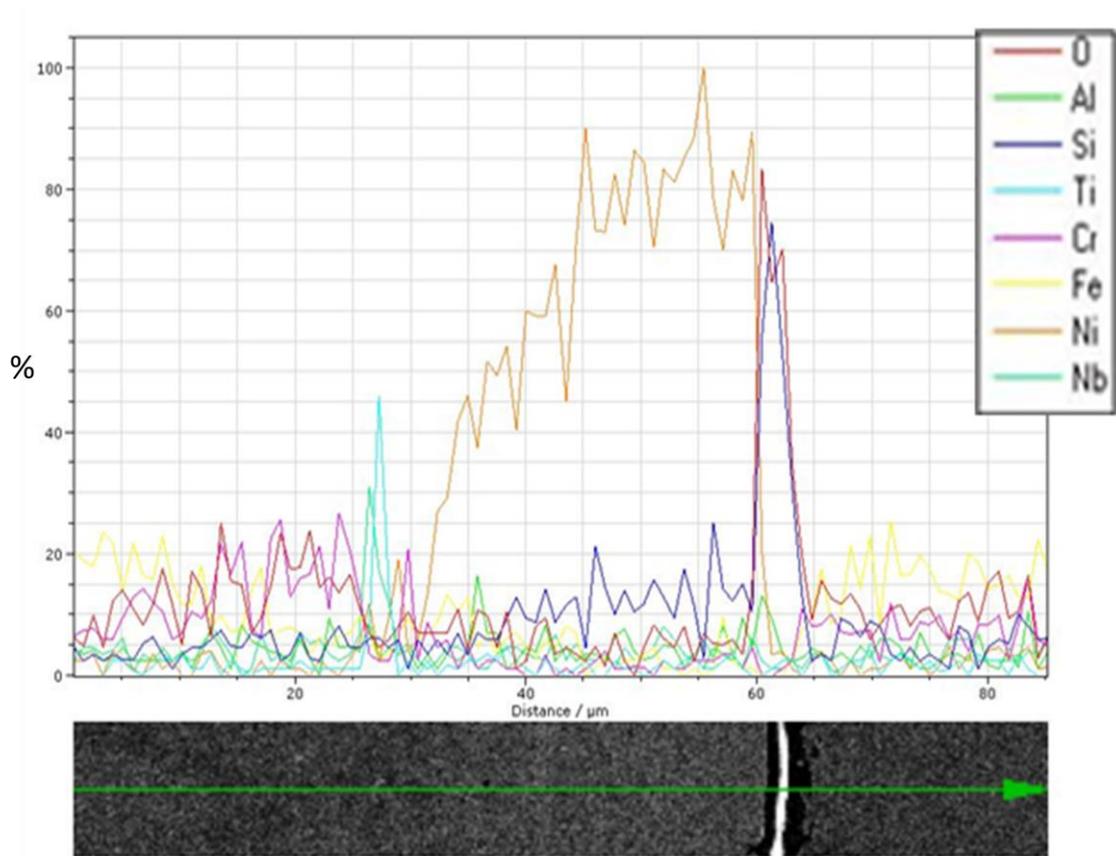


Figura 28. Análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 27 kN

4.1.3 Soldadura a 14 kN (4 MPa), 950°C, 8h con vidrio metálico

Para este tercer ensayo se reduce la carga hasta un valor de 14 kN. En este caso la deformación macroscópica de los canales no fue tan severa como en los ensayos anteriores.

En la Figura 29 se observa que la gráfica de deformación-posición con el tiempo de soldadura no es lineal cuando la carga y la temperatura se mantienen estables, lo que sugiere de nuevo la deformación macroscópica de los canales. A pesar de esto, el perfil de la posición con el tiempo es más estable que en los dos ensayos anteriores, lo que sugiere que la carga óptima que no genera deformación macroscópica de los canales está cerca. En este caso la pieza se dilata 0,94 mm.

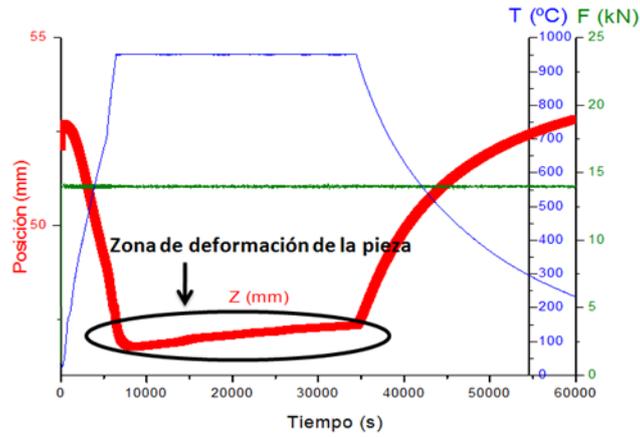


Figura 29. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de ACX 845 a 14 kN, 950°C, 8h

En la Figura 30 se muestra la micrografía SEM del ensayo a 14 kN. La cantidad de precipitado más oscuro (óxido de silicio) disminuye considerablemente en comparación con los ensayos anteriores, y se observan puntos aislados a lo largo del límite de la soldadura. Sin embargo los precipitados más claros con forma de aguja siguen estando presentes en gran cantidad. Para estudiar más detalladamente dicha zona se realiza el mapping por elementos (Figura 31).

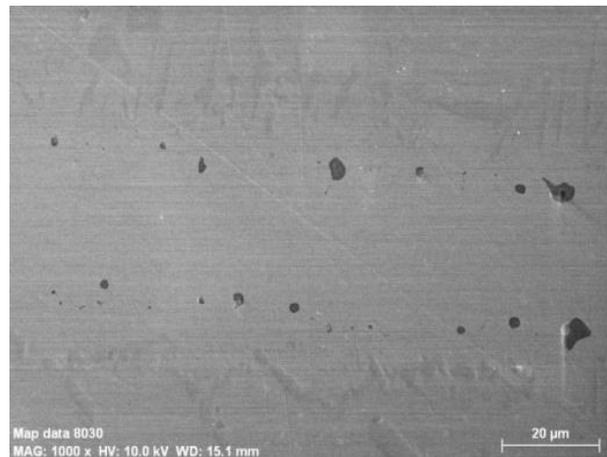


Figura 30. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de ACX 845 a 14 kN

En comparación con los ensayos a 50 y 27 kN, la difusión de todos los elementos, principalmente del níquel es mejor, puesto que seguramente al no existir la línea casi continua de óxido de silicio, la difusión de los elementos parece mejorar. Ocurre igual

con el hierro, a pesar de que en la zona interior de la soldadura sigue sin ser lo suficientemente homogénea en este elemento, ha difundido más que en los casos anteriores. Efectivamente el óxido de silicio es más puntual y se encuentra en menor medida con respecto a los ensayos anteriores. Los precipitados de cromo siguen estando presentes, sin embargo parecen estar en menor cantidad que los observados en los casos anteriores. Se resalta en este caso la formación de más precipitados de titanio, que pueden ser carburos de titanio, y no óxidos de titanio ya que el mapping no coincide con el del oxígeno.

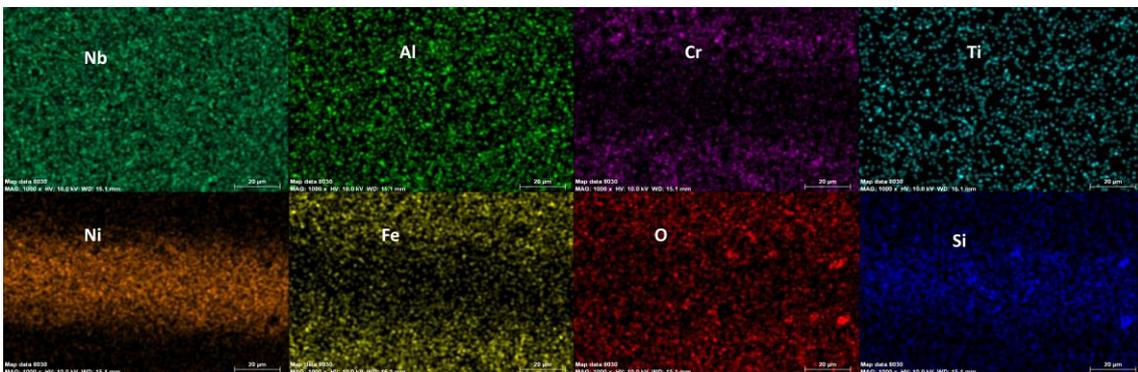


Figura 31. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 14 kN

La Figura 32 muestra la zona seleccionada y la dirección del análisis en línea (Figura 33) para la soldadura a 14 kN.

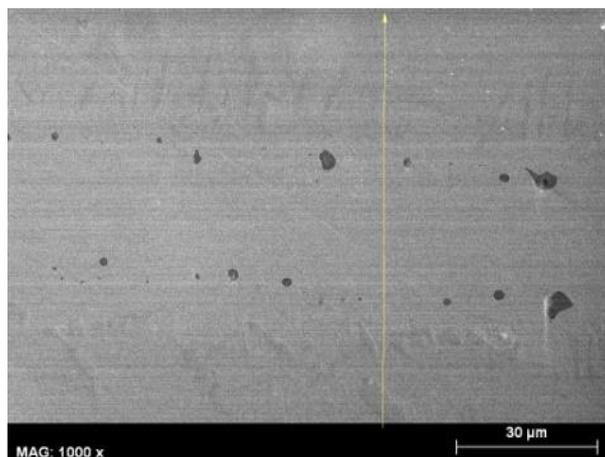


Figura 32. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 14 kN

El níquel difunde más que en los casos anteriores. Cuando disminuye la intensidad del pico de Ni se observa la aparición de picos de Cr a ambos extremos de la zona soldada, que coinciden con precipitados de Cr que a su vez obstaculizan la buena difusión de este elemento. En la parte inferior de la zona soldada el pico de Cr coincide con un pico de oxígeno, lo que indica la presencia de óxido de cromo, sin embargo en la parte superior el cromo alcanza un pico sin la presencia de oxígeno, que puede ser debido a carburos de cromo. Como era de esperar el Si aumenta su intensidad en la parte central de la soldadura, y luego disminuye al acercarse a ambos extremos de la soldadura, manteniéndose constante. No se observan picos de óxidos de silicio en los extremos de la soldadura tan intensos como en los ensayos anteriores. La señal de Nb en este caso se confunde con la señal de Au del metalizado previo a la pieza para su observación en el microscopio SEM. El Fe presenta buena difusión, aunque aumenta su presencia en ambos lados de la soldadura.



Figura 33. Análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 14 kN

4.1.4 Soldadura a 5 kN (1,4 MPa), 950°C, 8h con vidrio metálico

En este ensayo se disminuyó de nuevo la carga aplicada al microreactor hasta un valor para el cual se garantizó que no se producía una deformación macroscópica apreciable, el valor seleccionado fue de 5 kN, por debajo de este valor el software del equipo de soldadura no controla el valor de la carga aplicada.

A diferencia de los tres ensayos anteriores, cuando la carga y la temperatura se mantienen estables en 5 kN y 950°C respectivamente, el perfil de la posición con el tiempo es lineal (Figura 34), lo que sugiere que no se produce deformación macroscópica apreciable de los canales del microreactor. La Figura 35 muestra una fotografía de los canales del microreactor tras el ensayo de soldadura a 5kN, donde se observa que los canales conservan su forma y tamaño tras soldar el microreactor. La pieza del microreactor se dilata 1,3 mm.

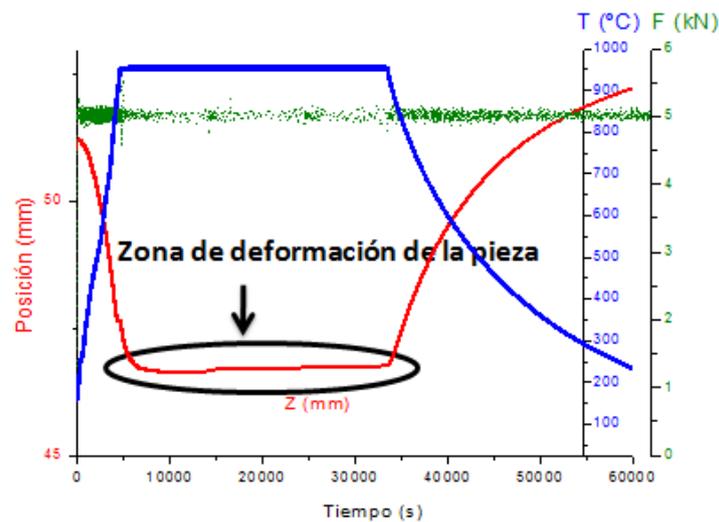


Figura 34. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de ACX 845 a 5 kN, 950°C, 8h



Figura 35. Canales del microreactor de ACX 845 a 5 kN, 950°C, 8h

En la Figura 36 se muestra la micrografía SEM de la zona soldada del microreactor ACX 845 a 5 kN. Se observan de nuevo zonas más oscuras (óxidos de silicio) similares a los observados a 14 kN, pero menos anchas y menos continuas con respecto a las observadas a 50 y 27 kN. Se siguen observando precipitados más claros con forma de agujas, los cuales delimitan de nuevo la zona de soldadura.

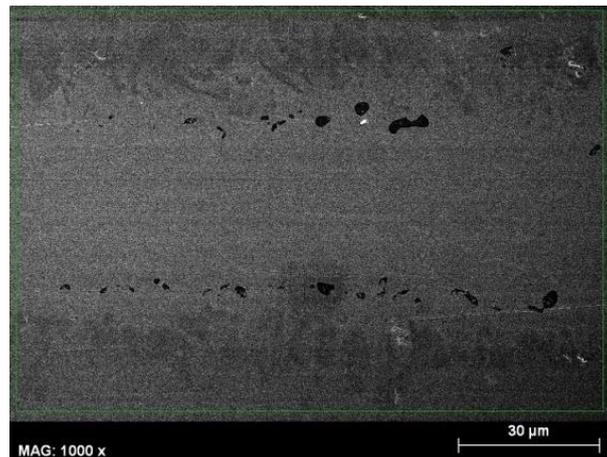


Figura 36. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de ACX 845 a 5 kN

En la Figura 37 se muestra el mapping por elementos de la soldadura a 5 kN, el cual es muy similar a lo obtenido a 14 kN. El níquel y el hierro difunden mejor, posiblemente por la baja presencia de óxidos de silicio en los extremos de la zona soldada. Se observan igualmente precipitados de cromo en forma de agujas, pero en menor cantidad que los obtenidos a 50 y 27 kN. También se observan precipitados de titanio, que al parecer aumentan en número con respecto a lo obtenido a 50 y 27 kN.

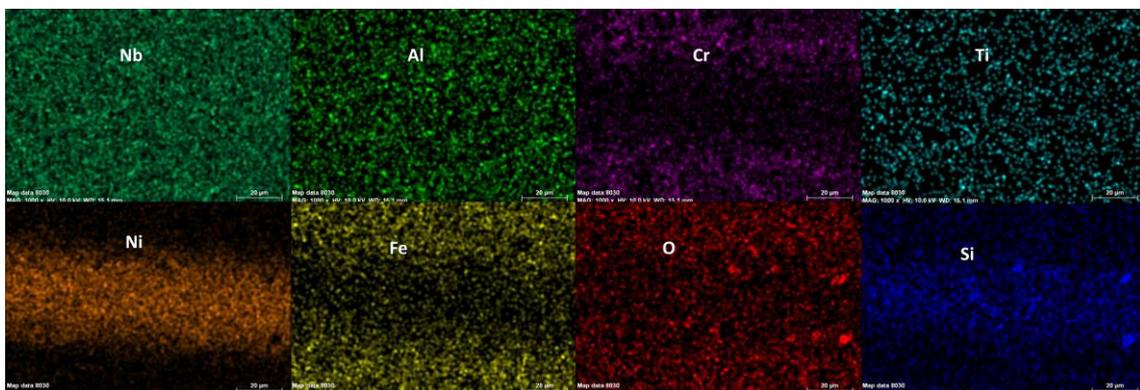


Figura 37. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 5 kN

Algunas zonas de la soldadura muestran una "línea" casi continua muy fina en un extremo de la soldadura (Figura 38), dicha línea puede estar compuesta por precipitados de óxido de silicio como en los casos de 50 y 27 kN, o pueden tratarse de grietas, en la Figura 39 se muestra el análisis en línea de dichas zonas.

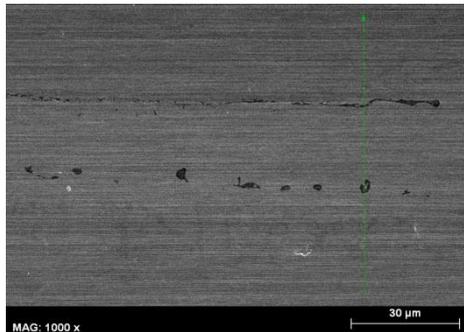


Figura 38. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 5 kN

Las zonas más oscuras redondeadas de la Figura 38 corresponden a óxidos de silicio. De nuevo el pico de níquel disminuye su intensidad cuando se encuentra con estos óxidos, sin embargo en este caso estos óxidos no evitan que todo el níquel difunda, puesto que alrededor 30 μm (Figura 39) se vuelve a observar un aumento en la cantidad de níquel. En cuanto al otro extremo de la zona soldada cerca de 59 μm , la línea fina observada coincide con un pico de Si y de O, lo que sugiere de nuevo que se trata de óxidos de silicio formado tras la soldadura. Este óxido de silicio de nuevo inhibe la difusión de Ni a través del acero. Simultáneamente se vuelven a observar los precipitados de cromo con forma de aguja mayoritariamente en la parte inferior de la Figura 38. El aluminio al igual que el hierro tienen una buena difusión a través de la zona soldada, aunque la presencia de este último en el interior de la soldadura vuelve a ser baja. La señal de niobio coincide con la señal de oro, del metalizado previo a la observación al microscopio, dificultando su análisis en línea.

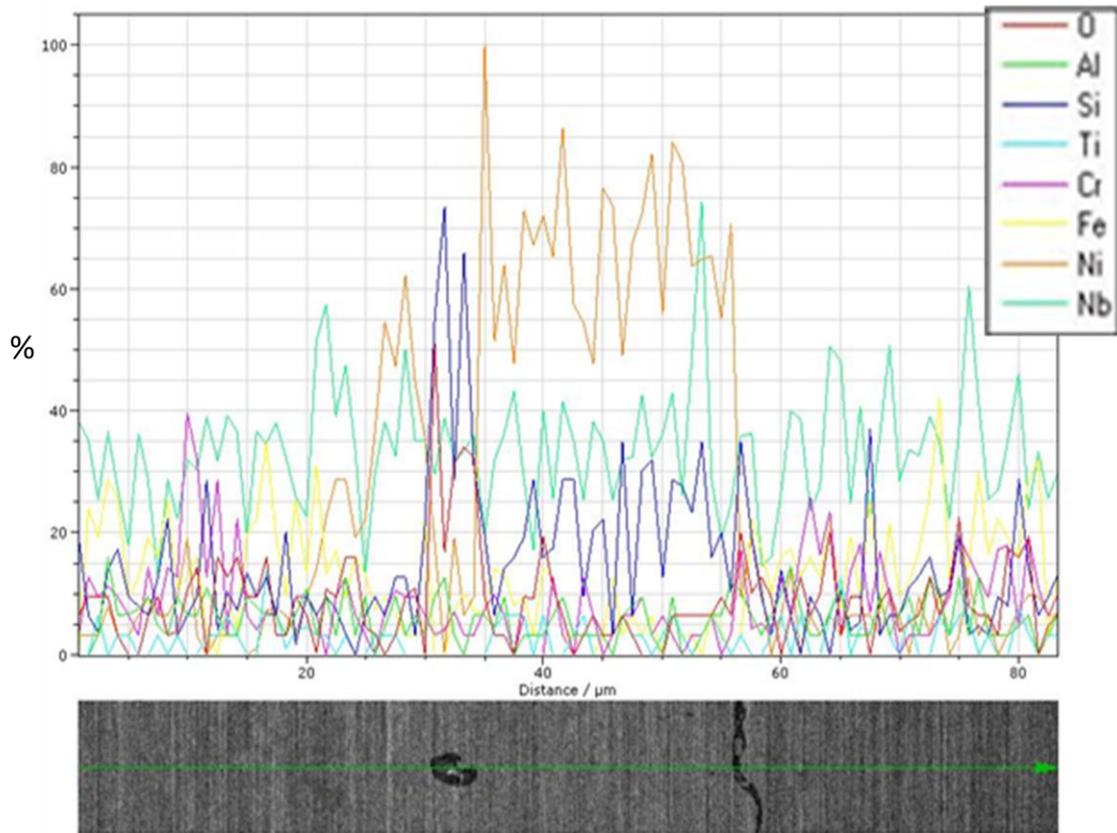


Figura 39. Análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 5kN

En la Figura 40 se muestran las gráficas del tratamiento de soldadura para 10 microreactores (Figura 41) soldados para una empresa externa, lógicamente los resultados son similares a los mostrados en la Figura 34. Se seleccionó una carga de 5 kN para evitar que la deformación macroscópica de los canales. Los 10 microreactores fluyeron en promedio 0,7 mm sin deformación.

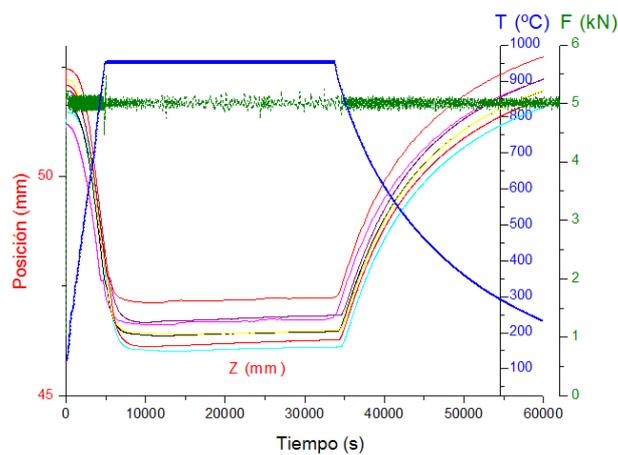


Figura 40. Curvas del tratamiento de soldadura de los 10 microreactores de ACX 845 a 5 kN, 950°C, 8h

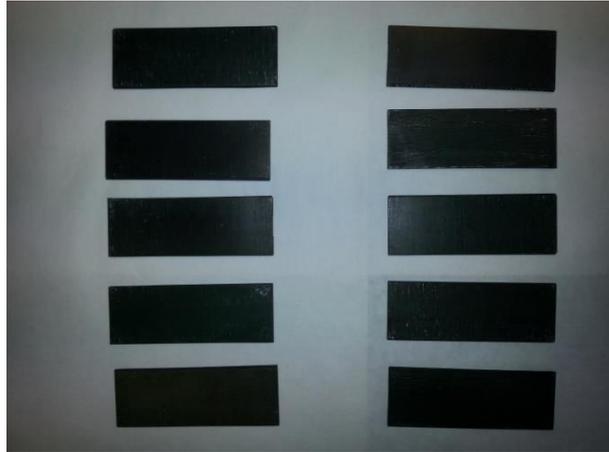


Figura 41. Microreactores soldados para empresa externa de ACX 845, 5kN

4.1.5 Soldadura a 5 kN (1,4 MPa), 950°C, 8h sin vidrio metálico

Una vez conocidas las condiciones en las que los canales del microreactor de ACX 845 no han sufrido deformación macroscópica apreciable, y que la zona soldada mostró buena difusión de los elementos, tanto de Ni como de Si, con una disminución apreciable del óxido de silicio en ambos extremos de la zona soldada, se realizó un nuevo ensayo sin vidrio metálico como material de aporte a 5 kN. Con este ensayo se quiere determinar si la formación de óxido de silicio se promueve por el uso de vidrio metálico o es debida a la migración del Si del propio acero del microreactor. Además, la fluencia del acero ACX 845 es alta^[8] con lo cual no necesitaría vidrio metálico para soldarse.

La curva de posición-deformación con el tiempo es muy similar a la mostrada en la Figura 34, donde la linealidad del perfil de posición con la estabilización de la temperatura y de la carga, sugirió la no deformación de los canales.

En la Figura 42 se observa la micrografía SEM de la zona soldada para este ensayo. La zona soldada es mucho más pequeña que en los casos anteriores, además se observan pequeños precipitados alrededor de la línea de soldadura, y se observan menos precipitados en forma de aguja. En general la soldadura es más homogénea y la formación de precipitados es menor con respecto a lo observado con vidrio metálico con 5 kN de carga (Figura 36).

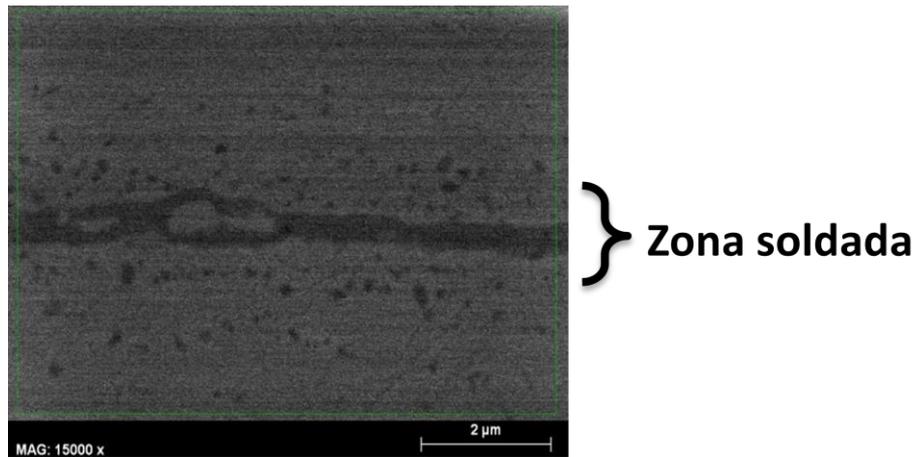


Figura 42. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de ACX 845 a 5 kN, sin vidrio metálico

En la Figura 43 se muestra el mapping por elementos de la soldadura a 5 kN sin vidrio metálico. La distribución de los elementos a través de la zona soldada parece más homogénea que lo observado con material de aporte. El hierro difunde muy poco por la zona soldada, su presencia en la parte central es casi nula. Los precipitados que se encuentran alrededor de la zona soldada son mayoritariamente de aluminio. La difusión del cromo es alta hacia la zona soldada. El mapping del cromo coincide con el oxígeno, lo que sugiere que los precipitados de la zona central con un color más oscuro son óxidos de cromo. Se forman además precipitados de titanio, ubicados en la parte central de la zona soldada y algunos precipitados puntuales de Nb. No se forman precipitados de Si y Ni, al encontrarse en poca concentración en el acero se muestra homogéneamente distribuido.

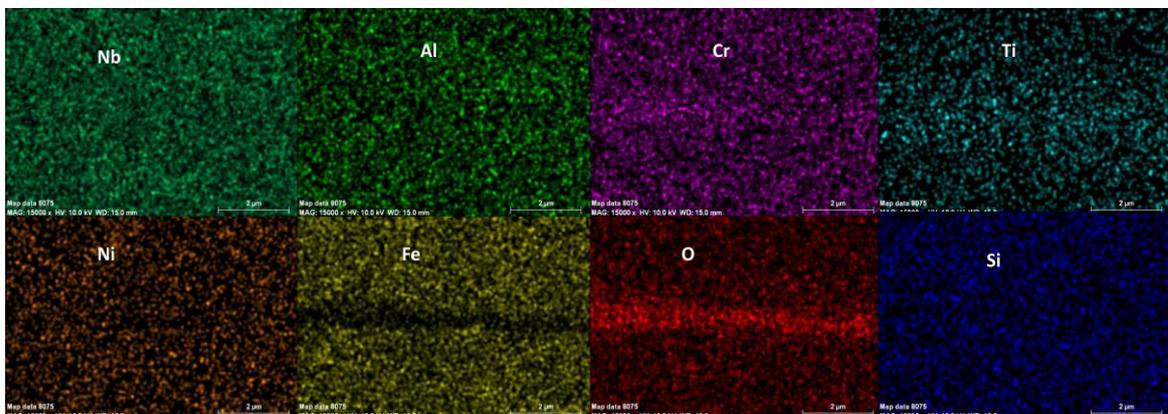


Figura 43. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 5 kN, sin vidrio metálico

En la Figura 44 se muestra la zona seleccionada y la dirección del análisis en línea (Figura 45) para la soldadura con 5 kN sin vidrio metálico.

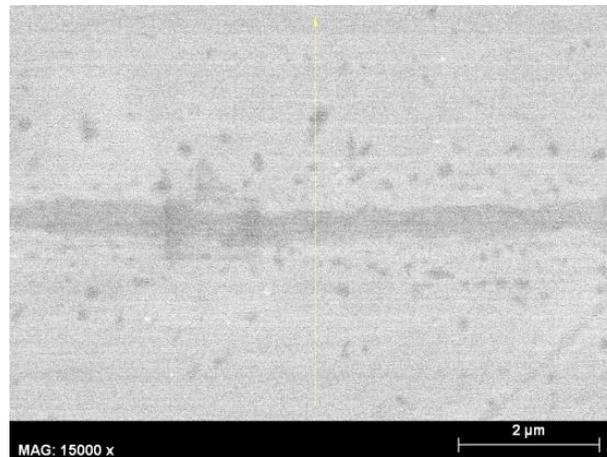


Figura 44. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 5 kN, sin vidrio metálico

El análisis en línea para la soldadura del ACX 845 a 5 kN sin material de aporte se muestra en la Figura 45. La señal de Nb coincide con la de Au del metalizado previo a la pieza, y por ello no se tiene en cuenta para el análisis. El hierro se mantiene constante en todo el ancho de la soldadura salvo en la zona central, donde disminuye su intensidad, probablemente por la presencia de óxido de cromo. El oxígeno se mantiene constante y en la zona central aumenta su intensidad, esta señal coincide con un pico de Cr, lo que indica la formación de óxido de cromo. Además del pico de Cr en la zona central, se observan otros a ambos lados de la zona soldada, que no coinciden con picos de oxígeno, lo que sugiere que pueden tratarse de carburos de cromo.

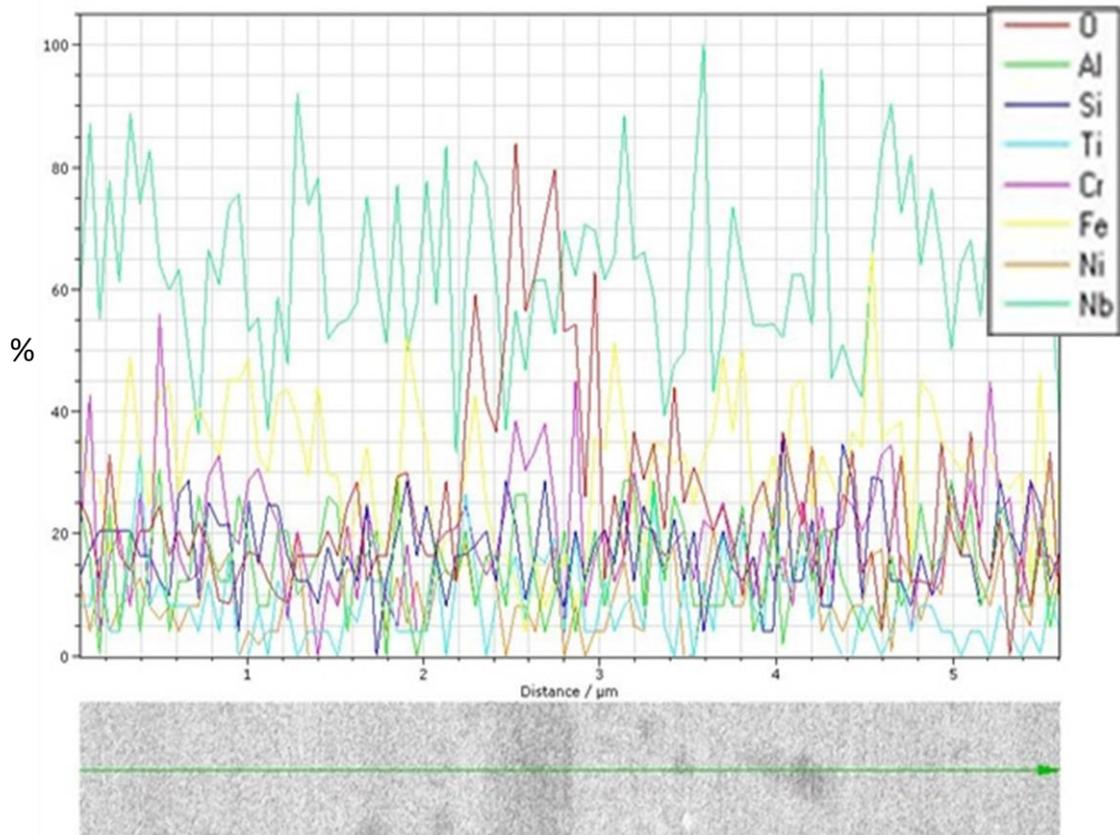


Figura 45. Análisis en línea de la zona soldada del microreactor de ACX 845 a 5kN, sin vidrio metálico

El análisis en línea muestra la difusión homogénea del Al, Ni, Si y Ti a través de la zona soldada. No se forman precipitados de SiO_2 en los límites de la soldadura, con lo que se comprueba que los óxidos de silicio encontrados en los demás ensayos de soldadura provienen del vidrio metálico usado como material de aporte y no de la migración de este elemento del acero hacia la zona de soldadura. Con base a los resultados de este ensayo se comprueba que con 5 kN no es necesario el uso de vidrio metálico para favorecer la soldadura de microreactores de ACX 845 y que además la formación de precipitados se disminuye y no se deforman los canales del microreactor.

4.2 Soldadura por difusión de microreactores de fecralloy con vidrio metálico

4.2.1 Soldadura a 50 kN (10,2 MPa), 950°C, 8h

En el primer ensayo con Fecralloy se seleccionó una carga similar a la que se seleccionó para el primer ensayo con ACX 845, sin embargo estas piezas son más grandes, y por tanto se está aplicando menos presión que en el caso de ACX 845.

La gráfica de deformación con el tiempo para la pieza del microreactor de feccralloy soldado a 50 kN se muestra en la Figura 46. Análogamente a los ensayos con ACX 845, se observa que la pieza se deforma, puesto que cuando la temperatura y la carga se mantienen estables, la posición de la pieza no lo es (no es lineal).

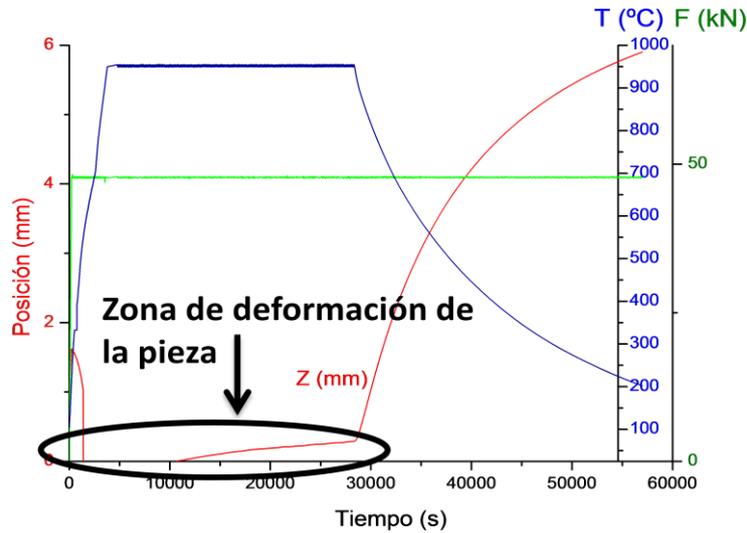


Figura 46. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de feccralloy a 50 kN, 950°C, 8h

La imagen de la Figura 47 muestra los canales embebidos en la placa lisa del microreactor de feccralloy soldado a 50 kN de carga.



Figura 47. Canales del microreactor de feccralloy soldado a 50 kN, 950°C, 8h

En la Figura 48 se observa la micrografía SEM de la zona soldada para el ensayo de feccralloy a 50 kN. De manera similar a los ensayos con ACX 845 se observan precipitados en forma de aguja, al igual que dos "líneas" de color más oscuro paralelas a la zona soldada, pero mucho más finas que en los de ACX 845, que pueden tratarse de grietas. Al realizar el mapping de la zona soldada (Figura 49) se observan diferencias con respecto a los casos de ACX 845.

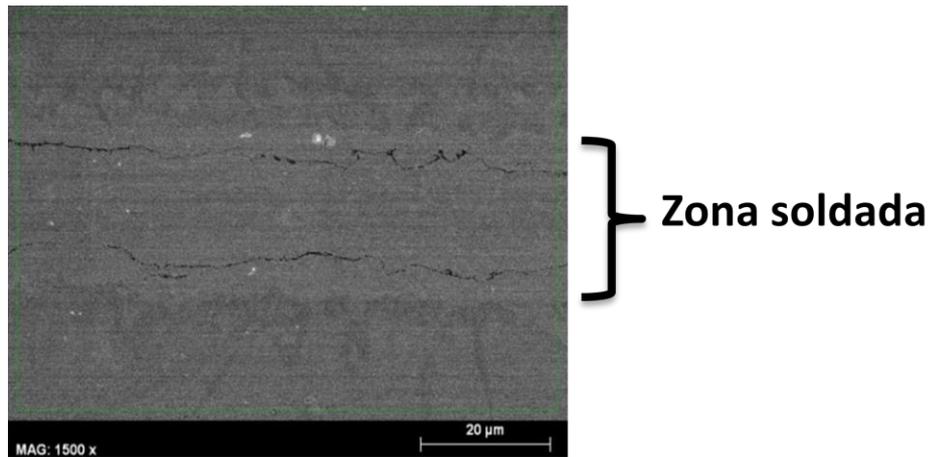


Figura 48. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de fecralloy a 50 kN

En los límites de la zona soldada se forman precipitados de aluminio y en los huecos en los que no se precipita el aluminio, precipita el cromo en forma de aguja. El níquel tiene una alta difusión. No se observa algún elemento que actúe como barrera de su difusión como se observó con el ACX 845. El hierro deja de difundir aproximadamente en el mismo punto en el que el Ni deja también de hacerlo en sentido contrario, así el hierro no difunde muy bien hacia la zona central. El Si se encuentra principalmente en la zona central, pero no forma precipitados como en los ensayos de ACX 845. El mapping del oxígeno es homogéneo y no permite diferenciar los precipitados con este elemento. Con el mapping no se identifica de manera exacta de qué están compuestas las líneas oscuras paralelas a la zona soldada de la Figura 48.

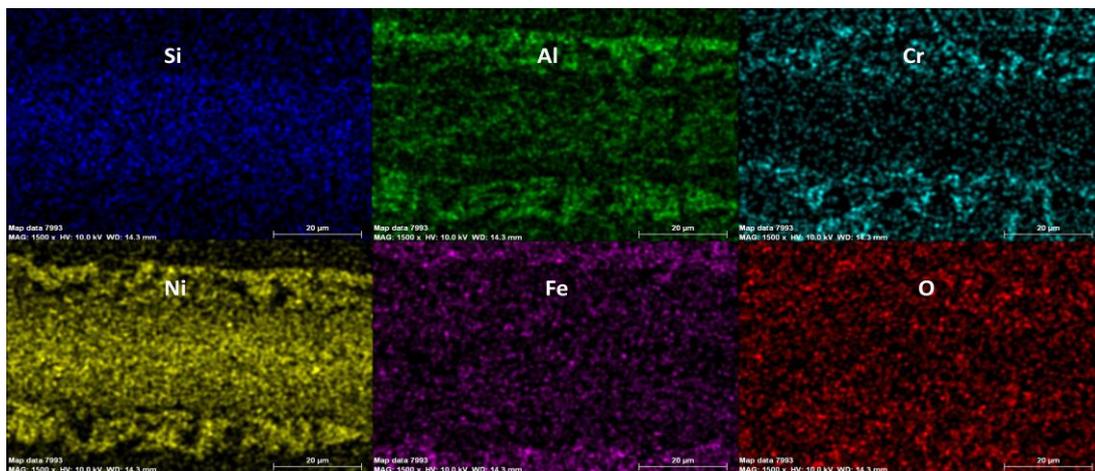


Figura 49. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de fecralloy a 50 kN

En la Figura 50 se muestra la zona seleccionada y la dirección del análisis en línea (Figura 51) para la soldadura a 50 kN de feccralloy.

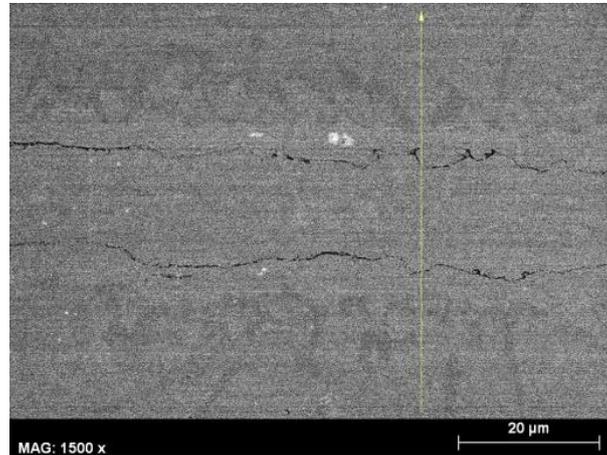


Figura 50. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 50 kN

El Fe tiene poca presencia en la zona central de la soldadura, localizándose mayoritariamente en los límites de la zona soldada. El análisis en línea seleccionado no atraviesa zonas con precipitados en forma de aguja, que han sido atribuidos a precipitados de Cr, esto hace que la señal de Cr sea homogénea a lo largo de toda la soldadura, sin presencia de picos. Igualmente se observa que la señal de oxígeno es homogénea y constante a lo largo de la soldadura. Como era de esperar por el vidrio metálico, el Si se encuentra en mayor cantidad en la zona central. No se correlacionan las zonas más oscuras con picos de este elemento. El Ni se encuentra en gran proporción en casi todo el ancho de la zona soldada, aunque presenta grandes picos que disminuyen su intensidad a ambos extremos de esta, coincidiendo con picos de hierro que aumentan su intensidad. Los más intensos de Ni coinciden con los más intensos de Al. El análisis en línea del Al muestra picos intensos y puntuales, seguramente de precipitados de aluminio. Con el análisis en línea no se puede determinar con exactitud de qué están compuestas las zonas más oscuras mostradas en la imagen inferior de la Figura 51, las cuales seguramente se deban a grietas generadas tras la soldadura a 50 kN.

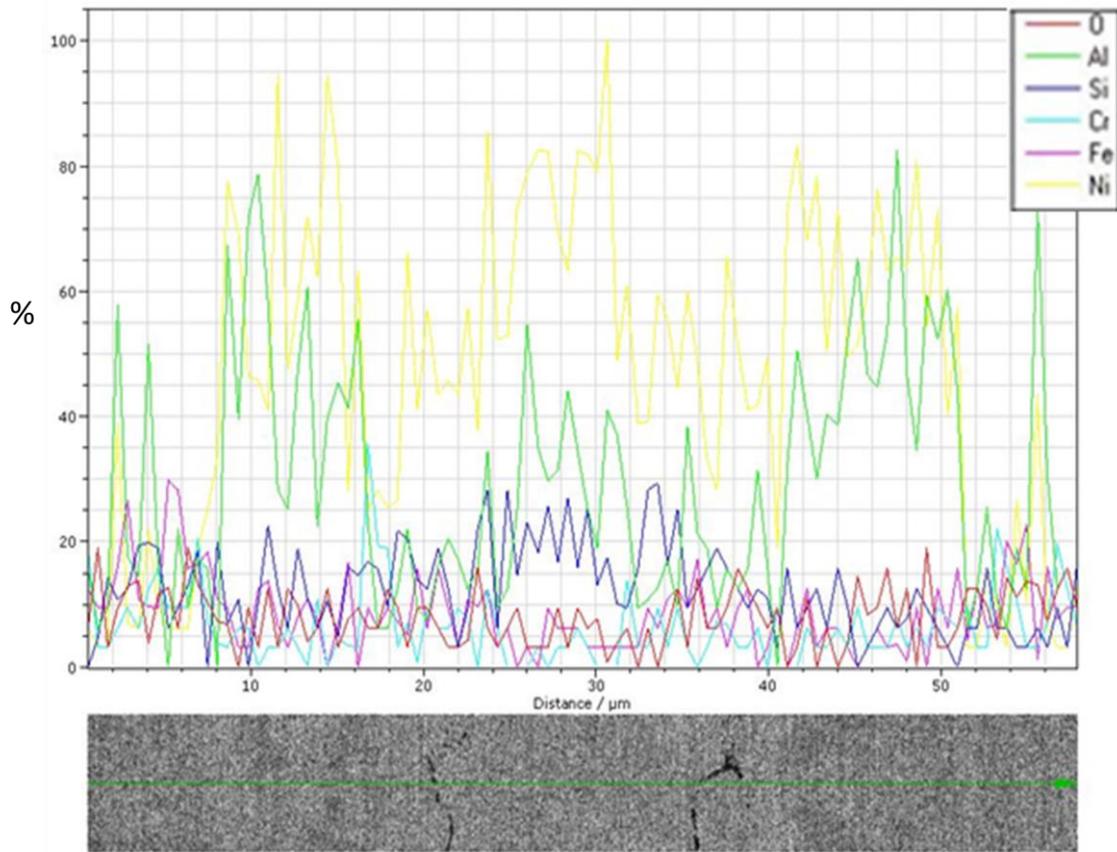


Figura 51. Análisis en línea de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 50 kN

4.2.2 Soldadura a 26 kN (5,3 MPa), 950°C, 8h

En la Figura 52 se muestran las gráficas de posición con el tiempo para el ensayo de soldadura del microreactor de feccralloy a 26 kN. Se observa que la posición de la pieza no es estable con el tiempo cuando son constantes la temperatura y la carga. Aunque la deformación de los canales es menos severa que lo observado a 50 kN, algunos canales se encuentran embebidos en la placa lisa como se muestra en la Figura 53, por lo que es necesario recudir aún más la carga para soldar y no deformar los canales en este tipo de aleación.

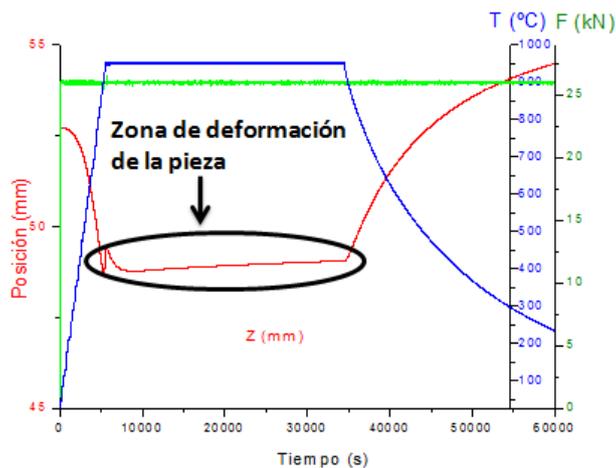


Figura 52. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de feccralloy a 26 kN, 950°C, 8h



Figura 53. Canales del microreactor de feccralloy soldado a 26 kN, 950°C, 8h

En la Figura 54 se observa la micrografía SEM de la zona soldada a 26 kN. La zona soldada es mucho más fina que a 50 kN, además se observa mayor presencia de precipitados oscuros transversales a la zona soldada, en forma de agujas, en especial en la zona derecha superior de la imagen donde aparece un precipitado más ancho y oscuro. De acuerdo al mapping de la Figura 55, este precipitado lo forma el cromo. En general el Cr no difunde bien a través de la zona central de la soldadura y se localiza mayoritariamente en los extremos de dicha zona.

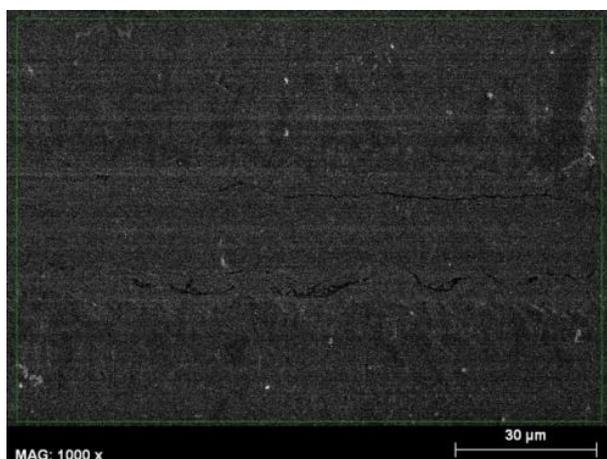


Figura 54. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de feccralloy a 26 kN

Se vuelve a observar una zona rica en aluminio en ambos límites de soldadura (Figura 55). El hierro difunde mejor por la zona central que a 50 kN, además el Ni también muestra mejor difusión hacia ambas caras del material. El mapping de oxígeno es homogéneo en toda la zona soldada, excepto en la zona superior derecha de la imagen donde coincide con una señal de cromo, sugiriendo la formación de óxidos de cromo. El Si por su parte vuelve a encontrarse en mayor proporción en la parte central pero sigue sin formar precipitados.

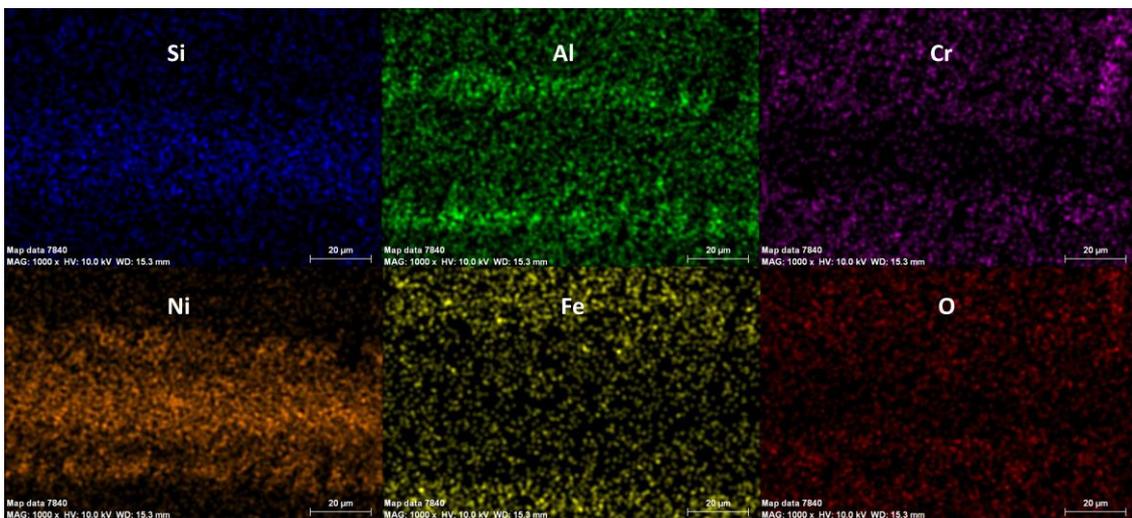


Figura 55. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 26 kN

En la Figura 56 se muestra la zona para el análisis en línea del feccralloy a 26 kN.



Figura 56. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 26 kN

El análisis en línea de la pieza soldada a 26 kN (Figura 57) muestra que el Si se encuentra en mayor proporción en la zona central y no forma precipitados en los extremos de la soldadura. El Fe se encuentra mayoritariamente en las zonas externas de la soldadura, pero muestra mejor difusión que a 50 kN. El Cr muestra picos a 15 y 25 μm , que son los precipitados en forma de aguja de la Figura 56, los cuales coinciden con picos de oxígeno (óxidos de cromo). Los precipitados más oscuros y alargados están compuestos por aluminio y por oxígeno, puesto que ambos elementos muestran picos intensos que coinciden en 35 y 52,5 μm . El Ni se encuentra principalmente en la zona central y se reduce de forma drástica cuando llega a los precipitados más oscuros de Al. Sin embargo no parece que estos eviten su difusión, la cual continúa a través de la soldadura. A partir de este momento los picos de Ni coinciden con los de Al. En general a 26 kN se generan principalmente precipitados de cromo y de aluminio. Sin embargo, los primeros se encuentran más localizados y aumentan de grosor con respecto a lo observado a 50 kN.

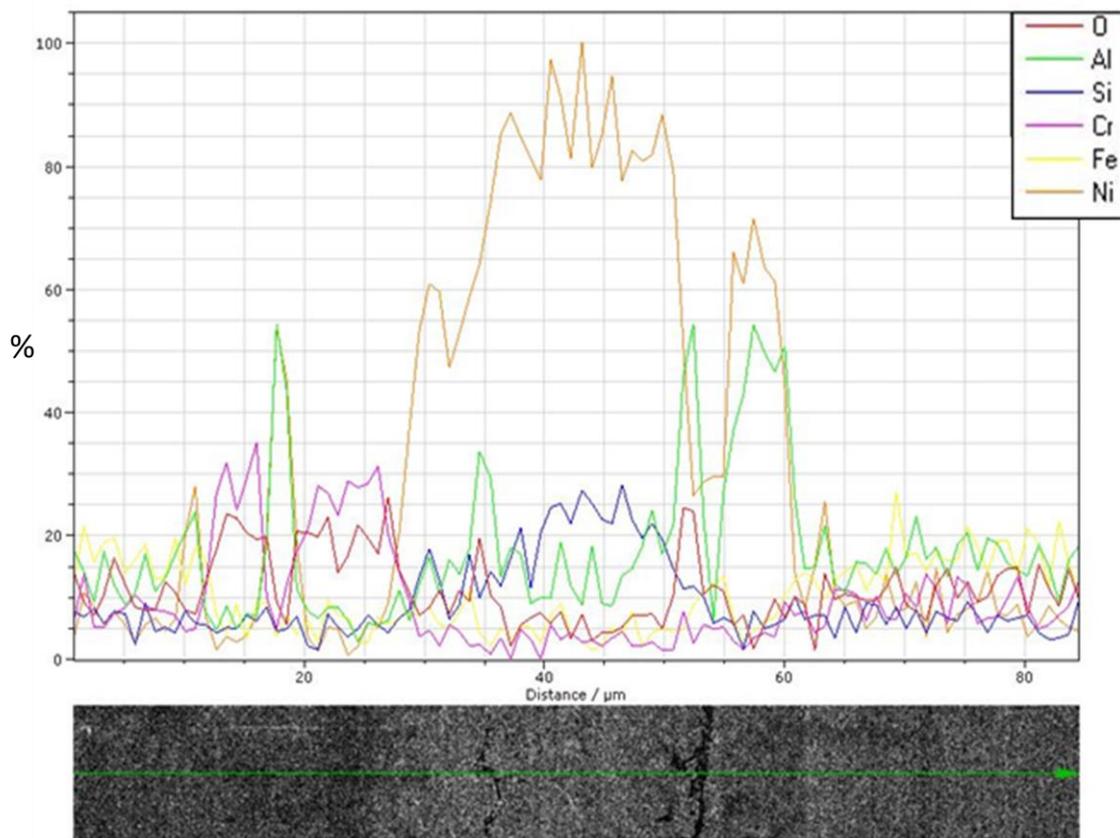


Figura 57. Análisis en línea de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 26 kN

4.2.3 Soldadura a 15 kN (3 MPa), 950°C, 8h

Como se observa en la Figura 58, durante la estabilización de la carga a 15 kN y de la temperatura a 950°C, el perfil de la posición no es completamente lineal, sugiriendo de nuevo la deformación de los canales. En la Figura 59 se observa que tras la soldadura los canales quedaron ligeramente deformados y algunos quedaron embebidos en la placa lisa, pero inferior a lo obtenido a 50 y 26 kN. Estas condiciones se encuentran más próximas a las óptimas que no deforman los canales del microreactor.

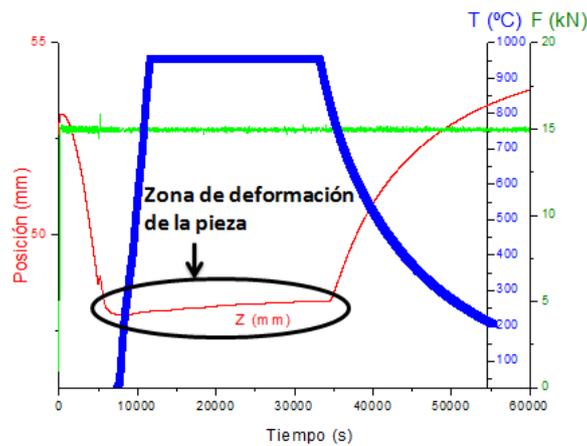


Figura 58. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de fecralloy a 15 kN, 950°C, 8h



Figura 59. Canales del microreactor de fecralloy soldado a 15 kN, 950°C, 8h

La micrografía SEM del ensayo de fecralloy a 15 kN (Figura 60) muestra una situación parecida al ensayo a 26 kN. El ancho de la zona soldada es similar y se siguen observando los abundantes precipitados oscuros paralelos a la zona soldada y otros transversales en forma de aguja. Para realizar un estudio más preciso de esta situación se realiza el mapping de esta zona (Figura 61).

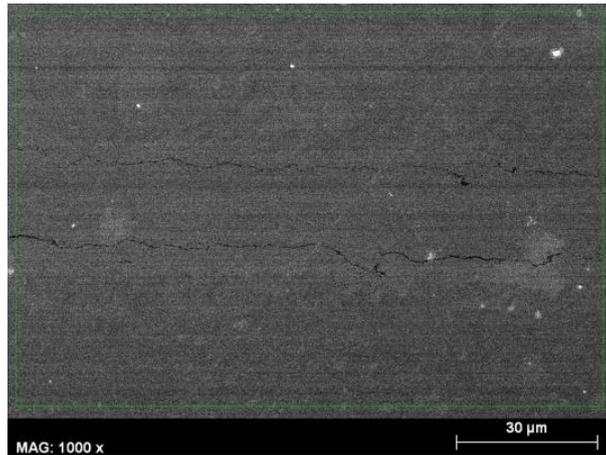


Figura 60. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de feccralloy a 15 kN

En este caso el mapping es muy semejante al mostrado en la Figura 55 para 26 kN, donde el aluminio vuelve a formar precipitados horizontales enmarcando la zona soldada. El Cr por su parte forma precipitados transversales que al parecer aumentan en proporción en comparación a 26 kN. El Ni y el Fe se comportan de manera semejante al caso de 26 kN, puesto que la difusión es muy similar y difunden en sentido inverso, es decir, difunden hasta que se encuentran entre sí. El oxígeno y el silicio no forman precipitados.

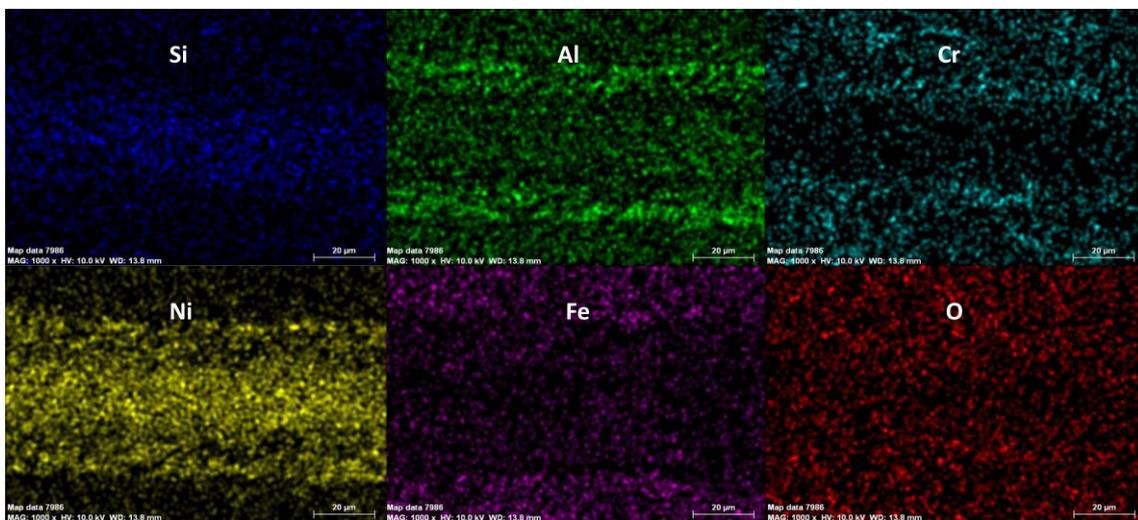


Figura 61. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 15 kN

En la Figura 62 se muestra la zona seleccionada para realizar el análisis en línea (Figura 63), con menor presencia de precipitados horizontales, y mayor formación de precipitados en forma de aguja.



Figura 62. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 15 kN

El análisis en línea muestra una situación muy similar a la observada a 26 kN (Figura 57). El Cr muestra picos a ambos lados de la zona de soldadura, seguido por picos de oxígeno, sugiriendo la formación de óxidos de cromo que coincide con los precipitados en forma de aguja. Tanto el Si como el Fe, difunden bien a través de la zona soldada. Por otro lado el Al muestra picos intensos en los límites de la soldadura, incluso se identifican zonas más oscuras (donde no existen precipitados en forma de aguja) que se pueden relacionar con este elemento. El Ni por otro lado se encuentra concentrado en la parte central de la imagen, y sigue al igual que en los casos de soldadura anteriores la señal del Al. Este resultado, junto con lo observado a 50 y 26 kN, destaca la formación de precipitado de NiAl a 950°C en los límites de la zona soldada, cuando la carga varía, dichos precipitados al parecer se aumentan o se vuelven más anchos cuando la carga se disminuye hasta 15 kN. Los precipitados de NiAl con estructura CsCl finalmente dispersos, son típicos de aleaciones con altos contenidos en Ni y Al^[48], los cuales al aumentar la temperatura cambian su morfología, ya que la cinética de crecimiento es más rápida a temperaturas altas por el incremento en la difusividad atómica. También es posible la formación de precipitados de Ni₃Al^[49], los cuales al parecer son frecuentes en aleaciones con contenido de Ni mayor a 7% y con 3% de Al, con lo cual se obtendría un incremento considerable de las propiedades mecánicas. El precipitado de NiAl normalmente se forma a más baja temperatura que el Ni₃Al. En este caso aunque la aleación del microreactor de feccralloy no tiene alto contenido en Ni, el Ni del vidrio metálico puede favorecer la formación de esta clase de precipitados

durante la soldadura. No fue posible determinar la clase de precipitado formado ya que sería necesario un análisis de la composición más detallado.

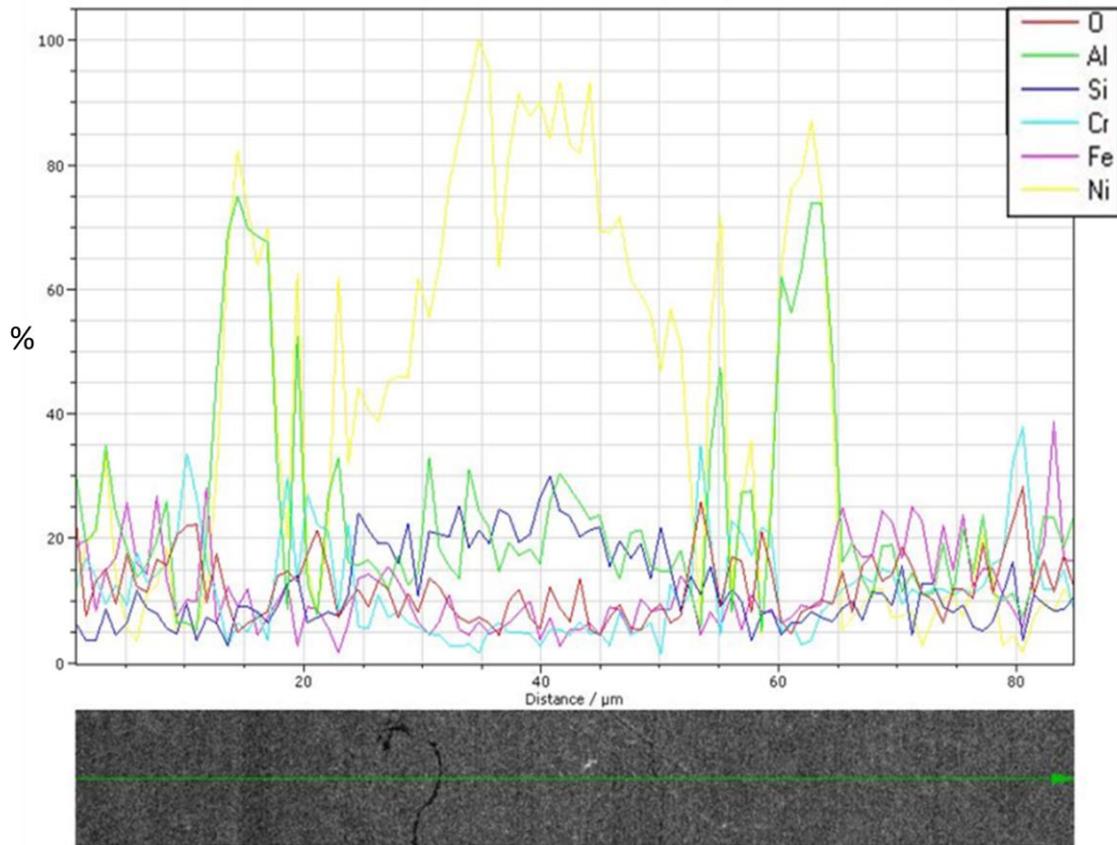


Figura 63. Análisis en línea de la zona soldada del microreactor de fecralloy a 15 kN

4.2.4 Soldadura a 10 kN (2 MPa), 950°C, 8h

A 10 kN ambas placas del microreactor se sueldan sin generar una deformación macroscópica apreciable de los canales (Figura 64). La Figura 65 muestra los canales tras la soldadura, los cuales conservan sus dimensiones tras el ensayo.

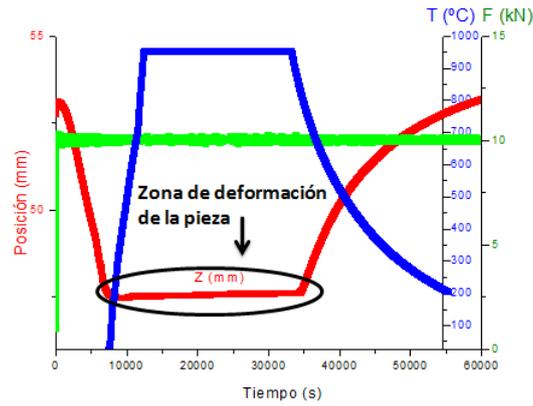


Figura 64. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de feccralloy a 10 kN, 950°C, 8h



Figura 65. Canales del microreactor de feccralloy soldado a 10 kN, 950°C, 8h

La micrografía SEM de la unión soldada (Figura 66) es muy similar a la que se obtuvo para el ensayo a 15 kN. La zona soldada tiene una amplitud semejante y continúa mostrando las grietas o precipitados más oscuros, al igual que precipitados en forma de aguja, sobre todo por la parte superior de la Figura 66. En la Figura 67 se muestra el mapping por elementos de la zona seleccionada.

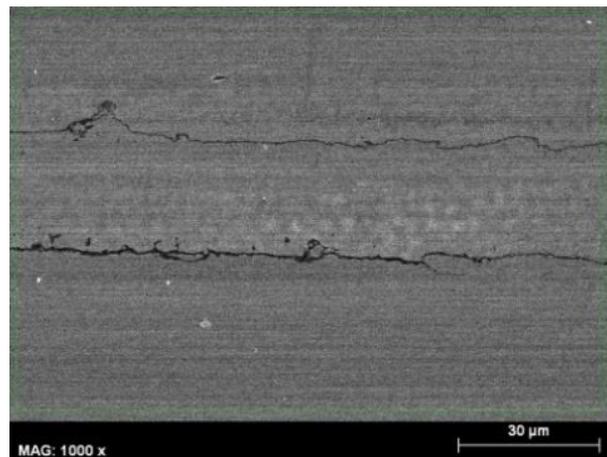


Figura 66. Micrografía SEM de la soldadura del microreactor de feccralloy a 10 kN

Las líneas más oscuras son grietas ya que los elementos difunden hasta llegar a ese punto y no se observa ningún tipo de precipitado en esa zona. El mapping muestra que se han generado menor cantidad de precipitados que en el caso anterior de NiAl, en los extremos de la soldadura. El Ni y el Fe no interaccionan entre sí y su difusión no es muy buena. El Cr por su parte forma algunos precipitados en los extremos de la zona soldada, pero en mucha menor cantidad que a 50, 26 y 15 kN, y se localiza mayoritariamente en los límites de la zona soldada. El oxígeno coincide en algunos puntos con el mapping de Cr, sugiriendo la formación puntual de óxidos de cromo y el Si se mantiene en la zona central sin generar precipitados en los extremos.

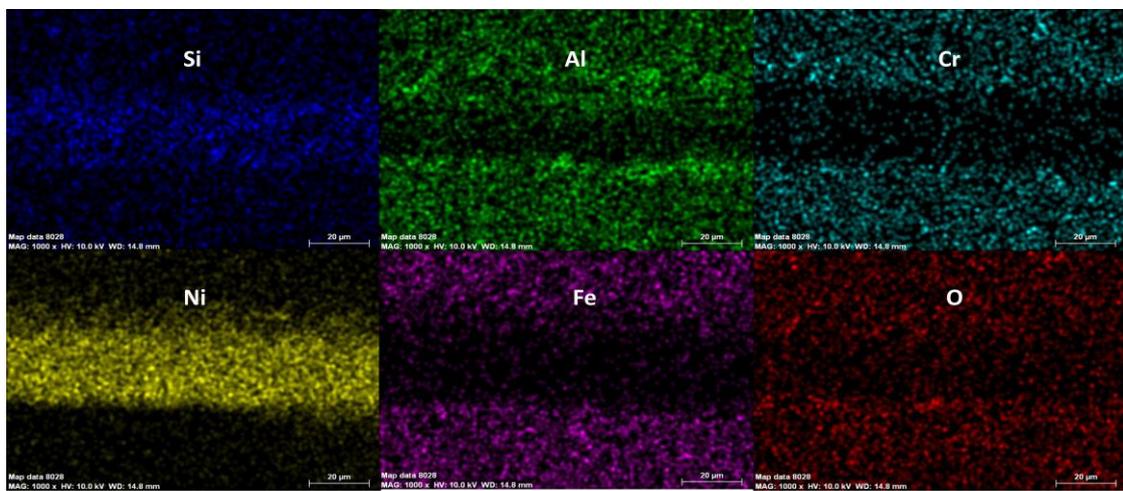


Figura 67. Mapping por elementos de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 10 kN

La Figura 68 muestra la zona seleccionada para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor soldado a 10 kN (Figura 69).

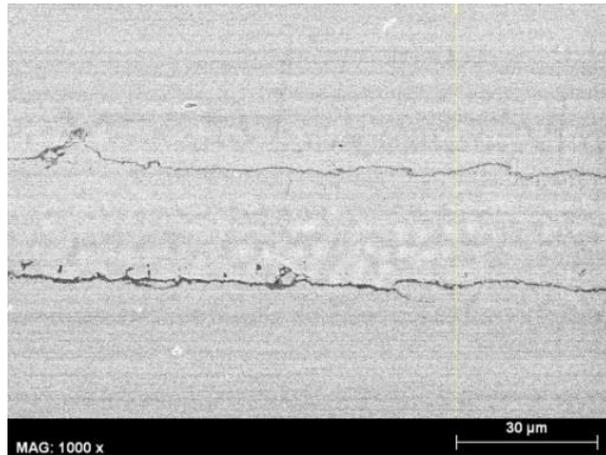


Figura 68. Zona para el análisis en línea de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 10 kN

El análisis en línea muestra una situación más homogénea que en los casos de soldadura anteriores, puesto que los perfiles de los elementos en estudio no varían tan drásticamente. El Fe difunde bien por la zona central de la soldadura. El Ni se encuentra mayoritariamente en la zona central y se localiza en menor proporción en los extremos de la soldadura. El Al por su parte muestra dos picos menos intensos que a 15 kN, que coinciden con el Ni y que demuestran la formación de precipitados de Ni con Al. El Si se localiza en la zona central y su difusión por los extremos no es muy elevada, aunque si es homogénea. El oxígeno acompaña a la señal de Cr y forma algunos precipitados de óxido de cromo pero en menor proporción que a 15 kN.

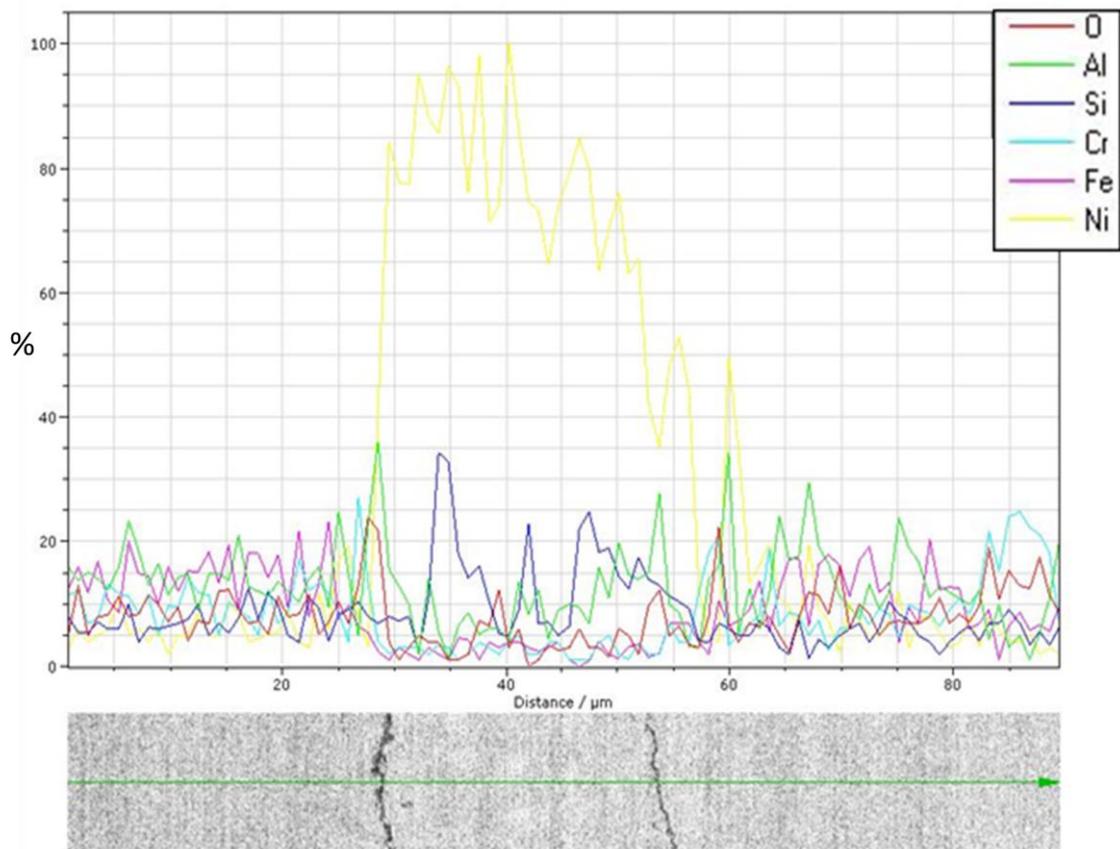


Figura 69. Análisis en línea de la zona soldada del microreactor de feccralloy a 10 kN

Con 10 kN los canales del microreactor no sufrieron deformación aparente y el microreactor conservó sus dimensiones en comparación con los resultados obtenidos cuando se utilizó una carga de 15 kN. Además se generaron menos precipitados. Este resultado es importante ya que la formación de precipitados disminuye la vida en servicio de un microreactor por el aumento de la fragilidad del material. Con base a los resultados anteriores se seleccionó una carga de 10 kN como el valor más adecuado para soldar los microreactores de feccralloy.

4.2.5 Soldadura de microreactor de feccralloy de 3 pisos a 10 kN (2 MPa), 950°C,

8h

Las graficas de la carga, temperatura y posición con respecto al tiempo de la Figura 70 para el microreactor de 3 pisos son similares a la de la Figura 64 para un microreactor de 1 piso soldado también a 10 kN. Se demuestra que no hubo deformación macroscópica apreciable en los canales, la forma de los canales está inalterada y se

conservan las dimensiones del microreactor (Figuras 71 y 72). Con este resultado se comprueba que una carga de 10 kN para soldar microreactores de feccralloy de más de un piso es adecuada. Se espera que la difusión de especies a través de la zona soldada sea similar a lo encontrado para el microreactor de 1 solo piso, donde la difusión del Ni y Si del vidrio metálico hacia las placas estuvo acompañada por la difusión del Cr, Al y Fe hacia la zona soldada. Seguramente también se formaron precipitados de Cr y precipitados con Ni y Al, pero al igual que con el microreactor de un solo piso, se espera que estos se encuentren en menor concentración que los observado por ejemplo a 15 kN.

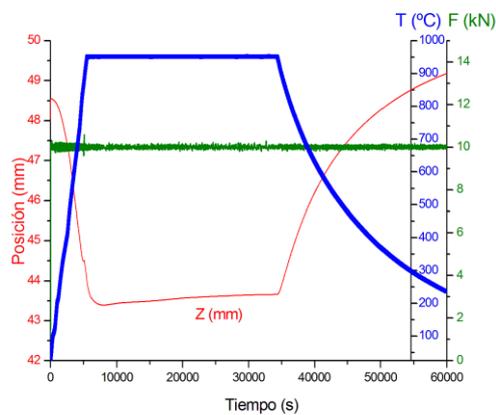


Figura 70. Curvas del tratamiento de soldadura del microreactor de 3 pisos de feccralloy a 10 kN, 950°C, 8h



Figura 71. Canales del microreactor de 3 pisos de feccralloy a 10 kN, 950°C, 8h.

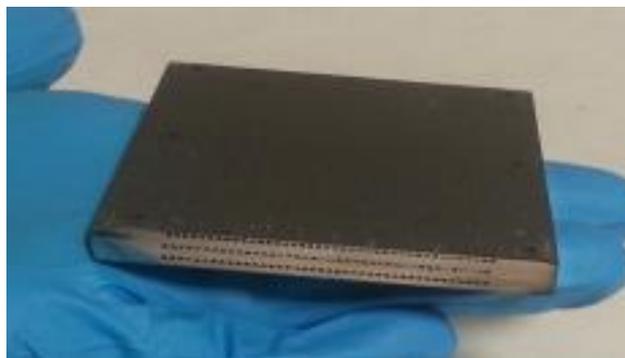


Figura 72. Microreactor de 3 pisos de feccralloy a 10 kN, 950°C, 8h

4.3 Estudio de la disolución de precipitados

Los aceros ferríticos son susceptibles al crecimiento de grano al aumentar la temperatura. El grano ferrítico no puede ser afinado más que por deformación en frío y recocido posterior para recuperar la ductilidad^[21, 50]. El aumento del tamaño de grano se traduce en una disminución de su tenacidad. Por eso se incrementa la temperatura sólo 1050°C en el tratamiento de disolución de precipitados, para no afectar al tamaño de grano.

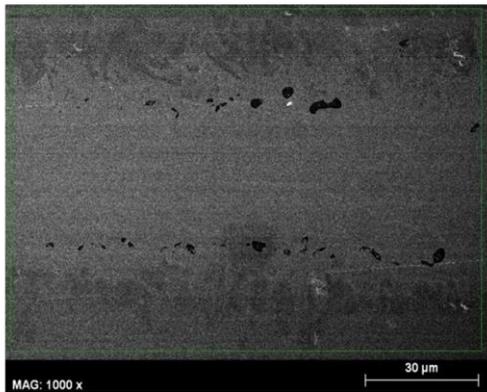
Entre las formas más efectivas de aumentar la tenacidad de los aceros se encuentra el afino de grano, la disminución del contenido de intersticiales (carbono y nitrógeno) para evitar la formación de precipitados, y la eliminación de fases secundarias.

En este caso se mostrarán los resultados del estudio de disolución de precipitados realizado a los microreactores soldados para aumentar su tenacidad. Se seleccionaron los microreactores de fecralloy soldados a 10 kN de carga y de ACX 845 soldados con 5 kN con y sin material de aporte. Ambas condiciones de carga demostraron ser las óptimas para conservar la forma y dimensiones de los canales del microreactor durante el proceso de soldadura. Para la disolución de precipitados se utilizaron dos procedimientos: quenching con agua y enfriamiento lento hasta temperatura ambiente desde 1050°C.

4.3.1 Disolución de precipitados por quenching. Microreactor de ACX 845 soldado con vidrio metálico a 5 kN

En la Figura 73 se muestran las micrografías SEM del ensayo de soldadura a 5 kN con vidrio metálico antes y después del quenching hasta temperatura ambiente. Inicialmente se observa menor presencia de precipitados en forma de aguja (óxidos de cromo), aunque si existe mayor presencia de óxidos de silicio.

Sin tratamiento térmico



Quenching

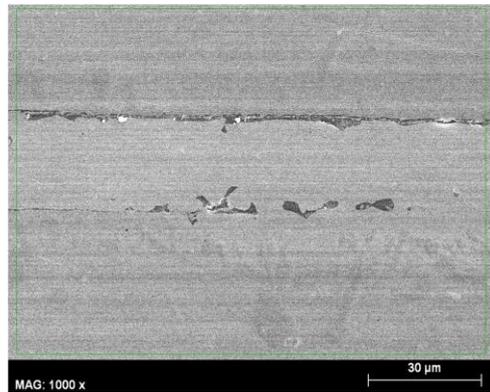


Figura 73. Micrografías SEM de microreactores de ACX 845 a 5 kN, antes y después del tratamiento térmico y enfriamiento por quenching

Al aumentar la temperatura hasta 1050°C se han disuelto parte de los precipitados, y al realizar el enfriamiento rápido se evita que se vuelvan a formar. El mapping realizado tras el proceso de quenching se muestra en la Figura 74 comparado con el mapping de algunos elementos antes de la disolución de precipitados. Tras el quenching la zona de soldadura se observa más estrecha, esto quizás se deba a una mejor difusión de los elementos del vidrio metálico hacia el acero y viceversa, favoreciendo aún más la zona de unión entre ambas placas del microreactor. Esto se deba seguramente a que al aumentar la temperatura hasta 1050°C se disuelven los precipitados y luego tras enfriar rápidamente, no se les da el tiempo suficiente para formarse.

De nuevo se observan precipitados de óxido de silicio en los bordes de la zona soldada. El Cr por su parte parece generar menos precipitados, aunque sería necesario un estudio más exhaustivo para conocer en cuánto ha disminuido. Además se observa una ligera disminución de precipitados de titanio tras el quenching.

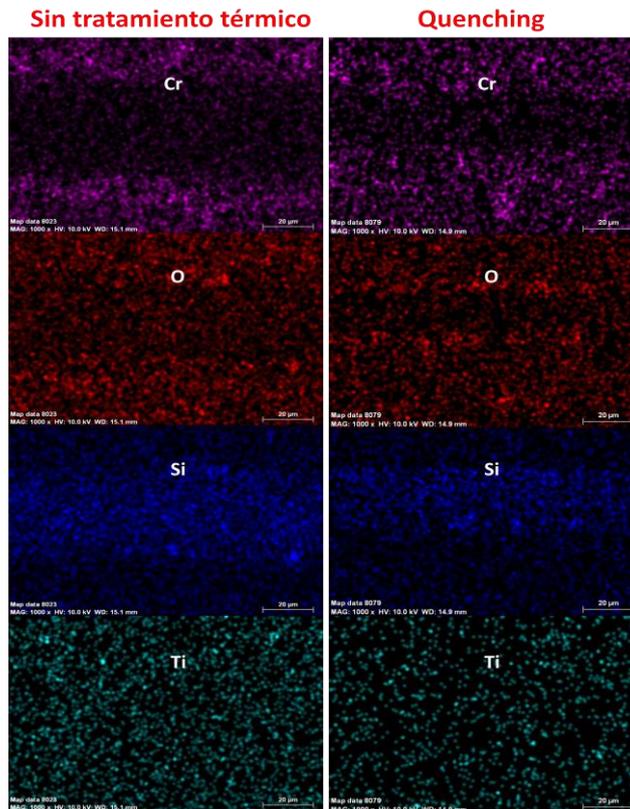


Figura 74. Mapping por elementos de los microreactores de ACX 845 a 5 kN con vidrio metálico, antes y después del tratamiento térmico y enfriamiento por quenching

Los mapping no muestran una clara disminución de precipitados sobre el microreactor soldado a 5 kN y material de aporte, sólo una disminución del grosor de la zona soldada, posiblemente por la mejora en la difusión de los elementos y por lo tanto, en la disminución en la cantidad de precipitados que obstaculicen la difusión de las especies. En este caso si la disminución de los precipitados de cromo y posiblemente de titanio, es buena, los resultados de microdureza deberían demostrar que el acero tras el tratamiento de quenching se vuelve más tenaz y menos frágil.

4.3.2 Disolución de precipitados por enfriamiento lento. Microreactor de ACX 845 soldado con vidrio metálico a 5 kN

En cuanto a la clase de precipitados formados antes y después del tratamiento a 1050°C y posterior enfriamiento lento hasta temperatura ambiente, las micrografías SEM (Figura 75) demuestran una situación semejante al quenching. Se observan las agujas típicas de precipitados de cromo y las zonas más oscuras de precipitados de

silicio. Sin embargo las dimensiones de la zona soldada cambian ligeramente tras el tratamiento térmico. De nuevo esto sugiere que con este tratamiento se mejora de alguna manera la difusión de elementos que favorecen la soldadura entre las placas del microreactor. El mapping de la soldadura tras el enfriamiento lento se muestra en la Figura 76. Se compara el mapping de algunos elementos antes y después del proceso de disolución de precipitados.

Sin tratamiento térmico Enfriamiento Lento

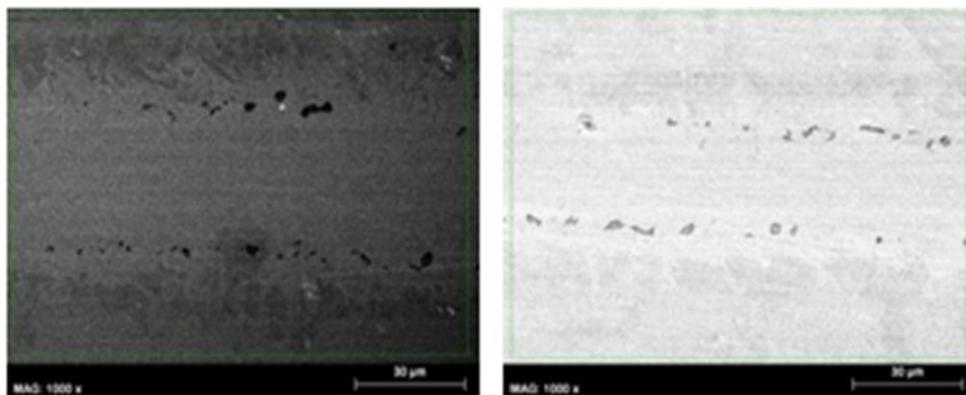


Figura 75. Micrografías SEM de microreactores de ACX 845 soldados a 5 kN, antes y después del tratamiento térmico y enfriamiento lento

No se observa una clara disminución de precipitados de Cr, sin embargo en algunas zonas se observan menos precipitados de Si. Los precipitados de Ti parecen aumentar con respecto a lo observado tras en quenching.

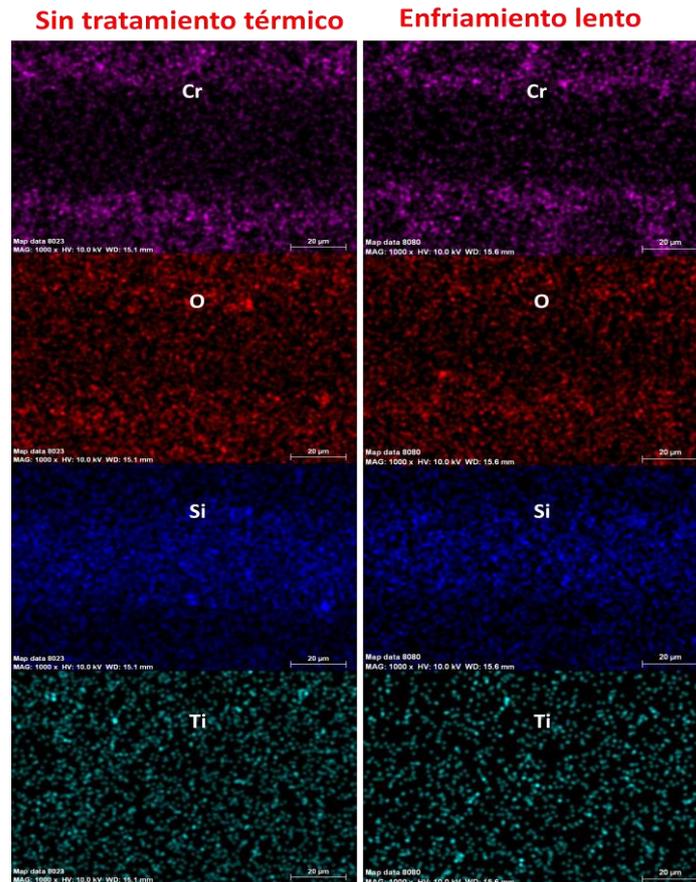


Figura 76. Mapping por elementos de los microreactores de ACX 845 soldado a 5 kN, antes y después del tratamiento térmico y enfriamiento lento

Al disminuir lentamente la temperatura desde 1050°C se favorece la formación de precipitados de titanio^[21] más que los de cromo, ya que los de titanio se esperan que precipiten primero que los de cromo. Para eliminar los precipitados de Ti se debería subir la temperatura por encima de 1200°C^[22], pero esto provocaría el crecimiento de grano que afectaría a las propiedades mecánicas del microreactor.

Para favorecer aún más la disolución de precipitados se deberían realizar tratamientos térmicos a más alta temperatura, con enfriamientos aún más drásticos hasta temperatura ambiente. Para el microreactor de ACX 845 tras la disolución de precipitados, se observa una ligera disminución del grosor de la zona soldada, que sugiere la mayor difusión de especies a través de dicha zona. Esta mejora en la difusión se deba seguramente a la disminución en cierto modo de los precipitados que obstaculizan la difusión de especies a través de la zona de unión de las placas. Los

resultados de microdureza determinarán en gran medida la efectividad de los métodos empleados en la disolución de precipitados. La microdureza de los microreactores se debería disminuir con respecto a lo obtenido antes de la disolución de precipitados, ya que los precipitados vuelven a la aleación más frágil, afectando a las propiedades mecánicas.

Se realizó también el estudio de disolución de precipitados del microreactor soldado a 5 kN sin vidrio metálico por quenching y por enfriamiento lento a partir de 1050°C. En este caso las imágenes de microscopía SEM no mostraron una clara influencia de los tratamientos térmicos en la disolución de los precipitados, ni en el cambio de grosor de la zona soldada. Los resultados de microdureza mostrados en el apartado 4.4, permitirán comparar y determinar la efectividad de los tratamientos térmicos usados en la disminución de las fases fragilizantes de los microreactores soldados de ACX 845 a 5 kN con y sin material de aporte.

4.3.3 Disolución de precipitados por quenching. Microreactor de fecralloy soldado con vidrio metálico a 10 kN

En la Figura 77 se muestran las micrografías SEM de la soldadura con fecralloy a 10 kN antes y después de realizar el tratamiento térmico a 1050°C y posterior enfriamiento por quenching. El ancho de la zona soldada es muy similar tras el tratamiento térmico, lo que sugiere que seguramente la difusión de elementos es muy similar tanto antes como después del quenching. La Figura 78 muestra el mapping comparativo entre ambas situaciones.

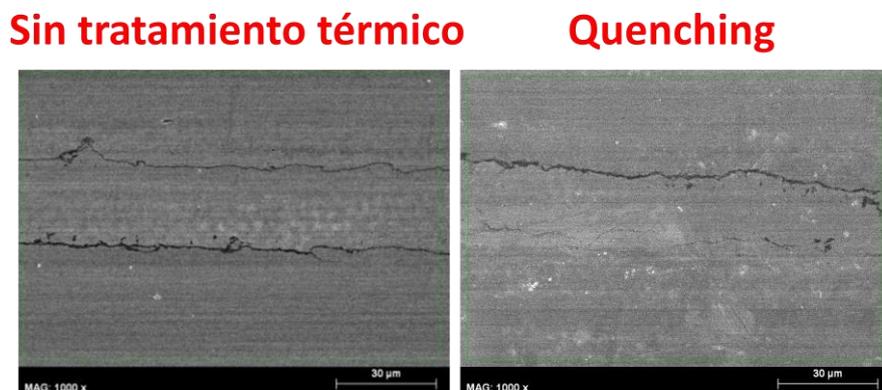


Figura 77. Micrografías SEM de microreactores de fecralloy soldados a 10 kN, antes y después del tratamiento térmico y enfriamiento por quenching

Tras el quenching se aumenta considerablemente la cantidad de precipitados de cromo, que además no coinciden con el mapping de oxígeno. Seguramente se formen carburos de cromo que aumentarían la microdureza de la pieza. Simultáneamente se observan menos precipitados de aluminio en comparación con la aleación original soldada. El Ni por su parte difunde más, lo que sugiere la disminución por quenching de los precipitados de NiAl.

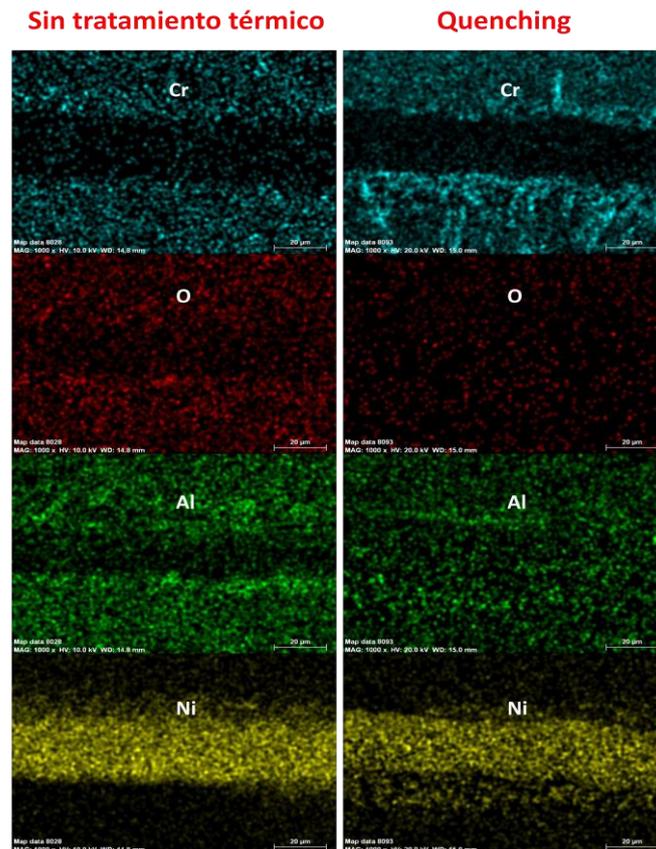


Figura 78. Mapping por elementos de los microreactores de feccralloy a 10 kN, antes y después del tratamiento térmico (quenching)

4.3.4 Disolución de precipitados por enfriamiento lento. Microreactor de feccralloy soldado con vidrio metálico a 10 kN

En la Figura 79 se muestran las micrográficas SEM de la soldadura a 10 kN antes y después del tratamiento térmico a 1050°C. Tal y como se esperaba por el enfriamiento lento se aumentan los precipitados en comparación con el quenching. Se observaron los precipitados más oscuros de Al y los precipitados en forma de aguja de Cr.

Sin tratamiento térmico Enfriamiento lento

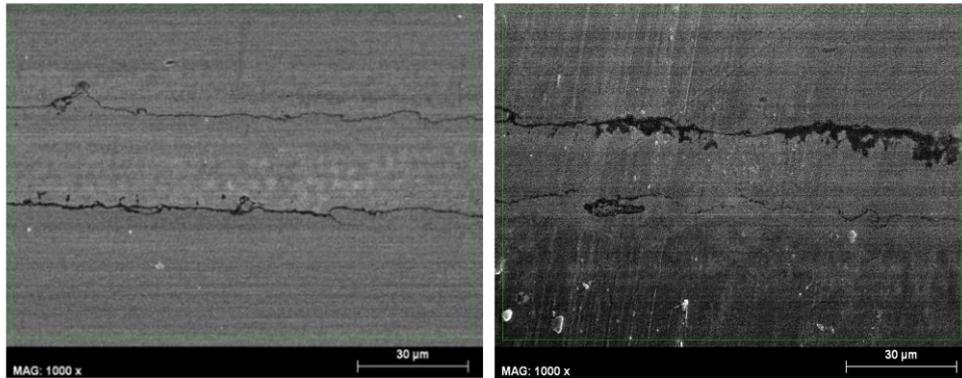


Figura 79. Micrografías SEM de microreactores de fecralloy a 10 kN, antes y después del tratamiento térmico (quenching)

El mapping por elementos (Figura 80), muestra el aumento de precipitados de cromo en uno de los lados de la soldadura. Al igual que por quenching, el mapping de oxígeno no coincide con el de cromo lo que indica la presencia de carburos de cromo. Se observa mayor difusión del Al hacia la zona soldada y de Ni hacia las placas del microreactor. Sin embargo a diferencia del quenching, se aumentan los precipitados de Al, que coinciden en algunas zonas con el mapping de Ni, demostrando el aumento en precipitados de NiAl. Estos precipitados se localizan en los sitios donde no precipitan los carburos de cromo.

Con base en los resultados de microscopía, los métodos de disolución de precipitados empleados con los microreactores de fecralloy soldados a 10 kN, demostraron no ser tan efectivos con respecto a lo obtenido para el ACX 845. Tanto por quenching como por enfriamiento lento desde 1050°C, se aumentaron los precipitados de cromo. Solo se observó una ligera disminución de los precipitados de Al cuando se enfrió rápidamente la aleación. Estas observaciones sugieren el empleo de métodos diferentes para disolver los precipitados formados durante la soldadura de microreactores de fecralloy, los cuales seguramente incluyan aumentar un poco más la temperatura del tratamiento térmico y el posterior enfriamiento drástico de la aleación. Los resultados de microdureza mostrados en el apartado 4.4, permiten concluir acerca del efecto de los precipitados en las propiedades mecánicas de estos microreactores.

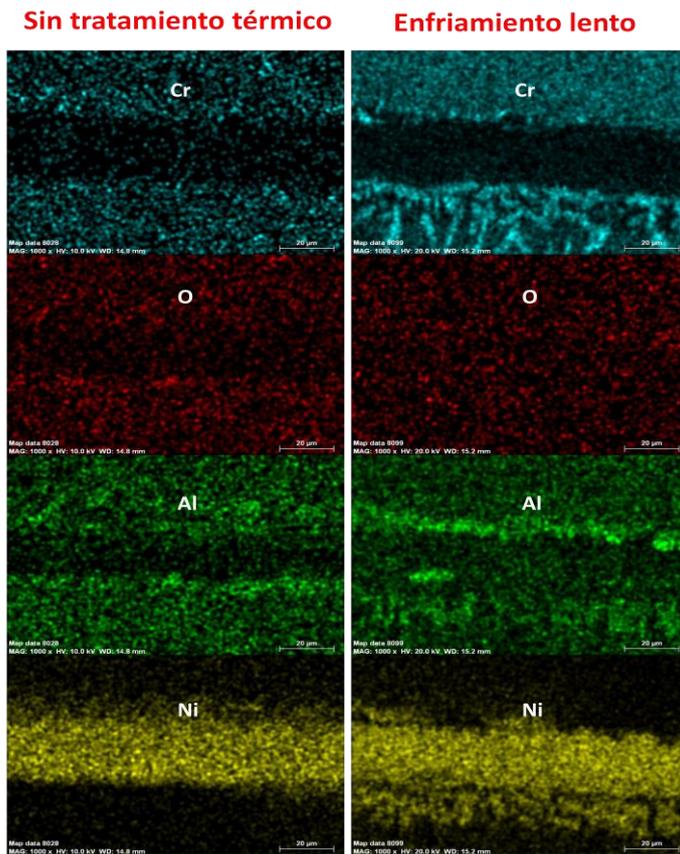


Figura 80. Mapping por elementos de los microreactores de fecralloy soldados a 10 kN, antes y después del tratamiento térmico y enfriamiento lento

4.4 Medidas de microdureza Vickers

La fragilización de un acero se manifiesta en un fuerte aumento de la temperatura de transición dúctil-frágil, una disminución del alargamiento y un aumento de la dureza y del límite elástico. Es decir, mientras más duro es un material por lo general es más frágil (caso del diamante). Pero esto no es una regla estricta, ya que un material más duro suele tener menor resistencia a la tracción, se rompe antes de deformarse, pero no necesariamente es más frágil.

La fragilización de un material es reversible y se elimina calentando el acero y enfriándolo rápidamente. Este proceso disuelve los precipitados formados disminuyendo la fragilidad del material, y por lo tanto la dureza también debería disminuir.

Los resultados de microdureza realizados a los microreactores soldados sin tratamiento térmico se muestran en las Tablas 9 y 11. Igualmente se muestran los resultados tras la disolución de precipitados para el microreactor de ACX 845 soldado a 5 kN con y sin material de aporte (Tabla 10) y para el microreactor de feccralloy soldado a 10 kN (Tabla 12). Los valores para las aleaciones sin soldar son 178 HV y 226 HV para el ACX 845 y el feccralloy respectivamente.

La soldadura disminuye la microdureza de las aleaciones originales. En general el acero ACX 845 es más blando que el feccralloy, ya que los valores de dureza son menores. Al tener el feccralloy mayor dureza se espera que sea un material más frágil, menos tenaz y que tenga menor deformación plástica antes de romperse que el ACX 845.

Para los microreactores soldados de ACX 845 (Tabla 9) al disminuir la carga, la microdureza del material aumenta, con lo cual se forman más precipitados. Este resultado se comprueba de las imágenes de microscopía, donde a medida que se disminuye la carga se observó la mayor formación de precipitados de titanio. Los valores de microdureza en general aumentan desde 152 HV hasta 164 HV cuando se aplica una carga de 50 kN y 5 kN respectivamente usando material de aporte.

La disminución en el valor de la microdureza hasta 149 HV con 14 kN, se debe seguramente a la disminución de precipitados SiO_2 , que como se comprobó de las imágenes de microscopía, permitió una mayor difusión de níquel del vidrio metálico. En esta muestra el óxido de silicio es más puntual y se encuentra en menor concentración con respecto a los ensayos con cargas diferentes. Este resultado demuestra que una carga de 14 kN es óptima en cuanto a la menor formación de precipitados y menor fragilidad de la aleación, sin embargo los canales del microreactor se deforman y por esto se disminuyó aún más la carga aplicada. Por lo tanto, se debe llegar a un compromiso entre la formación de precipitados y la deformación de los canales, seleccionándose aquella condición que permita conservar las dimensiones del microreactor, aunque se aumente la cantidad de precipitados. Estos precipitados aunque fragilicen al microreactor, se pueden eliminar posteriormente con un tratamiento a alta temperatura.

Tabla 9. Dureza Vickers (HV) kgf/mm² para los microreactores de ACX 845 soldados con material de aporte

Carga aplicada	Primera medida	Segunda medida	Tercera medida	Dureza promedio
50 kN	152 HV	153 HV	151 HV	152 HV
27 kN	154 HV	149 HV	156 HV	153 HV
14 kN	150 HV	152 HV	145 HV	149 HV
5 kN	156 HV	168 HV	169 HV	164 HV
5 kN*	150 HV	153 HV	153 HV	152 HV
* Sin material de aporte				

A 5 kN el aumento de la microdureza con vidrio metálico con respecto al ensayo sin vidrio metálico sugiere la formación de más precipitados y por lo tanto, el aumento de la fragilidad de la aleación. Este resultado es coherente con la formación de precipitados de SiO₂ observados por SEM. Esta clase de precipitados se favorecen especialmente por el Si del vidrio metálico.

Tras el proceso de disolución de precipitados del microreactor soldado con vidrio metálico a 5 kN (Tabla 10) los valores de microdureza disminuyeron con respecto a lo obtenido para los microreactores originales soldados. Aunque no se observa una diferencia importante entre ambos procedimientos de disolución de precipitados, se disminuyó el valor de microdureza desde 164 HV hasta \cong 155 HV tras el tratamiento térmico. Seguramente para favorecer aún más la disolución de precipitados con quenching, el enfriamiento debió haber sido más rápido, o haber aumentado la temperatura por encima de 1200°C y luego enfriar rápidamente, aunque seguramente se aumentaría el límite de grano.

Tabla 10. Dureza Vickers (HV) kgf/mm² para los microreactores de ACX 845 soldados con material de aporte tras la disolución de precipitados

Carga aplicada	Primera medida	Segunda medida	Tercera medida	Dureza promedio
5 kN	156 HV	168 HV	169 HV	164 HV
5 kN (Lento)	149 HV	156 HV	157 HV	154 HV
5 kN (Quenching)	148 HV	162 HV	157 HV	155 HV
5 kN*	150 HV	153 HV	153 HV	152 HV
5 kN* (Lento)	153 HV	156 HV	158 HV	156 HV
5 kN* (Quenching)	143 HV	159 HV	150 HV	151 HV
* Sin material de aporte				

Como se observó de los resultados de microscopía, a 5 kN y sin vidrio metálico se formaron menos precipitados. Este resultado es coherente con la menor variación de los valores de microdureza tras el tratamiento de disolución de precipitados, con respecto a lo obtenido con el microreactor original, donde la microdureza es de 152 HV y cambia hasta 151 HV con quenching y 156 con enfriamiento lento desde 1050°C (Tabla 10). La tendencia a disminuir los valores de microdureza con quenching, está de acuerdo con la disminución de precipitados esperado tras bajar rápidamente la temperatura desde 1050°C. Sin embargo seguramente para observar una disminución más clara de la microdureza con el quenching, la temperatura se deba disminuir más rápidamente. Por otro lado, la tendencia a aumentar la microdureza tras el enfriamiento lento, seguramente se deba a que se favorece la formación de precipitados de Ti^[21].

En el feccralloy (Tabla 11) al disminuir la carga de soldadura, los valores de microdureza aumentan, con lo cual se forman más precipitados. Por lo tanto el material se vuelve más frágil. Aunque la cantidad de precipitados de Cr disminuyan, son los precipitados de NiAl los que según su estequiometría le aportan mayor dureza. En este caso los valores de microdureza oscilan desde 212 HV hasta 220 HV tras soldar a 50 y 10 kN respectivamente.

Por las imágenes de SEM para el caso de 15 kN se observó una mayor cantidad de precipitados de NiAl, que seguramente son los responsables del aumento de microdureza observado para el microreactor. En este caso se aumentó la microdureza hasta 227 HV. Sin embargo con 10 kN se formaron menos precipitados de NiAl y quizás por esto, la dureza no es tan elevada (220 HV). Además los resultados de mapping por elemento para el microreactor soldado con 10 kN, demostró la difusión más homogénea de los elementos hacia la zona soldada con respecto a 15 kN.

Con base en los resultados obtenidos para los microreactores de feccralloy, se puede concluir que la aplicación de una carga de 10 kN aunque en general aumenta la microdureza de la aleación por la generación de precipitados, es adecuada ya que conserva las dimensiones de los canales del microreactor tras la soldadura.

Tabla 11. Dureza Vickers (HV) kgf/mm² para el fecralloy sin tratamiento térmico

Fecralloy	Primera medida	Segunda medida	Tercera medida	Dureza promedio
50 kN	214 HV	210 HV	211 HV	212 HV
26 kN	221 HV	224 HV	214 HV	220 HV
15 kN	229 HV	225 HV	228 HV	227 HV
10 kN	220 HV	220 HV	221 HV	220 HV

La Tabla 12 muestra los resultados de microdureza tras la disolución de precipitados por tratamiento térmico en el microreactor de fecralloy soldado a 10 kN.

De las imágenes de SEM se observa que con los dos tratamientos térmicos se forman más precipitados de Cr. Además en el caso del enfriamiento lento se forman mayor cantidad de precipitados de NiAl y se disminuyen para el caso del quenching. Sin embargo los valores de microdureza no son coherentes con el aumento de precipitados, ya que la microdureza obtenida es inferior con respecto al quenching. En este último caso, a pesar de observar por las imágenes SEM una disminución de los precipitados de NiAl, la microdureza aumenta. Los resultados sugieren que seguramente la clase de precipitado de Ni con Al que se ha generado en ambos métodos de enfriamiento es diferente y por lo tanto, la microdureza depende de ello. Por ejemplo si se genera NiAl a más baja temperatura, la microdureza esperada sería inferior a lo obtenido con Ni₃Al que se genera a más alta temperatura^[51]. Para disminuir aún más los valores de microdureza y asegurar la disolución de precipitados, seguramente se deba realizar otro tipo de tratamiento térmico que incluya aumentar aún más la temperatura, mantener más tiempo a 1050°C la aleación, o disminuir más drásticamente la temperatura para no dar tiempo a la formación de estos precipitados.

Tabla 12. Dureza Vickers (HV) kgf/mm² para el fecralloy con tratamiento térmico

Fecralloy	Primera medida	Segunda medida	Tercera medida	Dureza promedio
10 kN	220 HV	220 HV	221 HV	220 HV
10 kN (Lento)	220 HV	220 HV	216 HV	219 HV
10 kN (Quenching)	218 HV	230 HV	226 HV	225 HV

5. Conclusiones

- La situación óptima de carga para soldar microreactores de aceros ferríticos por Diffusion Bonding depende del tipo de aleación empleada y del tamaño de las placas de microreactor. En este sentido para un microreactor de feccralloy de 70x70 mm² una carga de 10 kN con material de aporte, resultó ser suficiente para soldar las placas y evitar la deformación de los canales. Mientras que para un microreactor de ACX 845 de 100 x 35 mm², a 5 kN y sin material de aporte se soldaron adecuadamente las placas sin modificar las dimensiones de los canales.
- Tanto para el ACX 845 como para el feccralloy, con la disminución de carga durante la soldadura se aumentaron los precipitados. La clase de precipitado formado, así como la difusión de los elementos, depende de la aleación seleccionada. Estos precipitados pueden obstaculizar la difusión de los elementos hacia la zona soldada, afectando la unión de ambas placas.
- En el caso de la soldadura de los microreactores de ACX 845, al disminuir la carga se favorecen los precipitados de Cr, Si y Ti, que en su mayoría son óxidos de cromo y óxidos de silicio. Este último se genera por el vidrio metálico como material de aporte.
- Para el feccralloy tras la disminución de carga aplicada durante la soldadura, se generan precipitados de cromo, aluminio y níquel. Estos últimos generarían precipitados NiAl, cuya estequiometría puede variar afectando a las propiedades mecánicas del material.
- Al disminuir la carga para conservar las dimensiones de los canales del microreactor, se favorecen los precipitados que vuelven al acero más frágil y que aumentan la microdureza de la aleación.
- En el caso del ACX 845 aunque a 14 kN se generaron menos precipitados y la microdureza disminuyó, los canales del microreactor se deformaron. Es por esto que si se lograra una soldadura óptima (sin deformación) a una carga inferior a 14 kN y por encima de 5 kN, quizás se lograría una soldadura más óptima.

- La ausencia de vidrio metálico en el caso de la soldadura del ACX 845 con 5 kN, asegura la disminución de óxido de silicio en ambos extremos de la soldadura, que pueden obstaculizar la difusión de los elementos hacia ambas placas del microreactor. Con lo cual la disminución de óxido de silicio favorece la soldadura de las placas y la difusión de elementos es más homogénea.

- Para el ACX 845 soldado a 5 kN y material de aporte, los tratamientos térmicos empleados para la disolución de precipitados resultaron efectivos en la disminución de los precipitados y de la microdureza de los microreactores. Sin embargo para asegurar la mayor disolución de estos precipitados, es necesario realizar un quenching más drástico hasta temperatura ambiente, que inhiban la formación de más precipitados. El aumento de precipitados y por lo tanto de la microdureza al disminuir lentamente la temperatura desde 1050°C, se observó por ejemplo para el microreactor soldado sin vidrio metálico.

- Los tratamientos de disolución de precipitados para el microreactor de feccralloy soldado con 10 kN de carga no fueron efectivos, en este caso se generaron más precipitados de Ni y Al, seguramente con diferente estequiometría. La formación de estas fases influye en la microdureza de la aleación. Seguramente para eliminar estos precipitados es necesario realizar tratamientos térmicos diferentes, que incluyan aumentar la temperatura por encima de 1050°C, estabilizar más tiempo a alta temperatura o disminuir más drásticamente la temperatura.

6. Referencias

[1] S. Cruz, O. Sanz, R. Poyato, O. H. Laguna, F. J. Echave, L. C. Almeida, M. A. Centeno, G. Arzamendi, L. M. Gandia, E. F. Souza-Aguiar, M. Montes, J. A. Odriozola. *Design and testing of a microchannel reactor for the PROX reaction*. Chemical Engineering Journal 167 (2010) 634

[2] P. M. Martin, D. W. Matson, W. D. Bennett. *Microfabrication methods for microchannel reactors and separations systems*. Chemical Engineering Communications (2010) 245

[3] Gunther Kolb, Volker Hessel. *Micro-structured reactors for gas phase reactions* (2004) 1

[4] L. M. Martínez, M. A. Centeno, A. Paúl, M. Montes, J.A. Odriozola. *Stainless Steel'05 Market and Science*. CICIC 167 (2005) 634

-
- [5] M. J. Capitan, A. Paul, J. L. Pastol, J. A. Odriozola. *Oxidation Metals* 52 (1999) 447
- [6] H. E. Evans, D. A. Halton, R. A. Holm. *Oxid. Metals* 10 (1976) 149
- [7] L. Aries, J. Roy, S. El Hajjaji, I. Alberich, P. Vicente-Hernández, P. Costeseque, T. Aigouy. *Journal of Materials Science* 33 (1998) 429
- [8] D. E. Jons, J. Stringer. *Oxid. Metals* 9 (1975) 409
- [9] A. Paul, R. Sánchez, O. M. Montes, J. A. Odriozola. *Oxid. Metals* 67 (2007) 87
- [10] F. H. Stott, F. I. Wei. *Mat. Sci. Tech* 5 (1989) 1140
- [11] <http://portalweb.sgm.gob.mx/economia/es/precio-metales/niquel.html> 20-11-2014
- [12] H. J. Grabke. *Carburization, a high temperature corrosion phenomenon*. Materials Technology Institute (1998)
- [13] H. J. Grabke. *Materials and Corrosion* 49 (1998) 303
- [14] *La solución ferrítica*. International Stainless Steel Forum 1
- [15] L. M. Martínez T, M. I. Domínguez, N. Sanabria, W. Y. Hernández, S. Moreno, R. Molina, J. A. Odriozola, M. A. Centeno. *Applied Catalysis A: General* (2009) 166
- [16] A. Cybulski, J. A. Moulijn. *Catal. Rev. Sci. Eng* (1994) 179
- [17] F. I. Wei, F. H. Stott. *Corrosion Sci.* (1989) 839
- [18] L. Sáez Palencia, Avendaño Yurelis, Blanco, Keyla. *Evaluación microestructural del acero inoxidable austenítico AISI 304 sometido a ensayos de Creep* (2007) 1
- [19] Maite P. Sello. *The laves phase embrittlement of ferritic stainless steel* (2009) 1
- [20] P. Ávila, M. Montes, E. Miro. *Chemical Engineering Journal* 109 (2005) 11
- [21] *Tratamientos térmicos de los aceros inoxidable*. (2009)
- [22] Sergio G. Laufgang. *Aceros Inoxidables* (2003) 1
- [23] P. Nageswara Rao, Deepak Kunzru. *Fabrication of microchannels on stainless steel by wet chemical etching* (2007) 99
- [24] K. Schubert, W. Bier, G. Linder, D. Seidel. *Industrial Diamond Review* (1990) 235
- [25] R. J. Benjamin. *Diamond Machining Applications and Capabilities* (1983) 24
- [26] E. Westkämper, H. W. Hoffmesiter, J. Gäbler. *F & M* (1996) 525

-
- [27] D. Spath, V. Hüntrup. *Micro-milling of steel for mould manufacturing - influences of material, tools and process parameters* (1999)
- [28] Bishop W. L, Summers D.M, Lichtenberger A. W. *Precision techniques for whole wafer dicing and thinning of superconducting mixer circuits*. IEEE Transactions On Applied Superconductivity (2001) 171
- [29] T. Masuzawa. *Micro EDM*. Proceedings of the ISEM
- [30] K. P. Jäckel, O. Würz, Chemie-Technik. (1997) 130
- [31] W. Ehrfeld, V. Hessel, S. Kiesewalter, H. Löwe, T. Richter, J. Schiewe. *Microreactor Technology: 3rd International Conference on Microreactors Technology* (2000) 14
- [32] T. R. Dietrich, W. Ehrfeld, M. Lacher, M. Krämer, B. Speit. *Microelectron* 30 (1996) 497
- [33] W. Striedieck. *Die Herstellung von präzisen Bauteilendurch Fotoätztechnik*
- [34] K. E. Peterson. *Proceedings of the IEEE* (1982) 420
- [35] J. B. James, S. C. Ferry, P. W. Barth, *Sci. Am* (1993) 248
- [36] W. Ehrfeld, M. Abraham, U. Ehrfeld, M. Lacher, H. Lehr. *Proceedings of the 7th International workshop on Micro Electro Mechanical Systems* (1994) 25
- [37] B. K. Paul, R. B. Peterson, W. Wattanuchariya. *Microreactor Technology: 3rd International Conference on Microreactors Technology*. Proceedings of IMRET 3 (2000) 53
- [38] T. Richter, W. Ehrfeld, K. Gebauer, K. Golbig, V. Hessel, H. Löwe, A. Wolf. *Process Miniaturization: 2nd International Conference on Microreactors Technology*. Proceedings of IMRET 2 (1998) 146
- [39] S. Mathot, G. Demortier. *Diffusion bonding from antiquity to present times, Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section B-Beam Interactions with materials and atoms* (2004) 222
- [40] Shih W. P, Hui C. Y, Tien N.C. *Collapse of Microchannels During Anodic Bonding: Theory and Experiments*. Journal Of Applied Physics (2004) 2800
- [41] K. Shubert. (1998) 53
- [42] L. Tonkovich, Roberts G. L, S. T. Perry y S. P. Fitzgerald. (2005)
- [43] B. K. Paul, S. Bose, D. Palo. *An internal convective heating technique for diffusion bonding arrayed microchannel architectures* (2010) 554
- [44] N. Chikui, H. Furuhashi, N. Yamaguchi y O. Ohashi. *Inst. Met.* (2004) 515
- [45] <http://www.patologiasconstruccion.net/2012/12/la-microscopia-electronica-de-barrido-sem-i-concepto-y-usos/> **21-11-2014**

[46] http://www.uam.es/ss/Satellite/es/1242668321277/1242666559037/UAM_Laboratorio_FA/laboratorio/Laboratorio_de_Microscopia_de_Barrido_y_Analisis_por_Energia_Dispersiva_de_Rayos_X.htm **22-11-2014**

[47] http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/09/htm/sec_10.html
25-11-2014

[48] N. Cayetano Castro, H. J. Dorantes Rosales, V. M. López-Hirata, J. J. Cruz-Rivera, J. Moreno Palmerin y J. L. González Velázquez. *Cinética de engrosamiento de precipitados coherentes en la aleación Fe-10% Ni-15% Al* (2008) 162

[49] Gerardo Díaz, Eduardo Donoso y Ari Varschavsky. *Análisis estadístico de la microdureza Vickers de precipitados en una aleación Cu-10% wt. Ni-3% wt. Al mediante la función de distribución de Weibull* (2004)

[50] Carlos Augusto Serna Giraldo, Claudia Patricia Serna Giraldo, Neusa Alonso Falleiros. *Tratamiento térmico de precipitación en el acero UNS S43000 entre 500°C y 700°C* (2007) 175

[51] <http://www.materiales-sam.org.ar/sitio/biblioteca/laserena/52.pdf> **23-11-2014**