

ABRIR IV.1.-

IV.2.- Soldadura de materiales compuestos de la serie XXX con refuerzo de SiC IV.2.1.- Soldadura por difusión. IV.2.1.1.- AA 2124/SiC/12,5w.

IV.2.1.1.1.- Estudio microestructural de la unión

Una vez realizadas la uniones por el método descrito en el desarrollo experimental, se utilizó el análisis microestructural de las intercaras de soldadura como método para la determinación del grado de integridad metalúrgica conseguida en las uniones soldadas por difusión.

La existencia de bandeado y clusters de whiskers en este material compuesto es un factor importante durante la soldadura, ya que, en las zonas donde hay una elevada densidad de whiskers, la soldadura, necesariamente, será más débil. Esto es debido a que la difusión sólo está favorecida entre matriz y matriz (zonas de contacto metálico), mientras que no se produce unión en los contactos SiC-SiC y, dificilmente, en los contactos entre los whiskers y la matriz.

Como ya se ha señalado, para lograr una buena calidad en la unión de un material base aluminio, es muy importante que se produzca la ruptura de la capa de alúmina. Para lograr este objetivo, se utilizaron tres tipos de intermediarios con resultados muy diferentes. Por ello debemos considerarlos por separado.

Las condiciones de ensayo se eligieron, teniendo en cuenta los siguientes criterios.

 Las presiones de soldadura debían ser elevadas para favorecer la ruptura de la capa de alúmina. Sin embargo, la aplicación de presiones muy altas generaba deformaciones en la probeta muy elevadas, lo que limitaba la aplicación industrial del proceso de soldadura ensayado. Por estas razones, se trataba de llegar a un compromiso entre ambos factores. La temperatura se fijó en el intervalo de 480 a 530°C. Para ello, se consideró que la temperatura debía ser lo más alta posible, para favorecer los procesos difusivos, sin alcanzar nunca los 548 °C (Temperatura de reacción eutéctica en el diagrama Al-Cu (Fig. IV.64)). La temperatura de fusión incipiente que aparece en la bibliografia para la aleación 2124, que es la matriz del material compuesto del que estamos tratando, es 502°C. A pesar de que se han ensayado temperaturas de soldadura superiores a este punto teórico, no se han encontrado indicios de que se haya producido fusión local en la matriz AA 2124.



IV.2.1.1.1.1.Intermediario Supral 100

Se realizaron cinco ensayos con el material base de refuerzo de whiskers, utilizando como intermediario Supral 100, para determinar las condiciones de soldadura más adecuadas. Los parámetros de soldadura empleados, así como la deformación generada en la probeta soldada, vienen reflejados en la tabla IV.4:

Ensayo	Presión(MPa)	T _s (°C)	t _s (min)	eintermediario(µm)	Deformación(%)
MC6	3	510	60	60	33,3
	3	510	60	40	32,0
MC11	6	490	60	70	32,1
MC2	6	510	60	150	45
	3	530	60	50	54,4

Tabla IV.4 Ensayos de SD de la aleación 2124/SiC/12,5w, con intermediario Supral 100

Para evaluar la influencia de la preparación que recibe el intermediario, se realizaron dos ensayos en las mismas condiciones de presión, temperatura y tiempo (MC6 y MC12), con la diferencia de que, en un caso se utilizó como intermediario una lámina de Supral 100 que había sido laminada al 50% y posteriormente desbastada mecánicamente hasta conseguir el espesor adecuado y en otro, solamente se desbastó hasta alcanzar un espesor aproximado de 40 μ m.

El examen metalográfico de ambas probetas arrojó un resultado muy semejante, aunque el intermediario que no había sufrido laminación, presentaba un tamaño de grano algo más pequeño. Esto es consecuencia de que la energía de deformación en frío acumulada había favorecido en mayor medida la recristalización del intermediario durante la soldadura. No fue posible apreciar diferencias en la calidad metalográfica de la unión. El grado de deformación medido es también prácticamente igual. Con estos resultados, se puede concluir que el grado de deformación en frío del intermediario de soldadura no es un factor determinante durante el proceso, aunque la energía empleada en la laminación y que se acumula en la aleación en forma de tensiones residuales puede ayudar a la soldadura en estado sólido, al favorecer la recristalización de la zona de unión durante el proceso

La observación por microscopía electrónica de barrido de las uniones soldadas permite apreciar la fuerte influencia de la temperatura y de la presión en la microestructura de las uniones soldadas por difusión. En las soldaduras realizadas a 490 y 510 °C, aplicando una presión de 6 y 3 MPa respectivamente, el estudio revela una microestructura muy semejante. Además, las deformaciones producidas en las probetas son prácticamente iguales. De esto se deduce que el aumento en la temperatura de soldadura se ha visto compensado con la disminución de la presión, por lo se realizará la discusión de estas tres probetas conjuntamente.





Fig. IV.65 2124/SiC/12,5w soldado con Supral 100 (500 °C y 3 MPa). Zona de mayor deformación

Fig. IV.66 Poros en la intercara

La deformación que se ha producido en las probetas es bastante elevada (del orden del 32%). A pesar de ello, el intermediario sufre una reducción de espesor bastante homogénea, aunque mayor en la zona central de la probeta (Fig. IV.65). La soldadura se ha generado en zonas con muy diferente distribución de refuerzo, debido al bandeado que presenta el material base. En contacto con el intermediario, existen tanto zonas de matriz libres de whiskers, como clusters y zonas de alta proporción de refuerzo. En estas últimas, se aprecian whiskers que descansan paralelos a la intercara y otros que se han fracturado, debido a la aplicación de la presión de soldadura.

La integridad de la zona soldada no es buena, ya que se aprecia porosidad en algunos puntos de la intercara (Fig. IV.66), aunque otras zonas presentan una buena continuidad (Fig. IV.67). Se observa que, en las zonas de mejor calidad de soldadura, donde no existe



Fig. IV.67 Intercara libre de poros

Fig. IV.68 Punto triple en la intercara

porosidad, se ha producido recristalización a través de la intercara, alcanzando ésta una configuración similar a la de un límite de grano (Fig. IV.68).

La intercara de soldadura actúa como lugar preferente para la precipitación de las fases de equilibrio, fases ricas en cobre, probablemente Al₂Cu y A<u>1</u> CuMg. Estos precipitados forman, en algunos puntos, una capa casi continua (Fig. IV.69) muy perjudicial, pues reducirá la resistencia final de la unión.



Fig. IV.69 Precipitados ricos en Cu en la intercara

Fig. IV.70 Nucleación preferente en los whiskers

Se aprecia, así mismo, la presencia de gran número de estos precipitados, tanto en el interior del intermediario (Al_2Cu), como en la matriz del MMC (Al_2CuMg). Un lugar de precipitación preferente, tanto en el material base, como en la propia intercara de unión, son los whiskers de SiC, tal y como se puede comprobar en la figura IV.70.

Esta precipitación masiva es debida al enfriamiento lento en el horno, desde las condiciones de soldadura. Como la presencia de estas fases es perjudicial, pues reduce la resistencia y ductilidad de la aleación, se sometió a las probetas soldadas a un tratamiento térmico de solubilización a 500°C durante 5 h, seguido de temple en agua-hielo y envejecimiento a 190 °C durante 8 o 16 h.

El estudio de las probetas en estas condiciones demuestra que no han llegado a desaparecer los precipitados más gruesos (Fig., IV.71), debido a que el tiempo de tratamiento a 500°C no ha sido suficiente, aunque sí ha disminuido su proporción y tamaño y su morfología aparece más redondeada.



Fig. IV.71 Efecto del tratamiento de solubilización y envejecimiento

Para mejorar la calidad de la unión y eliminar la porosidad que aparecía en las condiciones anteriores, se procedió, en primer lugar, a aumentar la temperatura de soldadura, realizando el ensayo a 530 °C y 3 MPa, aunque, de esta forma, era inevitable que aumentara también en gran medida la deformación (54,4%).



Fig. IV.72 Soldadura realizada con Supral 100 (530 F °C y 3 Mpa). Espesor irregular

Fig. IV.73 Desaparición del intermediario (Supral 100, 530°C, 3MPa)

Debido al elevado nivel de deformación que se produce, la variación en el espesor del intermediario no es homogénea y existen zonas en las que éste llega incluso a desaparecer (Figs IV.72 y 73). Además, la intercara ha perdido localmente su planaridad, al haberse producido una recristalización a través de ella. En los materiales compuestos, existe una alta densidad de dislocaciones provocada por la diferencia existente en los coeficientes de expansión del refuerzo cerámico y la matriz metálica. Este hecho favorece que se produzca recuperación y recristalización durante la soldadura, ya que ésta se realiza a elevada temperatura.

En estas condiciones, la unión presenta gran calidad metalúrgica. En las zonas donde perdura el intermediario, no se encuentran poros o faltas de soldadura. La intercara se distingue solamente por la ausencia de refuerzo en el intermediario. En las zonas donde ha desaparecido el intermediario, la intercara de soldadura es indistinguible del material compuesto. Sólo se aprecia una variación de composición en la zona, debido a la difusión de los elementos del intermediario.



Fig. IV.74 Aspecto de la unión tras el T.T.

Tal y como ocurría en los ensayos realizados a menor temperatura, existe una precipitación importante de fases ricas en cobre (Al₂Cu y Al₂CuMg), tanto en los restos del intermediario no disuelto, como en el interior del material compuesto. Sin embargo, en este caso no se aprecia precipitación preferente en la intercara de soldadura. Para eliminar la precipitación generalizada de fases intermetálicas y lograr una unión de mejor calidad, se sometió a la probeta al tratamiento térmico anteriormente descrito. En este caso, se logró la práctica disolución de los precipitados (Fig. IV.74), excepto algunos restos de los más gruesos que solamente se redondearon. La intercara presenta, en estas condiciones, una alta continuidad y se aprecia que se ha producido recristalización durante el tratamiento térmico.

El principal problema de la aplicación de estas condiciones extremas de soldadura es que, si bien producen una unión de gran calidad microestructural, también introducen un inaceptable grado de deformación (54,4%). Por ello, no resultan adecuadas. Como segunda opción para mejorar la calidad de las uniones, se trató de aumentar la presión a 6 MPa, sin modificar la temperatura de soldadura (510 °C).

Soldadura de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio...

En este caso, la deformación se redujo con respecto al caso anterior ($\approx 45\%$), pero sigue siendo un valor muy elevado y superior a los resultados conseguidos en los ensayos comentados en primer lugar. A pesar de la elevada deformación inducida, la deformación del intermediario fue homogénea, con una reducción de espesor de 150 µm a 60 µm. En este caso no se aprecia en ningún punto la desaparición local de intermediario.

Es destacable el hecho de que la deformación de la probeta en general, y del intermediario en particular, aumenta en mayor medida con el aumento de temperatura, que con el aumento de presión, para el intervalo de condiciones ensayadas..



Fig. IV.75 Soldadura realizada a 510°C y 6 MPa

La observación metalográfica de la unión, realizada a 510°C y 6 MPa, muestra una intercara de buena calidad, libre de porosidad, tal y como se aprecia en la figura IV.75.

Aunque existe una gran cantidad de precipitados de cobre (Al₂Cu y Al₂CuMg) en la matriz del material compuesto y en el intermediario, éstos no se localizan en la intercara. Aplicando el tratamiento térmico ya descrito anteriormente, no se consiguió la completa disolución de estas fases, como ya había ocurrido en el caso anterior, ya que el tiempo de tratamiento fue excesivamente pequeño.

Durante el enfriamiento lento posterior a los ensayos de soldadura, crecen unos precipitados muy gruesos de las fases de equilibrio (fase S en la aleación AA2124) que pueden hacer disminuir las propiedades mecánicas. Con la aplicación del tratamiento térmico postsoldadura de solubilización y envejecimiento artificial, se pretende recuperar la micro-

226

estructura de partida del material y obtener las mejores propiedades mecánicas posibles en la unión, disolviendo los precipitados gruesos y haciendo aparecer las fases metaestables semicoherentes que endurecen la matriz.



Fig. IV.76 Crecimiento de grano a través de la intercara

Fig. IV.77 Oxidación de la intercara de unión

Por otra parte, durante el proceso de soldadura, se forman en la zona de unión una serie de precipitados de intermetálicos, por la interacción entre los elementos de la matriz, que difunden hacia el intermediario y los que se aportan con el intermediario, que difunden hacia la matriz. Estos intermetálicos son, en su mayor parte, frágiles y disminuyen la resistencia de la unión. La aplicación del tratamiento de solubilización podría facilitar la solubilización de algunos de estos intermetálicos. Parte de ellos podrían desaparecer al favorecerse la difusión y homogeneizarse la composición en la zona soldada y otra parte quedarán disueltos en el proceso de solubilización y temple.

Además, el tratamiento postsoldadura mejora la homogeneización de la composición en las zonas de la intercara, con lo que acerca su composición a la del material original, y promueve los procesos de recristalización.

Tras el tratamiento térmico, se aprecia que se ha producido recristalización y crecimiento del grano a través de la intercara (Fig. IV.76). La observación a mayores aumentos permite apreciar la existencia de oxidación en la intercara (Fig. IV.77).

Aunque no se ha apreciado en las probetas anteriormente comentadas, sí que existe una fina porosidad que podría indicar la existencia de óxidos disueltos en el ataque metalográfico. Esta capa de óxido resulta ser muy perjudicial para la resistencia de la unión como se comentará posteriormente.

A la vista de las diferencia existentes entre las composiciones del intermediario (con un 5,9% en Cu y un 0,04% en Mg) y del material base (4,3%Cu y 1,3%Mg), resulta evidente que se producirá difusión del Mg hacia el intermediario, mientras que el cobre difundirá hacia el material base. Se produce por tanto un transporte de masa a través de la intercara, en función de las diferencias de concentración y de los coeficientes de difusión (Tabla IV.5).

Elemento difusor	$D_0 (m^2/s)$	Q _d (kJ/mol)	D a 500 ° C (m ² /s)
Al	1,7 * 10-4	142	4,1 * 10 ⁻¹⁴
Cu	6,5 * 10-5	135	4,8 * 10 ⁻¹⁴
Mg	1,2 * 10 ⁻⁴	131	1,8 * 10 ⁻¹³

Tabla IV.5 Tabla de datos de difusión

Para evaluar la difusión del cobre desde el intermediario hacia el material, se realizó una curva de concentración de cobre mediante microanálisis cuantitativo en la probeta realizada a 510°C y 6 MPa, ya que fue ésta en la que se había obtenido mejor de calidad de soldadura. El resultado obtenido se muestra en la figura IV.78. Se demuestra que se ha producido



Fig. IV.78 Curva de concentración de cobre a través de la intercara intermediario/MMC

difusión hacia el material compuesto y que se han igualado las composiciones a ambos lados de la intercara. Aún así, a pesar del largo tiempo de soldadura (1 h) y tratamiento térmico postsoldadura aplicado, la difusión de cobre que se ha producido es bastante limitada y se mantiene la composición original del 5,9% Cu en el centro de la lámina.

La difusión del cobre en aluminio es, aproximadamente, 2000 veces la del Al en Cu a la temperatura del eutéctico (190), por lo que la zona de solución sólida rica en aluminio será más ancha que la zona de solución sólida rica en cobre.



Distancia (µm) Fig. IV.79 Curva de dureza de MC2T (510 °C y 6 MPa)



Fig. IV.80 Curva de microdureza de MC12T (510 °C y 3 MPa)

Para evaluar el efecto endurecedor que pudiera producir el cobre difundido a ambos lados de la intercara, se determinaron los perfiles de microdureza sobre la probetas MC2T y MC12T (Figs. IV.73 y 74). Considerando los resultados obtenidos, se puede decir que la difusión del cobre no produce ningún endurecimiento apreciable en el MMC a ambos lados

del intermediario. Estos datos son coherentes con la curva de difusión del cobre que se acaba de comentar.

IV.2.1.1.1.2.- Intermediario AA 8090

Para evaluar la idoneidad de la aleación AA 8090 como intermediario, se realizaron una serie de ensayos que vienen reflejados en la siguiente tabla:

Ensayo	Presión (MPa)	Τ _s (°C)	t _s (min)	Deformación (%)
MC4	3	480	60	<1
MC5	3	510	60	25,5
MC3	3	530	60	56,7
MC7	6	490	60	8,5
MC1	6	510	60	≈45

Tabla IV.6 Ensayos de SD de la aleación 2124/SiC/12,5w, con intermediario AA 8090

La razón de la elección de esta aleación como intermediario de soldadura fue, como ya se ha comentado, su contenido en litio y en magnesio. Según se ha demostrado en la soldadura por difusión de aleaciones de Al-Li (230, 236), la presencia de este elemento hace que los valores de resistencia de la unión sean menos sensibles a la presencia de la capa de alúmina superficial, ya que ésta se modifica por la reacción con el Li y, en menor medida, con el Mg, según las reacciones que se indican en la tabla III.4. Durante el proceso de soldadura, una vez que las superficies se encuentran en contacto, se forma una atmósfera entre las microrrugosidades de Li y/o Mg que evita la entrada de O_2 . De esta forma, en lugar de formarse una capa de alumina, aparecen las espinelas Al-Li que se indican en las reacciones de la tabla III.6. Estos compuestos son menos duros y menos estables térmicamente que la alumina y aparecen en forma de partículas discretas por lo que no afectan a la resistencia de las uniones.

Otro factor que ha demostrado tener una gran importancia en el comportamiento de esta aleación, como intermediario de soldadura, es sus características superplásticas que pueden

IV.- Resultados y discusión

mejorar los procesos de deformación plástica durante la soldadura, mejorando el contacto de las superficies que se unen.

Además, la presencia de Li aumenta la resistencia de las aleaciones de aluminio con refuerzo de whiskers de SiC, ya que mejora la resistencia de la intercara matriz-partícula y disminuye el "pull-out" tal y como demostró Webster (249).



Fig. IV.81 Soldadura de AA 2124/SiC/12,5w (AA 8090, 510°C y 6 MPa

Fig. IV.82 Precipitados en el intermediario

En la figura IV.81, se muestra el aspecto típico de la zona de soldadura y del intermediario Al-Li. Todas estas probetas presentan una precipitación acusada (Fig.. IV.82), tanto en el intermediario, como en la intercara de soldadura y en el interior de la matriz del material compuesto, de fases ricas en Cu, de tamaño grueso. Su morfología, que es esferoidal en las probetas soldadas a menor temperatura y presión, tiende a hacerse más alargada, cuanto más extremas se hacen las condiciones de soldadura. Estas fases precipitan preferentemente en el límite de grano y en la intercara matriz-partícula. La presencia de esta gran cantidad de precipitados con elevado contenido en Cu, probablemente de fase S (Al₂CuMg) y fase θ (Al₂Cu), en el interior del intermediario, sólo puede explicarse por la difusión del Cu de la matriz hacia el intermediario, ya que el contenido en este elemento de la aleación AA 8090 no es suficientemente alto como para justificarla.

En el interior del intermediario, aparecen, además, otras fases de muy pequeño tamaño y morfología acicular, con estructura Widmanstäten, que nuclean en el interior de los granos. El análisis por EDS de estos precipitados finos dio como resultado Al, Fe y Cu. También se detectó Zr. Es casi seguro que estos precipitados contengan también Li, pero la técnica de análisis utilizada no permite detectarlo. La proporción de estas fases disminuye con el aumento de la temperatura y de la presión de soldadura. Además, aparece una zona libre de precipitados en las proximidades de la intercara de soldadura. Estos fenómenos se explican por la difusión del Li hacia el material compuesto, que se ve favorecida con el aumento de la temperatura de soldadura, la cual hace que disminuya la concentración de Li en las zonas del intermediario cercanas a la intercara.

En la intercara de soldadura se aprecia en muchas ocasiones (Fig. IV.83) la presencia de un rosario de precipitados discretos de óxidos y espinelas de Li $(LiO_2, LiAlO_2 y LiAl_5O_8)$ (230) y, en menor medida, de Mg (MgO y MgAl₂O₄) que, como se ha comentado anteriormente, aparecen debido a la reacción de estos elementos con la capa de alúmina, lo que favorece la soldadura.



Fig. IV.83 Óxidos y espinelas de Li y Mg en la intercara

Fig. IV.84 Tratamiento térmico de solubilización y envejecimiento.

Para solubilizar las fases precipitadas y mejorar la resistencia de las uniones al favorecer la recristalización y la homogeneización en composición en la zona de soldadura, se sometió a la probetas a un tratamiento térmico postsoldadura consistente en una solubilización a 500°C durante 4 h en atmósfera protectora de Ar, seguido de temple en agua y una maduración a 190°C durante 16 h (Fig. IV.84).

Este tratamiento consigue solubilizar los precipitados aciculares de Al-Cu-Li-Fe. En cambio, el tiempo de tratamiento resulta insuficiente para que desaparezcan los precipitados de las fases S y θ , que solamente se reducen de tamaño y se redondean. Las espinelas y

óxidos que aparecen en la intercara son insolubles en las condiciones ensayadas y, por tanto, no se alteran en el tratamiento térmico. Así mismo, se aprecia tras la soldadura una recristalización y un crecimiento de grano a través de la intercara de unión, tal y como se muestra en la figura IV.84.

Como ocurría en el caso anterior, la soldadura depende fuertemente de la temperatura y de la presión aplicada. Para analizar este efecto, se comenzó por soldar una serie de probetas, aplicando una presión constante de 3 MPa a tres temperaturas distintas. En la probeta MC4, soldada a menor temperatura (480 °C), no se aprecia apenas deformación macroscópica, ni tampoco del intermediario en el que sólo se reduce el espesor de 150 µm a 130 µm. La observación en el microscopio electrónico de barrido (Fig.. IV.85) permite apreciar que, aunque existen zonas de buena soldadura, casi toda la intercara presenta una marcada porosidad y gran discontinuidad.



Fig. IV.85 Soldadura realizada a 480 °C y 3 MPa.

Al aumentar la temperatura hasta 510 °C, se produce un marcado aumento de la deformación (25,5%), lo que se refleja también en una pérdida de homogeneidad en el espesor del intermediario. La intercara pierde su planaridad, tal y como se observa en la figura IV.86. A esta temperatura, aunque aún se detectan zonas en la intercara con una elevada porosidad y que tienen una baja calidad, éstas se alternan con otras zonas que presentan buena continuidad microestructural; es decir, la calidad de la soldadura ha mejorado, pero aún no es la requerida.



Fig. IV.86 Soldadura realizada a 510 °C y 3 MPa.

Fig. IV.87 Whiskers paralelos a la intercara.

Un factor importante que es preciso considerar, a la hora de evaluar metalográficamente la calidad de la soldadura, es la orientación de los whiskers en la intercara de soldadura. En este caso, tal y como se aprecia en la figura IV.87, existen whiskers paralelamente orientados a la línea de unión. Como a la temperatura de soldadura no se produce una interdifusión entre el SiC y la matriz de aluminio importante, los puntos de contacto entre los whiskers y el intermediario son puntos en que no existe unión y que, por tanto, generan grietas y debilitan la unión. Si, como en este caso, el refuerzo se encuentra orientado paralelamente a la intercara, el área real de soldadura será menor, lo que implica una reducción de la resistencia mecánica final de la unión. Es conveniente, por tanto, que las soldaduras se realicen en la dirección perpendicular a los whiskers, es decir, en la dirección perpendicular a la laminación.

Para conseguir mejorar la calidad de la soldadura, se aumentó la temperatura hasta 530°C. En este caso, la reducción de espesor del intermediario fue muy heterogénea, debido a que el flujo plástico de la aleación AA 8090 a esa temperatura está muy favorecido. Existen zonas en las que el intermediario incluso desaparece, tal y como se aprecia en la figura



Fig. IV.88 Zona de desaparición del intermediario.



Fig. IV.89 Porosidad de desaparición del intermediario

IV.88. La calidad de la soldadura obtenida es muy buena, sobre todo en las zonas en las que ha desaparecido el intermediario. No existe porosidad y, tras el tratamiento térmico postsoldadura, se observa recristalización a través de la intercara, apareciendo, incluso, la presencia de whiskers en el interior de los nuevos granos. El principal inconveniente de estas condiciones de soldadura es, de nuevo, la alta deformación producida, que supera el cincuenta por ciento. Se consideró entonces la posibilidad de realizar la soldadura, aplicando una presión mayor (6 MPa) y a una temperatura más reducida (490 °C y 510°C), para disminuir la deformación plástica.

En el ensayo MC7, realizado a una temperatura de 490°C, aunque se ha controlado la deformación (8,5 %) y se aprecia una disminución de la porosidad interfacial con respecto a la que aparecía a 490 y a 510 °C a menor presión, aún no existe el grado de continuidad necesario para poder predecir una buena resistencia. En algunos puntos aparece porosidad en el material base procedente de defectos de fabricación que tampoco desaparece durante la soldadura. (Fig. IV.89).

Utilizando como condiciones una presión de 6 MPa y una temperatura de 510 °C, se obtiene una soldadura de muy buena calidad, tal y como se observa en la figura IV.90, en la que se aprecia la presencia en el interior del intermediario de precipitados ricos en circono, que no se solubilizan hasta la temperatura de fusión y que se fraccionan durante la laminación. Como confirmación de la calidad de la unión, es posible observar cómo, en la intercara de soldadura, el grano crece englobando a los whiskers durante el tratamiento térmico. A pesar de que esto se podría considerar un buen resultado, no lo es, ya que la deformación que se





Fig. IV.90 Intercara de buena calidad. Precipitado rico Fig. IV.91 Zona de la desaparición del intermediario en Zr.

produce es excesivamente elevada (≈45 %). El intermediario llega, en algunos puntos, a desaparecer debido al elevado flujo plástico (Fig. IV.91).

En las aleaciones de aluminio que contienen Li, se produce, tras el tratamiento térmico de solubilización y envejecimiento, un aumento de la resistencia debido a la formación de la fase metaestable $\delta'(Al_3Li)$ (Fig. III.2). Además, tal y como hemos comentado



Fig. IV.92 Curva de microdureza a)MC5T b)MC3T c)MC7T d)MC1T

anteriormente, la presencia de Li es capaz de mejorar la resistencia de la intercara SiC-Matriz, endureciendo el material compuesto. Por tanto, se consideró que la realización de la curva de microdureza a través de la intercara sería un buen método indirecto para evaluar la difusión del Li desde el intermediario hacia la matriz del material compuesto. Los resultados obtenidos se muestran en las figuras IV.92 a), b), c) y d). Se comprueba cómo el Li ha difundido apreciablemente desde el intermediario, produciendo un debilitamiento en las zonas más próximas a la intercara, las cuales se corresponden con las zonas libres de precipitados que se observaban anteriormente. El material compuesto, por su parte, se endurece en las zonas cercanas a la intercara por los dos efectos que se acaban de comentar.

Este efecto de endurecimiento abarca una banda más ancha, cuanto mayor es la temperatura y la presión aplicadas durante el proceso de soldadura.

Para evaluar el efecto de la utilización de intermediarios que contienen Li sobre los distintos tipos de interfases existentes en el material compuesto, soldado por difusión (interfase matriz partícula, refuerzo intermediario y matriz intermediario), y conocer en profundidad el tipo de unión formada, se recurrió a la microscopía electrónica de transmisión. Como se ha dicho, las interfases refuerzo-metal son las que condicionan la calidad de la unión, no sólo porque controlan las propiedades químicas y mecánicas del material compuesto, sino porque entre el intermediario y los whiskers se forma una nueva interfase que supone una parte importante de la superficie que se une. Se escogieron para el estudio las uniones



Fig. IV.93 Intercara de unión entre el aluminio litio y el MMC

realizadas a 510 °C y 3-6 MPa, sometidas a tratamiento térmico de solubilización y envejecimiento. En la figura IV.93 se puede ver un montaje de fotografías correspondientes a una zona de alta calidad de unión.

El estudio revela que la interfases formadas por el intermediario con el refuerzo (interfase metal/cerámico y con la matriz (interfase metal/metal) son bien distintas en cuanto a sus características y propiedades y conviene comentarlas por separado.

Las intercaras metal/metal formadas entre el AA 8090 y la matriz del material compuesto realmente no están afectadas por la presencia del refuerzo, por lo que son semejantes a las que se pueden encontrar en otras aleaciones de aluminio soldadas, utilizando Al-Li como intermediario (250). Cuando la intercara es de buena calidad, se observa el fenómeno ya indicado de pérdida de planaridad, debido a que se produce un proceso de recristalización dinámica, a través de la intercara de unión. Por ello, se asemejan mucho a límites de grano de gran ángulo y son bastante difíciles de distinguir por TEM. Es posible encontrar detalles que confirman que el proceso de recristalización se ha producido, como es la formación de puntos triples en donde los límites de grano del intermediario AA 8090 intersectan a la línea de unión. En trabajos realizados sobre la soldadura por difusión de aleaciones de aluminio litio con comportamiento superplástico, se ha demostrado (230) que la existencia de estos puntos triples induce la recristalización dinámica.

En este caso, puesto que se ha utilizado como intermediario la aleación AA 8090 que posee comportamiento, superplástico aparece también este mecanismo, lo que favorece la formación de uniones de buena calidad. A ambos lados de la unión, la microestructura es muy semejante, debido a que la difusión durante la soldadura y durante el tratamiento térmico producen una gran homogeneización. Se puede observar en el interior de los granos la presencia de la fase correspondiente al pico de endurecimiento de esta aleación, que es la fase S'(Al₂CuMg) así como otras fases complejas.

En general, no se encuentran signos de formación de partículas o capas continuas de óxidos interfaciales, aunque se detecta en la intercara la presencia de precipitados de morfología



Fig. IV.94 Análisis EDS



Fig. IV.95 Intercaras de soldadura con presencia de whiskers y de precipitados interfaciales

alargada que, según el análisis EDS, contienen cobre y aluminio. La difracción de electrones de estas fases confirma que se trata de Al_2Cu (Fig. IV.94). En la figura IV.95 se observan algunos de estos precipitados (marcados como A), junto con su difracción de electrones. Junto a ellos aparece un whisker alineado con la intercara.

En cuanto a la intercara matriz-refuerzo hay que destacar que, debido a que la soldadura se realizó con las superficies de soldadura orientadas en la dirección de laminación, la mayoría de los whiskers se sitúan paralelos a la intercara de unión. Incluso se han encontrado varios whiskers que se encontraban en contacto con el intermediario a todo lo largo de su eje mayor como se puede ver en las figuras anteriores. Debido a que esto supone que la porción de área en la intercara ocupada por refuerzo es muy elevada, se puede comprender la importancia de la intercara Al-SiC en la calidad final de la unión.





Fig. IV.97 Detalle a altos aumentos

La situación es más compleja, ya que existen dos tipos de situaciones en la interfase. En el material en estado de recepción, ya se detectaron dos tipos de intercaras entre el refuerzo y la matriz, dependiendo de si los whiskers se hallaban rodeados de una capa de oxidación o no. Tras la soldadura, se encontró que, entre los whiskers y el intermediario, también se dan dos interfases bien distintas. En la mayoría de los whiskers, no se observa que se haya formado ninguna capa de reacción, lo que podría resultar perjudicial para la resistencia de la unión. Probablemente, éstos provengan del refuerzo que presentaba una intercara limpia en el material de partida. En la figura IV.96, se puede ver un whisker que se encuentra en contacto con la aleación matriz AA 2124 por un lado y, por el otro, con la aleación utilizada para el intermediario AA 8090. No se observa que exista una gran diferencia microestructural entre ambas intercaras. Se observan zonas de intercara rugosas. Este tipo de intercaras tiene la propiedad de impedir el "pull out", aumentando de esta forma la resistencia del material compuesto.

Una observación a más aumentos de la interfase Al-Li/SiC (Fig. IV.97) muestra que, aunque no existe formación de una capa de reacción continua entre ambos constituyentes, se detecta la formación de cristales de unos 50 nm. También aparecen algunas fases que precipitan de forma preferente sobre la intercara. Según han indicado otros autores (26), estas capas se forman debido a la presencia de fases oxidadas en los polvos de partida con que se fabrica el material (vía pulvimetalúrgica) y que se incorporan al mismo. Aunque las películas de óxidos superficiales en los polvos de aleaciones de aluminio son generalmente de alúmina, en la aleación AA2124, que contiene magnesio, también se puede formar MgO. Además, la presencia del Li puede modificar estas fases y generar óxidos complejos.

240

Las fases precipitadas que aparecen sobre la intercara de los whiskers se deben a la segregación de los elementos de segregación de la matriz que nuclean, de forma heterogénea, sobre la intercara incoherente matriz-refuerzo. También estas fases pueden verse modificadas por el Li que difunde desde el intermediario y que puede reaccionar con ellas para formar otras fases distintas.

Sin embargo, en algunos whiskers se ha detectado la existencia de una capa de reacción. Esta capa es continua. El origen de esta capa se puede encontrar en la reacción del litio y otros elementos de aleación con la estrecha capa de oxidación presente en los whiskers del material de partida y que se ha identificado como SiO₂ (Fig. IV.98 y IV.99). El análisis por EDS de esta capa de reacción indica que se ha formado un producto de oxidación complejo formado por O, Al, Si y Cu. Aunque no se detecta, debido al método de análisis utilizado, es posible que también contenga Li. La presencia de esta capa de reacción puede ser la responsable de que se obtuvieran algunos valores de resistencia excesivamente bajos. Por esta razón, sería interesante evitar la oxidación de los whiskers durante la fabricación para mejorar la soldabilidad en estado sólido de los materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con SiC.



Fig. IV.98 Capa de reacción en la intercara SiC/AA8090



Fig. IV.99 Detaile

IV.2.1.1.1.3.- Intermediario de plata

Aunque la plata es un elemento que ha sido usado por algunos autores para soldar mediante TLP, en este caso la soldadura es totalmente en estado sólido, ya que la temperatura empleada se encuentra por debajo de la del eutéctico (T = 567 °C), tal y como se observa en la figura III.2.

Al igual que en los casos anteriores, se llevaron a cabo una serie de ensayos a distintas temperaturas y presiones para evaluar la validez de este elemento como intermediario y las condiciones óptimas para su utilización. Los ensayos realizados se encuentran reflejados en la siguiente tabla:

Ensayo	Intermediario	Presión(MPa)	T _s (°C)	t _s (min)	Deformac.(%)
MC8	Plata (15-20 µm)	3	490	60	≈0
MC9	Plata laminada	3	510	60	27,5
MC13	Plata (2 µm/2 caras)	3	500	60	7,5
MC15	Plata (1 µm/1 caras)	3	510	60	29,3
MC14	Plata (2 µm/2 caras)	6	490	60	10,30

Tabla IV.7 Ensayos de SD de la aleación 2124/SiC/12,5w con intermediario de plata

Los resultados que se obtuvieron, utilizando plata como intermediario, son muy diferentes a los conseguidos con los intermediarios anteriormente comentados, ya que, en este caso, no se trata de una aleación de aluminio con composición semejante a la del material base, como ocurría en los dos casos anteriores, sino de una lámina de un elemento bien distinto al aluminio, como es la plata. En primer lugar, se realizó un ensayo a 490 °C y 3 MPa, utilizando una lámina de $\approx 50 \ \mu m$. La deformación de la probeta fue mínima, así como la de la lámina que mantuvo un espesor homogéneo.

La observación en el microscopio electrónico de barrido muestra que la plata ha difundido a ambos lados del intermediario (Fig IV.100), formando dos zonas ricas en precipitados de intermetálico Al-Ag. Así mismo, el aluminio difunde hacia el interior de la lámina,



Fig. IV.100 Zona de difusión de la plata y lámina de intermetálico

Fig. IV.101 Difusión de la plata en el material compuesto

transformándola completamente en intermetálico Al-Ag. El análisis semicuantitativo por EDS de la lámina y de los precipitados que se aprecian en la matriz del intermetálico muestra que se trata de fase δ (85,7% Ag y 14,3 % Al). La difusión del aluminio hacia el interior de la lámina también se evidencia, gracias a la aparición de unos precipitados aciculares de aluminio con plata en solución sólida, cuya presencia queda especialmente reflejada cuando se emplean imágenes de electrones retrodifundidos. También se detecta en la matriz la precipitación de la fase S rica en cobre (Al₂CuMg).

La difusión de la plata hacia la matriz produce la formación de una banda de unos 7-8 μ m de fase δ en la que se encuentran incluidos los whiskers, que, originalmente, se encontraban cerca de la intercara de unión (Fig IV.101).

La elevada proporción de intermetálico que existe en la zona de unión y, sobre todo, la existencia de la banda continua de fase delta, procedente de la transformación de la lámina de plata, hace prever que la resistencia de esta unión no resulte muy elevada.

Para tratar de solubilizar estas fases, se sometió a la probeta a un tratamiento térmico de solubilización a 500°C durante 7,5 h., seguido de temple. La observación de la probeta tratada muestra una elevada degradación de la unión (Fig IV.102). Sólo se consigue solubilizar el intermediario en la banda en que aparecían los whiskers, pero la lámina de fase delta permanece prácticamente inalterada, aunque se pueden apreciar pequeñas zonas de disolución en los bordes (Fig. IV.102) e incluso en el centro de la lámina (Fig. IV.103).



Fig. IV.102 Intercara tras el tratamiento térmico. Reacción con el intermetálico.

Fig. IV.103 Disolución parcial de la lámina

Además, el intermetálico sufre una fuerte oxidación en la intercara de unión que, tras el ataque con el reactivo metalográfico (Keller), se manifiesta como porosidad.

Para tratar de conseguir la completa disolución de la plata que se utilizó como intermediario y evitar la formacion de una capa continua de intermediario de plata-afuminio, se realizo un ensayo con una lámina de solamente 20 µm, aumentando la temperatura de ensayo a 510°C. En este caso, la difusión de la plata fue mayor a ambos lados del intermediario tal y como se puede apreciar si comparamos las figuras IV.100 y IV. 104.

Aunque el espesor de plata empleado fue menor y se produjo una difusión mayor, no se consiguió la total disolución de éste, al formarse de nuevo una capa del intermetálico (fase δ). Así mismo, se comprueba que se ha producido la precipitación masiva de la misma fase δ en la matriz del material compuesto, tanto en forma de precipitados gruesos de morfología irregular, como en forma de pequeñas acículas con una típica morfología Widmanstäten. También aparecieron precipitados aciculares de Al con plata en solución





Fig. IV.104 Zona de difusión de la plata y lámina de intermetálico

sólida, en el interior de la lámina de intermetálico (Fig. IV.105). En la zona de contacto del intermetálico con los whiskers de SiC, se pueden apreciar incluso zonas de reacción (Fig. IV.106).





Fig. IV.106 Reacción de intermetálico aluminio-plata con los whiskers de SiC.

Fig. IV.107 Oxidación del intermetálico tras el tratamiento térmico

Tras el tratamiento térmico, la degradación de la unión fue incluso mayor que en el caso anterior. Aunque se logra la disolución de todos los intermetálicos existentes en la matriz del material compuesto y existen zonas en que se aprecia la disolución de intermediario, la mayor parte de la lámina sufre una fuerte oxidación, lo que fragiliza en gran manera la unión (Fig IV.107).

Para tratar de evitar estos problemas, se pensó en reducir el espesor de plata utilizado en el intermediario. Se realizó un ensayo a 500 °C y 3 MPa, utilizando una capa de plata de 1 μ m, depositada por vaporización sobre cada una de las superficies que se iban a unir.

El resultado conseguido fue muy distinto a los anteriores. Se logró una unión de mejor calidad, con zonas que presentaban una aceptable continuidad en la intercara, aunque existían muchas zonas con una apreciable porosidad. La plata utilizada como intermediario no se disolvió a pesar de tener un pequeño espesor, sino que quedó en la zona de la intercara transformándose de nuevo en un intermetálico Al-Ag (fase δ) (Fig IV.108). La poca difusión de plata que se observó en este caso se debió a que se había depositado sobre las dos superficies que se iban a soldar por lo que, realmente, el contacto en la intercara era Ag-Ag y la difusión se encontraba poco favorecida. Además, la disminución de la

temperatura en solo 10 °C, no sólo redujo la deformación hasta el 7,5%, sino que además afectó a la calidad de la unión aumentando su porosidad.



Fig. IV.108 Formación de intermetálico en el centro de la probeta. a) Imagen de electrones secundarios. b) Imagen de electrones retrodifundidos

Para evitar el contacto Ag-Ag que requeriría mayor temperatura para conseguir una difusión efectiva y para reducir en parte la porosidad interfacial, se realizó un ensayo en las mismas condiciones de presión, a una temperatura algo mayor (510 °C) y depositando una capa de plata de 1 µm en una sola de las superficies a unir, con lo que el contacto en la intercara se transforma en Ag-MMC y la difusión se favorece por tratarse de dos materiales distintos.

En este caso, el resultado obtenido fue mejor. Se consiguió una unión con alta continuidad y en la que la plata había difundido en la matriz del material compuesto (Fig IV.109 a). No se formó ninguna capa de intermetálico, sino que la fase δ aparece precipitada homogéneamente en el seno del aluminio. En algunos puntos de la intercara, la soldadura no tuvo lugar, debido a que la cantidad de plata aportada no fue suficiente y a que el método de depósito aplicado (evaporación a vacío) no siempre asegura la obtención de un recubrimiento de espesor homogéneo tal y como se puede observar en la figura IV.109 b).



Fig. IV.109 Soldadura realizada utilizando plata como intermediario. a) Soldadura de alta calidad metalúrgica. b) Heterogeneidad en el espesor de la plata depositada.

Es obvia, por tanto, la necesidad de llegar a un compromiso en la cantidad de plata aportada, de manera que no se produzca la formación de una capa continua de intermetálico, ni tampoco sea insuficiente para producir la unión. Es evidente que la aportación del intermediario en forma de lámina no es posible, ya que por este método no se puede reducir el espesor por debajo de 20 μ m, lo que, como hemos demostrado, es excesivo. Tampoco el sistema de metalización por vaporización de la plata parece el adecuado, ya que por este método resulta excesivamente oneroso conseguir espesores mayores de 2-3 μ m, lo que resulta insuficiente, siendo dificil la obtención de depósitos homogéneos. Sería necesario, por tanto, desarrollar un sistema alternativo que permita depósitos de un espesor intermedio.

Con el objetivo de solubilizar los precipitados, tanto de fase δ como de fase S (Al₂CuMg) presentes en la matriz del MMC y en el intermediario, se sometió al material a un tratamiento térmico de solubilización a 500 °C durante 5 h, seguido de temple y de maduración a 190 °C durante 8 h. Aunque en zonas se aprecia la solubilización de todos los precipitados, este proceso produjo la oxidación de la intercara de soldadura en las zonas donde aún quedaba algún resto de porosidad interfacial o de intermetálico δ no solubilizado (Fig. IV.110 a y b). Esta oxidación reduce, en gran medida, las propiedades mecánicas de la unión, por lo que habría que evitarla, aplicando el tratamiento térmico en atmósfera inerte.



Fig. IV.110 Resultado del tratamiento térmico. a) zona de recristalización y desaparición de la intercara. b) Oxidación de la plata

Para evaluar la influencia de la presión y de la temperatura en la soldadura realizada con intermediario de plata (1 µm en una cara), se realizó un ensayo a 490 °C y 6 MPa. Esta

temperatura resultó claramente insuficiente para la cantidad de plata aportada, ya que la unión no se produjo.

IV.2.1.1.2.- Caracterización mecánica de las uniones soldadas.

Se realizaron ensayos de cortadura para determinar la resistencia máxima de rotura de las probetas soldadas por difusión, en las condiciones con las que mejor resultado metalográfico se había obtenido. A continuación se pasa a analizar los resultados obtenidos en función del tipo de intermediario empleado y del ciclo de soldadura al que fue sometida la probeta.

A la hora de analizar estos resultados hay que considerar que, para el cálculo de las resistencias, se ha empleado el área nominal de la probeta, es decir, el área inicial de soldadura, sin tener en cuenta que el área eficaz de soldadura (es decir, aquella en que realmente se ha producido unión) es netamente inferior. Por tanto, los valores de resistencia real de las uniones serán superiores a los que aquí se indicarán. La razón de esto es que los valores calculados a partir del área nominal resultan más útiles a la hora de comparar los resultados obtenidos.

Otro hecho que hay que considerar es que, debido a la inexistencia de normativa sobre ensayos de cizalladura en probetas soldadas por difusión, estas probetas no están normalizadas y sus dimensiones se escogieron en función de estudios previos (204), que indicaban que el valor de resistencia depende de la longitud de solape y disminuye cuando ésta aumenta. Por esta razón, los resultados obtenidos resultan meramente comparativos.

En la tabla IV.8 vienen recogidos, para los tres tipos de intermediarios ensayados, los resultados obtenidos en los ensayos mecánicos (σ_r = Resistencia a cizalladura) de uniones realizadas con el material reforzado con whiskers. Al analizar la influencia del intermediario en los valores de resistencia a cizalladura que se obtienen, se observa que el AA 8090 es el que mejores resultados proporciona. Los valores que se obtienen al utilizar este

intermediario son prácticamente triples que los obtenidos utilizando plata, el otro intermediario que proporciona unos resultados aceptables.

Con estos datos también se puede concluir que hay que abandonar la utilización del Supral 100 como intermediario de soldadura de este tipo de material. Esto es algo que ya se intuía a la vista de los resultados obtenidos en la observación metalográfica, pero que se confirma al realizar los ensayos mecánicos, en los que no se ha podido obtener ningún dato válido, ya que las probetas rompieron en las mordazas sin llegar a aplicar ninguna carga.

Intermediario	T _s (°C)	Presión (MPa)	t _s (min)	Deformación (%)	σ _R (MPa)
		3	60	43,8	100,0
	530	1,5	60	31,2	70,7
AA 8090	510	3	60	47,2	60,8
		1,5	60	16,7	17,0
G 1100	510	3	60	28,9	-
Supral 100	490	3	60	20,1	-
· · _	490	6	60	20,9	31,2
Plata (3 µm/1	510	3	(0)	27,3	28,8
cara)			60	20,0	32,5 (TT)

Tabla IV.8 Ensayos de cizalladura de soldaduras de AA 2124/SiC/12,5w

Como era de esperar, por los resultados que hemos comentado en el apartado anterior, los valores más altos de resistencia se obtienen cuando se aplican las condiciones más extremas. En muchos casos, alcanzar estas resistencias acarrea una elevada deformación de la probeta, lo que resulta de todo punto inaceptable, ya que algunos de los usos de estos materiales se basan precisamente en su precisión dimensional. Por ejemplo, en el caso del AA 8090 se llega a alcanzar una resistencia de 100 MPa en una soldadura realizada a 530 °C y 3 MPa, aunque esto conlleva una deformación de la probeta del 43,8 %.

Otro punto destacable es que se puede compensar una disminución en la presión de soldadura, con un aumento en la temperatura, obteniéndose finalmente valores de resistencia del mismo orden. En el caso de la aleación AA 8090, se obtienen valores semejantes cuando soldamos a 530 °C y 1,5 MPa y cuando lo hacemos a 510 °C y 3 MPa (70 y 60 MPa respectivamente).

Este hecho resulta interesante ya que, a nivel industrial, la aplicación de presiones elevadas resulta muy dificil y encarece mucho los procesos, por lo que es preferible la utilización de temperaturas altas y presiones moderadas. El límite hasta el cual es posible aumentar la temperatura de soldadura viene marcado por la temperatura de fusión incipiente de la aleación que estamos soldando y de los intermediarios que utilicemos. Otro factor que controla la temperatura máxima a la que podemos soldar es la deformación, ya que, cuanto más se aumente la temperatura, mayor será la plasticidad del material y por tanto la deformación inducida.

Aún más semejantes son los resultados que se obtienen en el caso de la plata, que no parecen depender mucho de las condiciones de soldadura. Así, mientras que al soldar a 510°C y 3 MPa, se obtiene una resistencia de 27,3 MPa, al hacerlo a 490 °C y 6 MPa, el resultado es prácticamente igual (31,2 MPa). Esto se debe a que la resistencia en este tipo de materiales está condicionada por la resistencia del intermetálico formado en la intercara de unión.

La intención, al realizar los tratamientos térmicos después de la soldadura, era mejorar la resistencia de la unión mediante la solubilización de los precipitados presentes en la intercara de soldadura, que actúan fragilizándola, y aumentar la resistencia del material por solubilización y envejecimiento. En el caso de la utilización del intermediario de plata, se realizaron ensayos comparativos con y sin tratamiento térmico postsoldadura. Los resultados obtenidos indican una ligera mejora de la resistencia a cizalladura del material (32,5 MPa), como consecuencia del tratamiento térmico. Sin embargo, la mejora debería ser mayor, pero la degradación de la unión como consecuencia de la oxidación que se produce durante el tratamiento, hace que no se obtengan los resultados esperados.

IV.2.1.1.3.- Caracterización de las superficies de fractura.

El estudio de las superficies de fractura de las probetas ensayadas a cizalladura nos permite conocer, no sólo los mecanismos de fractura de la unión y las diferencias con los mecanismos de rotura del propio material compuesto que ya se han estudiado, sino también obtener más datos acerca de la calidad de las uniones y cuáles son sus puntos de fallo. Las morfologías de rotura son diferentes dependiendo del material soldado, de los intermediarios utilizados y de las condiciones de soldadura. A continuación se pasa a analizar cada caso por separado.

IV.2.1.1.3.1.- Intermediario AA 8090

En uniones de buena calidad realizadas con este intermediario (Fig. IV.111), la rotura tiene lugar en su mayor parte a través de la intercara de soldadura de forma que presenta un aspecto plano, cuando se observa a bajos aumentos. Con una ampliación mayor, se puede apreciar (Fig IV.112) que, aunque la mayor parte de la rotura presenta un aspecto planar



Fig. IV.112 Superficie de fractura de una unión de AA2124/SiC/12,5w, con intermediario de AA 8090.

Fig. IV.111 Ampliación.

(zonas A), existen zonas locales (zonas B), que coinciden probablemente con las de desaparición del intermediario que se observaban en el análisis de la superficie de soldadura pulida, en las que la rotura tiene lugar a través del material compuesto.



Fig. IV.113 Rotura dúctil a través de la intercara (Zona Λ)

Fig. IV.114 Rotura intercristalina a través del MMC y "pull out".

Las zonas A (Fig. IV.113) de rotura interfacial muestran la formación de microcopas dúctiles, por un mecanismo de formación y coalescencia de poros. Cuando la unión es de peor calidad, la fractura deja de ser dúctil y se hace descohesiva, con lo que la resistencia obtenida cae fuertemente. Un aspecto que se debe tener en cuenta es que, debido a la orientación paralela del refuerzo del material compuesto con respecto a la superficie de unión, los whiskers quedan sobre la intercara de soldadura, impidiendo en muchos puntos la unión, lo cual limita los valores de resistencia obtenidos. Se puede comprobar, observando la figura IV.113, cómo, tras la rotura, los whiskers quedan sobre la superficie, sin haber contribuido en modo alguno a reforzar, sino más bien actuando como nucleadores de grietas.

En las zonas B (Fig IV.114), donde la grieta progresa a través del material compuesto, se observa que la fractura es, en muchos puntos, intercristalina, debido a la presencia de Al₂Cu precipitado en el límite de grano, ya que las probetas se ensayaron sin recibir ningún tipo



Fig. IV.115 Zona de arrastre

Fig. IV.116 Lámina levantada

de tratamiento térmico postsoldadura. Los whiskers aparecen clavados en el material compuesto, presentando el aspecto típico del "pull-out", lo que indica que en estas zonas sí contribuyen a la resistencia.

En las probetas soldadas a mayor temperatura (530°C), se observan indicios de quemado de grano que no se habían encontrado en el estudio metalográfico de la unión soldada. En estos puntos el Al₂Cu que aparece en el límite de grano presenta un aspecto ligeramente arborescente (dendrítico). Esto indica que estamos trabajando excesivamente cerca del punto de fusión y que la temperatura empleada es demasiado alta para la soldadura por difusión.

En las zonas centrales de la probeta se pueden apreciar, tal como muestra la figura IV.115, la existencia de zonas de arrastre por cizalladura que, en algunos puntos, provoca incluso el desgarre de los restos de la lámina de intermediario (Fig. IV.116). En estas zonas de arrastre, se observan las huellas C que producen los whiskers que se han clavado a través de la intercara al ser arrastrados sobre la superficie de material. Esto indica que el refuerzo también contribuye a la resistencia de la unión mediante anclaje mecánico.

IV.2.1.1.3.2.- Intermediario Supral 100

Debido a la mala calidad de las uniones realizadas con este intermediario, las dos superficies de fractura de la probeta presentan un carácter marcadamente diferente. La rotura se produce a través de una de las dos intercaras de soldadura quedando la lámina de Supral 100 depositada sobre una de las mitades de la probeta (Fig IV.117 a y 118 a). A pocos



Fig. IV.117 Superficie de rotura de una unión realizada con Supral 100. a) Superficie sin lámina, b) Detalle
aumentos, ambas superficies presentan un carácter marcadamente planar, pero la observación en el microscopio electrónico de barrido permite apreciar las diferencias existentes.

La superficie perteneciente al material compuesto (Fig. IV.117 b) muestra una rotura descohesiva, en la que casi toda la contribución a la unión se ha producido por el anclaje mecánico de los whiskers en la lámina de intermediario, ya que, en esta ocasión, el material se soldó de forma que el refuerzo se orientara perpendicularmente a la intercara de soldadura. Esta disposición resulta muy beneficiosa para la unión, ya que evita que el refuerzo yazca sobre la superficie de soldadura, impidiendo la unión y hace que contribuya a la resistencia por anclaje mecánico al clavarse en el intermediario. En algunos puntos es posible encontrar huellas de rotura dúctil (microcopas).



Fig. IV.118 Superficie de rotura de una unión realizada con Supral 100. a) Superficie con la lámina de Supral 100, b) Detalle

La superficie perteneciente al Supral 100 se caracteriza por la existencia de gran número de evidencias de fractura dúctil, tal como se aprecia en la figura IV.118 b. Así mismo, se observa gran cantidad de precipitados que han podido actuar como iniciadores de la fractura y algunos whiskers que han sido arrancados del material compuesto y han quedado depositados sobre la superficie de la lámina.

IV.2.1.1.3.3.- Intermediario plata

La rotura ocurre, como en todos los casos, a través de la intercara, presentando un aspecto macroscópicamente plano (Fig. IV.119 a). A nivel microscópico (Fig. IV.119 b), se detecta

que la fractura es intercristalina con micro deformación plástica, con formación de microcopas, favorecida por la precipitación preferente en el límite de grano, lo que es común en materiales envejecidos, en el pico de máxima dureza. En algunos puntos existen indicios de rotura transcristalina. La grieta puede progresar a través del grano, debido a la existencia de precipitados Widmanstäten del intermetálico plata-aluminio que se detectaron en la observación metalográfica.



Fig. IV.119 Superficie de fractura de una unión realizada con plata. a) Macro, b) Detalle

La aplicación de un tratamiento térmico post-soldadura produce la oxidación de los intermetálicos precipitados en la intercara de soldadura, haciendo que la unión presente menos detalles de rotura dúctil (Fig. IV.120).



Fig. IV.120 Superficie de rotura de una unión realizada utilizando plata como intermediario tras el tratamiento térmico

IV.2.1.2.- Soldadura de AA 2014/SiC/XXp

IV.2.1.2.1.- Caracterización microestructural de las uniones

La idea, al iniciar la investigación sobre la soldadura por difusión en este material, era comparar el efecto que la forma del refuerzo (partículas o whiskers) pudiera tener sobre el proceso. Según se observó en la metalografía de los materiales en estado de recepción, el tamaño de grano y de partícula era muy distinto en los MMC empleados. El refuerzo en forma de whiskers, al ser mucho más pequeño, se encuentra distribuido mucho más homogéneamente y favorece la formación de un tamaño de grano mucho más fino para materiales que han seguido el mismo procesado. De entre los tres materiales de los que se disponía con refuerzo de SiC en forma de partículas, se eligió para realizar los ensayos de soldadura por difusión el que contenía un 13 por ciento en peso del mismo por tener un porcentaje intermedio.

La diferencia de tamaño de grano provocada por el diferente tipo de refuerzo afecta a las características de la difusión, ya que la segunda etapa del proceso de soldadura consiste en la difusión de los átomos a través de los límites de grano. Por tanto, cuanto más abundantes sean éstos, más favorecido se encontrará este paso. Por otro lado, la fina distribución de los whiskers actúa como una barrera a la difusión, ya que ésta no se produce a través del SiC.

Además, la soldadura de los materiales con este tipo de refuerzo resulta muy afectada por la orientación relativa de éste, dada la elevada relación L/D que poseen los whiskers. Como acabamos de demostrar, al no producirse unión entre el refuerzo y el intermediario, si la soldadura se hace en dirección paralela a los whiskers, existen muchos más puntos de fallo que el caso de que el SiC se encuentre en dirección perpendicular a la soldadura. En el caso de refuerzo de partículas, la orientación del material afectará en menor medida a la soldadura, ya que este tipo de refuerzo tiene una relación L/D \approx 1, aunque aún será un factor a considerar, ya que este material presenta un bandeado producido por la extrusión y las partículas no se encuentran distribuidas por igual en todas las direcciones. La elección de los intermediarios que se ensayaron en la soldadura de este material se hizo considerando los resultados obtenidos en la metalografía de las probetas del material compuesto AA 2124/SiC/12,5w, soldadas por difusión. Por ello, sólo se probaron los dos intermediarios que mejor resultado habían dado anteriormente: plata y aleación de Al-Li (AA 8090), descartando la utilización del Supral 100.

Las temperaturas de soldadura se eligieron teniendo en cuenta que la temperatura de fusión incipiente de la matriz de este material, la aleación 2014, es 575 °C y que, por tanto, no debe sobrepasarse para que no se produzca fusión incipiente.

IV.2.1.2.1.1.- Intermediario de plata

Como método para la aplicación del intermediario, se eligió la deposición por vaporización con espesores de $\approx 3 \mu m$, ya que había resultado el método de depósito disponible, más favorable para la posterior soldadura. Los ensayos que se realizaron aparecen en la siguiente tabla.

Tabla IV.9. Ensayos	de soldadura por difusión de la a	aleación AA 2014/S	SiC/13p, utilizando
como intermediario p	olata		

Ensayo	Intermediario	P(MPa)	T _s (°C)	t _s (min)	Deformac.(%)
MC16	Plata (3 µm/1 cara)	3	500	60	7,1%
MC18	Plata (3 µm/1 cara)	3	520	60	16,32%
MC17	Plata (3 µm/1 cara)	6	480	60	7,46%
MC19	Plata (3 µm/1 cara)	3	500	120	6,24%

En este caso, para favorecer la soldadura, ésta se realizó orientando el bandeado que posee la estructura en dirección perpendicular a la intercara de soldadura. De esta forma, se mejoran las propiedades mecánicas, ya que se elimina la posibilidad de que la intercara coincida con una banda de elevada densidad de partículas, con lo que el área real soldada (área sin partículas) sería menor y se evita la delaminación que puede producirse en las zonas libres de partículas.



Fig. IV.121 Precipitación en las cercanías de la intercara de soldadura

El enfriamiento lento desde la temperatura de soldadura provoca la precipitación de una serie de fases cuya naturaleza y formación se van a analizar a continuación (Fig. IV.121).

La difusión de la plata origina, en todos los casos, la práctica desaparición del intermediario de la intercara de soldadura, quedando sólo algún pequeño resto en la intercara en forma de fase δ . La eliminación de los últimos restos de plata de la intercara de soldadura se ve favorecida, sobre todo, al aumentar el tiempo de soldadura, ya que se favorecen las últimas etapas del proceso de soldadura (difusión en volumen). La plata difundida precipita en forma de acículas con estructura Widmänstaten. El análisis por EDS de estos precipitados dio Al y Ag, en proporciones que se corresponden con la fase δ . Estos precipitados aparecen ,sobre todo, en las cercanías del límite de grano, donde está favorecida su nucleación; y en zonas alejadas de la intercara de soldadura, el centro del grano aparece libre de precipitados. Esto demuestra que la difusión se produce en una primera etapa a través de los límites de grano y, sólo para tiempos suficientemente prolongados, la difusión en volumen comienza a tener importancia. Las partículas también son lugares de nucleación preferente del precipitado, sobre el que inducen, además, una orientación preferente bastante acusada, tal y como se puede apreciar en la figura IV.122.



Fig. IV.122 Precipitación del intermetálico plata-aluminio alrededor de las particulas de SiC

Fig. IV.123 Análisis del precipitado en el limite de grano

La banda de material a ambos lados de la intercara, donde aparecen estos precipitados, aumenta sobre todo al aumentar el tiempo de soldadura, desde 100 μ m en las probetas MC16 y MC18 en las que se aplicó un tiempo de 60 min, a 200 μ m en la probeta MC19 en la que se utilizó un tiempo de soldadura de 120 min. Al analizar por EDS la matriz del material compuesto más allá del límite de esa banda, se encuentra plata en solución sólida en el aluminio. Esto indica que la difusión de la plata abarca una zona mucho más amplia de la que, en principio, podría suponerse, si se considera solamente la precipitación, fenómeno que no ocurre en zonas alejadas de la intercara, porque la plata no alcanza las concentraciones necesarias para ello. En el caso de la probeta MC18, el espesor de la capa aplicada como intermediario resultó bastante heterogéneo. En casi toda la probeta fue <1 μ m, por lo que, al no existir suficiente plata, ésta permaneció en solución sólida en el Al y en el Al₂Cu, pero, como ya se ha mostrado en la figura IV.109 b), en un punto se concentró un alto espesor formando una gota. Esta distribución no resulta, en absoluto, beneficiosa para las propiedades de la unión, debido precisamente a su heterogeneidad.

El análisis realizado mediante EDS de la matriz del material compuesto en las cercanías de la intercara de soldadura demuestra que existe plata en solución sólida (Fig. IV.123) en el aluminio. La plata también entra a formar parte del Al₂Cu, como demuestra el análisis reflejado en la figura IV.124, probablemente sustituyendo al Cu. Este compuesto, Al₂Cu(Ag), precipita en el limite de grano.



Fig. IV.124 Análisis de la matriz en las cereanías de la intercara de soldadura.

Fig. IV.125 Resultado del tratamiento térmico.

Durante el enfriamiento lento, posterior a los ensayos de soldadura, crecen unos precipitados muy gruesos de las fases de equilibrio (fases $0 \ y \ \lambda$ en la aleación AA2014/SiC/13p), que hacen disminuir las propiedades mecánicas. Con la aplicación del tratamiento térmico postsoldadura de solubilización y envejecimiento artificial, se pretende obtener las mejores propiedades mecánicas posibles en la unión, disolviendo los precipitados gruesos y haciendo aparecer las fases coherentes de no-equilibrio que endurecen la matriz.

El tratamiento térmico (Fig IV.125), (solubilización a 500 °C durante 5 h en atmósfera protectora de argón, seguida de temple y maduración a 190°C durante 8 h), aunque logra la disolución de la mayor parte de los precipitados, también produce la oxidación pareial de los intermetálicos de plata. Esto degrada la unión soldada, más cuanto mayor es la cantidad de estos precipitados que han nucleado en la propia intercara. Esta oxidación es debida a la presencia de una pequeña parte de oxigeno en el argón que se utiliza como gas protector. Una posible manera de climinarla podría ser la realización de los tratamientos térmicos a vacío.



Fig. IV.126 Particulas en la intercara a) Aisladas b) Formando clusters

IV.- Resultados y discusión

En cuanto a la calidad de las soldaduras, se puede decir que es mejor que las que resultaban en el MMC con refuerzo de whiskers, debido a que la difusión de la plata se ve favorecida en este caso. Al ser de mayor tamaño, las partículas se "clavan" a través de la intercara, sin fragmentarse como ocurría en el caso de los whiskers, dando continuidad al material. En la figura IV.126 a) se aprecia cómo el refuerzo atraviesa la intercara, llegando incluso a formar clusters que traspasan a ambos lados (Fig. IV.126 b). Este es un hecho muy importante en cuanto a la resistencia mecánica prevista para la unión, ya que evita que las grietas progresen a través de la intercara.



Fig. IV.128 Soldaduras de Al-4,3 Cu/SiC/13p, utilizando plata como intermediario. a) a 500°C, 3MPa y 60 min. b) a 520°C, 3 MPa y 60 min. c) 480°C, 6 MPa y 60 min. d) 500°C, 3 MPa y 120 min.

Como ocurre siempre en la soldadura por difusión, el tiempo, la presión y la temperatura son factores muy importantes. En todos los casos se consiguieron deformaciones menores del 20%, es decir, dentro de los límites máximos aceptables para la consecución de estas

Entre las probetas MC16 y MC18 (Fig. IV.127 a) y b) no existen diferencias apreciables, excepto un ligero aumento en el espesor de la banda en la que se aprecia la precipitación. En ambas, la intercara se mantiene planar y se comporta como un limite de grano de gran ángulo. En las dos se aprecian abundantes restos del intermediario de plata transformado en intermetálico que fragilizará a la unión, aunque los intermetálicos que forma la plata con el aluminio son menos frágiles que los que forma con el resto de los elementos. No es posible apreciar porosidad en la intercara. El aumento de la presión de soldadura (Fig. IV.127 c), aunque estuvo acompañado de la disminución de la temperatura, produjo la desaparición de la planaridad en la intercara. Se generó una recristalización y un crecimiento del grano a través de ella, que prácticamente la hace desaparecer. Se observa alguna porosidad residual, debido a la baja temperatura empleada y a la falta de plata, ya que, en este caso, el intermediario utilizado tenía menos de 1 μ m. Ambos factores disminuyen la calidad de la soldadura obtenida.

El aumento del tiempo de soldadura tiene como consecuencia una mayor difusión de la plata, tal y como se puede observar comparando las figuras IV.127 a) y d). Además, también se observa que se produce un crecimiento de grano a través de la intercara, asemejándose ésta a un límite de grano. La zona de unión sólo se delimita en este caso por la precipitación de intermetálicos de plata con morfología Widmänstaten, ya que no se aprecia porosidad en la intercara. Éstas son las condiciones en que se consigue una mayor calidad en la unión soldada.

IV.2.1.2.1.2.- Intermediario AA 8090

Tomando como referencia las condiciones de soldadura en que se habían obtenido los mejores resultados en la soldadura del AA 2124/SiC/12,5w, se realizaron con el material en estudio, los ensayos reflejados en la siguiente tabla:

Ensayo	Intermediario	P (MPa)	T _s (°C)	t _s (min)	Deformación(%)
MC20	AA 8090	3	500	60	4,12
MC21	AA 8090	3	520	60	16,1
MC22	AA 8090	6	520	60	25,75

Tabla IV.10 Ensayos de soldadura por difusión de la aleación AA 2014/SiC/13p, utilizando como intermediario AA 8090

Como se comentó al analizar las uniones de AA 2124/SiC/12,5w, la presencia del Li favorece la unión por difusión de las aleaciones de aluminio y, en particular, en aquellas reforzadas con SiC, ya que:

- El Li es capaz de destruir la capa de alúmina formando espinelas que no impiden la difusión, según las reacciones que se muestran en la tabla III.10. El Mg, que también forma parte de la composición del AA 8090, también es capaz de combinarse con la alúmina, contribuyendo así mismo a la soldadura. A pesar de que, previamente a la soldadura, se realice el desoxidado de las superficies que se van a unir, no es posible eliminarla completamente, debido a que su cinética de formación es tan rápida, que aparece en el momento en el que el material entra en contacto con la atmósfera. Por tanto, la presencia de elementos que la destruyan es un factor que beneficia y favorece de forma apreciable la soldadura por difusión.
- La presencia de litio mejora la resistencia de la intercara matriz-SiC, reduciendo el "pull-out" lo que aumenta la resistencia del material compuesto en sí y puede contribuir a crear un anclaje de las partículas con el intermediario, evitando puntos de fallo.

En los tres casos analizados, se observa la formación de una serie de fases cuya morfología depende fundamentalmente de la temperatura de soldadura. A continuación, se explica la naturaleza y formación de dichas fases (Fig. IV.128 a y b).

En el material compuesto en estado de recepción, aparecían una serie de precipitados gruesos de la fase θ (Al₂Cu). El tratamiento que se produce durante la soldadura, al



Fig. IV.128 Precipitación producida en el proceso de soldadura. a) Probeta soldada a 500°C. b) Probeta soldada a 520°C.

mantener la probeta a una temperatura de 500°C (temperatura de solubilización) durante una hora, no es capaz de disolver por completo estos precipitados. Solamente disminuyen de tamaño y se redondean, quedando en el interior de los granos. Cuando la soldadura se realiza a 520 °C, la solubilización es total. Posteriormente, al enfriar lentamente desde la temperatura de soldadura, el Al₂Cu disuelto precipita preferentemente en los límites de grano y en la propia intercara de soldadura. La difusión del cobre hacia el interior de la lámina de AA 8090, cuya proporción en este elemento es baja (1,2 %), hace que en el interior del intermediario aparezca, también en límite de grano, Al₂Cu.

Precipitada preferentemente en el interior de los granos, tanto en la zona de difusión de la matriz como en el intermediario, aparecen fases de aspecto acieular, euyo análisis vía EDS



Fig. IV.129 Análisis via EDS de los precipitados acieulares de Al-Si-Zr.



Fig. IV.130 Análisis vía EDS del Al,Cu con Fe.

revela que están compuestas por Al y Cu fundamentalmente, más Fe o Zr en algunos casos (Fig. IV.129). Es posible que el Li también entre a formar parte de su composición, formando Al₃Li (fase δ), aunque la técnica de análisis empleada no permite detectarlo. También se detecta por EDS la existencia de precipitados de Al-Si-Zr (Fig. IV.130). Así mismo, aparecen sobre la intercara de soldadura, aunque de forma aislada, fases que pueden corresponder a las espinelas de Li (LiO₂, LiAlO₂ y LiAl₅O₈) y, en menor medida ya que el contenido en Mg es muy bajo, de Mg (MgO y MgAl₂O₄) formadas durante la soldadura al interactuar el Li y el Mg con la alúmina que recubría el aluminio.



Fig. IV.131 Aspecto del material tras el tratamiento térmico.

Fig. IV.132 Soldadura realizada a 500°C y 3 MPa, utilizando como intermediario AA 8090.

El tratamiento térmico postsoldadura al que se sometió a la muestras, consigue disolver la mayor parte de estos precipitados, como se puede apreciar en la figura IV.131. Como consecuencia de un temple defectuoso, las fases disueltas precipitaron muy finamente en el interior de los granos, lo que da a la probetas el aspecto de estar sobreenvejecidas. La intercara se comporta como un límite de grano en el que se produce una nucleación preferente de los precipitados.

En la soldadura realizada a 500 °C y 3 MPa (Fig IV.132), la lámina de intermediario deforma homogéneamente, acentuando el carácter planar de la intercara, al igual que ocurría en las probetas con refuerzo de whiskers soldadas a una temperatura semejante. Así mismo, la deformación microscópica que se aprecia es muy pequeña. A pesar del alto grado de planaridad que se observa en la intercara, ésta tiene zonas de alta calidad, aunque existe algo de porosidad residual. Las partículas, aunque no se produce una deformación excesiva,

se clavan en la lámina de intermediario (Fig. IV.129 a), añadiendo coherencia a la unión. De esta forma contribuyen a la resistencia, ya que actúan como barrera a la progresión de grietas. Tras el tratamiento térmico, es posible apreciar zonas locales de recristalización en la intercara.

Al aumentar la temperatura de soldadura en 20 °C, la calidad de la soldadura mejora notablemente (Fig. IV.129 b), sin generarse una deformación excesiva, ya que ésta sólo alcanza el 16 %; por lo que se mantiene dentro de los parámetros aceptables.

Al observar al microscopio electrónico la zona de unión, se aprecia que la deformación del intermediario ha dejado de ser homogénea, perdiendo la intercara su planaridad, aunque en ningún punto llega a desaparecer, como ocurría en el caso del AA 2124/SiC/12,5w, ya que, en este caso, el flujo plástico es menor. La continuidad en la intercara de soldadura es tan alta que sólo se distingue del material base por la ausencia de partículas en ella y por una precipitación algo más acusada de compuestos aciculares ricos en litio.



Fig. IV.133 soldadura realizada a 520°C y 6 MPa. utilizando como intermediario AA8090.

Como ocurría cuando se soldaba a 500 °C, las partículas se clavan en el intermediario, en este caso más profundamente, formando incluso "clusters". La intercara se comporta igual que un límite de grano, que no se diferencia de los del intermediario y de los la matriz del material compuesto adyacente.

Cuando se realiza la soldadura a 520°C y 6 MPa (Fig. IV.133), no sólo no se observa una mejora apreciable en la calidad de la unión soldada, que presenta un aspecto muy semejante al que se acaba de describir, sino que, además, se produce una deformación mayor del 25,75 %. Por ello, y basándose sólo en los resultados metalográficos, se puede decir que las mejores condiciones para este tipo de intermediario son 520°C, 3 MPa y 60 min.

IV.2.1.2.2.- Caracterización mecánica de las uniones

En el caso del material compuesto con refuerzo de partículas, se obtuvieron en los ensayos de cizalladura realizados, los resultados que se muestran en las siguientes tablas:

Presión(MPa)	T _s (°C))	t _s (min)	Deformación(%)	σ _R (MPa)	T.T
3	500	60	7,5	38,7	
6	500	60	11,4	50,0	
3	520	60	12,4	7,9*	No
6	520	60	24,4	49,0	•
3	500	60	6,7		
6	500	60	18,0	12,3	•
3	520	60	24,1	37,8	Si
6	520	60	26,8	25,6	

Tabla IV. 11. Ensayos de cizalladura de soldaduras con intermediario AA 8090

* El resultado de este ensayo no es coherente, ya que la probeta sufrió un desplazamiento de las chapas entre sí durante la soldadura por lo que el valor obtenido es mucho menor de lo esperado. El resultado debería ser semejante al resto de los valores, del orden de 50 MPa.

Tabla IV. 12. Ensayos de cizalladura de soldaduras utilizando como intermediario plata

Presión(MPa)	T _s (°C)	t _s (min)	Deformación(%)	σ _R (MPa)
3	500	60	13,5	-
3	500	120	12,6	
3	520	60	17,3	36,0

En primer lugar, es de destacar que, aunque en este caso los mejores resultados también se han obtenido utilizando el intermediario de AA 8090, la diferencia con los valores de resistencia que proporciona la plata no es tan acusada como ocurría en el caso de la soldadura del material compuesto con refuerzo de whiskers.

Si se analiza la resistencia a cizalladura de las probetas soldadas con el intermediario AA 8090, destaca el hecho de que llega un momento en el que el aumento de temperatura y presión de soldadura, aunque produce una deformación mayor, no consigue mejorar los resultados. Este hecho se debe a que a 500 °C y 6 MPa ya se ha producido una soldadura completa y que aumentar la temperatura y la presión no puede mejorar la resistencia sino sólo aumentar la deformación.

La comparación de los datos obtenidos con y sin tratamiento térmico demuestra el deterioro que se había observado en la metalografía. Los valores obtenidos en las probetas que han recibido tratamiento postsoldadura son netamente inferiores a los que mostraban antes. Por tanto, se confirma que el tratamiento empleado no es el adecuado para este tipo de uniones, ya que el oxígeno, presente en el argón utilizado como atmósfera protectora, produce la oxidación de la intercara y la debilita de una manera apreciable. La solución, como en el caso anterior, pasa por realizar los tratamientos a vacío o en una atmósfera que realmente sirva como protección.

En el caso del intermediario de plata, la temperatura de 500°C resulta demasiado baja para que la unión se produzca, incluso trabajando a tiempos largos de soldadura (120 min.). Al aumentar la temperatura hasta 520°C, ya se logra la unión y el valor de resistencia se eleva hasta 36 MPa.

IV.2.1.2.3.- Caracterización de las superficies de fractura.

La morfología de la rotura en este tipo de material presenta ciertas diferencias con el anterior, debido a que el tamaño y la forma del refuerzo son muy distintos, por lo que sus efectos en la intercara de soldadura también lo son. Por otro lado, en este caso, el SiC tiene

una relación L/D \approx 1, lo que hace que la orientación del material con respecto a la intercara de soldadura no tenga influencia en el modo de fractura.

IV.2.1.2.3.1.- Intermediario AA 8090

En este caso, la rotura se produce predominantemente a través de la zona de unión. La grieta progresa, tanto a través de la matriz del material compuesto, como a través del intermediario no disuelto. Tal y como se esquematiza en la figura IV.134, la grieta progresa fundamentalmente a través de la intercara de unión. Cuando existe una zona de alta densidad de partículas (clusters) en el material compuesto, la grieta es capaz de progresar



Fig. IV.134 Representación esquemática del avance de la grieta.



Fig. IV.135 Superficie de fractura de una unión de Al-4,3 Cu/SiC/113p, soldada utilizando como intermediario AA 8090. Rotura a través del material compuesto (zonas A y B).

a través de ellos, como se puede observar en la figura IV.135. El que la grieta avance en algunas zonas a través del MMC indica que la unión supera, en puntos localizados, la resistencia del material base. En el interior del material compuesto se observan dos modos de fractura: por generación y coalescencia de huecos en la matriz del material compuesto (zonas A) y por despegue en la intercara matriz/partícula que actúa como punto de fallo (zonas B).



Fig. IV.136 Rotura a través de lámina.

Fig. IV.137 Grieta secundaria.

La grieta puede aflorar a la intercara y pasar al intermediario en puntos donde existen partículas clavadas que lo favorezcan. Esta rotura a través de la lámina de AA 8090 es intergranular, con formación de microcopas dúctiles como se aprecia en la figura IV.136. Así mismo, se producen grietas secundarias que avanzan, tanto a través del intermediario, como de la matriz del material compuesto (Fig. IV.137). En muchas zonas se produce desgarre de la lámina por cizalladura, pudiéndose observar, sobre la superficie del intermediario, las huellas de las partículas que se clavaron en él durante la soldadura (Fig. IV.138). Este clavado de las partículas es más evidente en una zona de mala soldadura





Fig. IV.138 Zona de arrastre y huellas de partículas.

Fig. IV.139 Anclaje mecánico de las partículas en una zona de mala soldadura.

producida en un extremo de la probeta por una deficiente aplicación de la presión durante la soldadura en ese punto. En la figura IV.139, se puede observar cómo no se ha producido unión química, sino que sólo existe un anclaje mecánico favorecido por la inserción de las partículas en el intermediario.

Tras el tratamiento térmico, la rotura se hace más interfacial, debido a la degradación por oxidación de la intercara de unión (Fig IV.140 a). La rotura sigue siendo dúctil, observándose en muchos puntos la presencia de microporos dúctiles, e incluso grietas secundarias que avanzan de forma perpendicular a la lámina de intermediario (Fig IV.140 b) y c). Además aparece en varios puntos despegue de la lámina (Fig IV.140 d).



Fig. IV.140 Superficie de fractura tras el tratamiento térmico. a) Rotura a través de la intercara. b) Microporos



Fig. IV.141 Superficie de fractura tras el tratamiento térmico. c) Grietas secundarias. d) Arranque de lámina

IV.2.1.2.3.2.- Intermediario plata

La rotura, en este caso, al no existir intermediario, se produce a través de la intercara de soldadura (Fig IV.141 a), favorecida por la existencia de intermetálicos de plata en la zona. La gran abundancia de estos precipitados hace que la zona en que existe rotura dúctil (zonas A) sea menor que en otros casos, ya que existen muchas zonas en que rompe a través de los intermetálicos (Zonas B).



Fig. IV.141 Superficie de fractura de AA 2014/SiC/13p, soldada utilizando como intermediario Ag. a) Superficie de rotura. b) Arrastre por cizalladura.

Las partículas, al soldar, atraviesan la intercara de soldadura y se clavan en el material compuesto, lo que se hace evidente por el arrastre por cizalladura que se observa sobre la superficie de rotura (Fig IV.141 b). Como ya hemos comentado en varias ocasiones, el que se produzca este tipo de anclaje mecánico resulta beneficioso para la unión, ya que contribuye a la resistencia.

IV.2.1.3.- Conclusiones parciales

 La aleación AA 8090 de Al-Li resulta la más adecuada como intermediario en la soldadura por difusión del material compuesto AA 2124/SiC/12,5w. Tres son las razones por las que la presencia de Li beneficia la soldadura:

Porque contribuye a la ruptura de la capa de alúmina superficial, formando espinelas de Li (LiO₂, LiAlO₂ y LiAl₂) y favoreciendo la difusión.

Porque refuerza la intercara matriz-partícula, aumentando la resistencia del material compuesto en las cercanías de la intercara de soldadura.

Porque endurece la matriz del material compuesto en las zonas adyacentes a la línea de unión, formando precipitados de fase δ' (Al₃Li) cuando el material es envejecido artificialmente.

- 2. Es posible utilizar Ag como intermediario, aunque se requieren tiempos más largos para conseguir una unión de calidad que en el caso de la aleación AA 8090. Un factor crítico, en este caso, es el espesor de la lámina de Ag, que debe ser suficiente como para que la unión se produzca, pero sin que dé lugar a la formación de una lámina continua de intermetálico. Para ello, es importante encontrar un método que permita la aplicación de láminas del orden de 5 μm de espesor, ya que no resultan adecuadas ni la deposición por vaporización, ni la interposición de laminados de Ag. Los parámetros más adecuados para la realización de esta soldadura son 500 °C-510°C, 3MPa y 120 minutos.
- 3. No es aconsejable la utilización de la aleación Supral 100 como intermediario para la soldadura del material compuesto AA 2124/SiC/12,5w, ya que, para la obtención de uniones de una mínima calidad metalúrgica, se requiere la aplicación de temperatura o presión muy elevadas (530°C ó 6 MPa) que producen deformaciones muy acusadas. Incluso con estas condiciones extremas, los resultados de resistencia obtenidos en los ensayos de cizalladura no alcanzan los mínimos exigibles.
- 4. La microestructura de la intercara de unión, en particular matriz-intermediario depende fuertemente de las condiciones de soldadura. Cuanto mayor sea la calidad de la unión soldada, mayor es el grado de recristalización que se produce a través de la misma, mientras que las intercaras de baja calidad presentan un aspecto mucho más plano y se favorecen los fenómenos de precipitación.

- 5. El desarrollo y evolución de la interfase matriz-refuerzo, durante la soldadura, depende de las condiciones de partida de la misma. Cuando la interfase del material de partida se encuentra libre de productos de oxidación o de capas de reacción, el proceso de soldadura no produce ningún tipo de degradación de la interfase y se consiguen interfases limpias. En cambio, cuando el proceso de fabricación favorece la formación de capas continuas de óxido como SiO₂, los elementos que difunden durante la soldadura reaccionan con ella formando una capa de óxido compleja.
- 6. La orientación de los whiskers determina, en parte, la calidad de la unión. Si se sitúan en dirección perpendicular a la intercara de soldadura, contribuyen muy positivamente a la consecución de la unión, ya que aumentan la resistencia por anclaje mecánico, al clavarse a través de la intercara de soldadura. Por el contrario, cuando los whiskers se orientan paralelamente a la intercara de soldadura, actúan como barrera a la difusión, impidiendo la formación de la unión. Al no producirse unión en la intercara del refuerzo, ésta se convierte en un punto que puede actuar como generador de grietas.
- 7. La forma y el tamaño del refuerzo afectan decisivamente a las características de la soldadura por difusión. El tamaño de grano del material compuesto, que se ve influido por el tamaño y distribución del refuerzo, condiciona el segundo paso de la soldadura, que es la difusión a través de los límites de grano. Por otra parte, el SiC actúa como barrera a la difusión, ya que ésta no se produce a través de él. Por ello, el refuerzo de whiskers, que, al ser de menor tamaño, está más homogéneamente distribuido, entorpece la difusión en mayor medida que el refuerzo de partículas.
- 8. La aplicación de tratamiento térmico en atmósferas que contengan O₂, produce la degradación de la unión soldada por formación de óxido en la intercara. Este fenómeno es más acusado cuando se utiliza Ag como intermediario, aunque también aparece en los demás casos. Dado que el tratamiento térmico mejora las propiedades mecánicas, éste debería ser aplicado a vacío.

- 9. El control riguroso de la temperatura durante los primeros instantes de la soldadura controla la deformación, ya que, al estar trabajando tan cerca del punto de fusión incipiente de las aleaciones, cualquier incremento de la temperatura sobre la que se ha fijado, aumenta excesivamente la plasticidad del material. Además, puede producir quemado de grano.
- 10. Se han obtenido resistencias a cizalladura de hasta 100 MPa en uniones del material compuesto AA 2124/SiC/12,5w y de hasta 50 MPa en ensayos de soldadura por difusión realizados sobre uniones Al-4,3 Cu/SiC/13p, utilizando AA 8090 como intermediario. Hay que tener en cuenta, sin embargo, que, debido a la inexistencia de normas sobre ensayos de cizalladura en uniones soldadas por difusión, los datos obtenidos son meramente comparativos.

IV.2.2.- Soldadura heterogénea. AA 2014/SiC/XXp

En este caso, se realizaron ensayos de soldadura heterogénea sobre los tres materiales compuestos de la serie XXX (con 6%, 13% y 20% de refuerzo de partículas de SiC), así como sobre la aleación matriz sin reforzar. El fin principal de este estudio fue no sólo establecer las condiciones de soldadura heterogénea de este material sino, principalmente, estudiar los mecanismos de mojado de los aportes seleccionados sobre los materiales compuestos y cómo varía la soldabilidad en estas condiciones con el porcentaje de refuerzo.

IV.2.2.1.- Selección y caracterización de los materiales de aporte

Como primer paso para la investigación de la soldadura heterogénea de estos materiales compuestos, se procedió a la selección previa de los aportes de soldadura que pudieran resultar más adecuados. Para ello se establecieron dos tipos de criterios:

- De compatibilidad química. Es decir, que el material de soporte no formara fases frágiles o peligrosas para la integridad de la unión. Se seleccionaron según este criterio las siguientes aleaciones comerciales que se emplean para la soldadura heterogénea de aleaciones de aluminio sin reforzar.
 - a. X-Ergón 273
 - b. AS6U3
 - c. 1827
 - d. 2521
 - e. Zn-3Al
 - f. Zamak 3 (AG40A)
 - g. Zamak 5 (AG41A)

Además, hay que tener en cuenta que el aluminio moja al SiC solamente a temperatura superiores a 950°C. La mejor mojabilidad del aluminio a esas temperaturas se atribuye a la desaparición de la capa de alúmina (162). La

formación de Al_4C_3 mejora la mojabilidad en el sistema C/Al pero esto no ocurre en el sistema SiC/Al, ya que se forma una capa discontinua que no afecta a la mojabilidad y además degrada el refuerzo, disminuyendo las propiedades del material. Por tanto, en estos materiales que tienen como refuerzo SiC, los aportes base Al (que son los más utilizados para la soldadura heterogénea de aleaciones de aluminio sin reforzar) presentan dificultades, debido a la mala mojabilidad entre el aluminio y el SiC.

2. De compatibilidad térmica. Para seleccionar los materiales de aporte del presente estudio, se tuvo en cuenta la limitación que presentan las aleaciones de la serie 2XXX respecto a su soldadura, ya que poseen puntos de fusión incipientes inferiores a 510°C. Por esta razón, no pueden ser soldadas con las aleaciones de la serie 4XXX (Al-Si) que tradicionalmente se emplean en la soldadura fuerte de otras aleaciones de aluminio y que presentan puntos de fusión más elevados.

El rango óptimo de temperatura de soldadura para un aporte está determinado por su rango de fusión, la cantidad de aporte fundido para "llenar" la unión y la mutua solubilidad entre el aporte y el metal base. La temperatura de soldadura debe ser aproximadamente 40°C por debajo de la temperatura de solidus del material base.

Para determinar con precisión cuáles de los aportes anteriores podían utilizarse para soldar estos materiales, se hacía necesario conocer con precisión cuál es su temperatura de fusión y el intervalo de temperatura que transcurre entre el solidus y el liquidus. El aporte más favorable sería aquel cuya temperatura de fusión fuera lo más baja posible, para evitar tener que elevar mucho la temperatura y cuyo intervalo de fusión sea lo más estrecho posible.

La fluidez de los baños fundidos en soldadura heterogénea, y, por tanto, la penetración en juntas se ven reducidos cuando aumenta el intervalo de solidificación (155, 156), ya que existe un intervalo de temperaturas de solidificación en el cual el aporte se encuentra en un estado pastoso, lo que reduce su fluidez y su capacidad

278

de mojado (ya que varía su energía interfacial). Es posible entonces que la variación de composición de la gota a lo largo del proceso haciéndose menos eutéctica produzca una disminución progresiva de la capacidad de mojado. Este efecto sería menos acusado en los procesos realizados a la llama, que en los ensayos de gota en el horno, ya que el menor tiempo de operación reduce la variación de composición cuando se trabaja a la llama. Cuanto menor sea el intervalo de fusión, más reducidos serán los fenómenos de segregación que se producirán durante la soldadura.

Para determinar tanto la temperatura, como el intervalo de fusión, se realizaron sobre todos los aportes ensayos de ATD, cuyos resultados se exponen a continuación.

IV.2.2.1.1.- Ensayos de ATD

Las gráficas obtenidas en los ensayos de análisis térmico diferencial (ATD) para cada uno de los aportes preseleccionados se representan en la figura IV.142 a, b, c, d, e y f.. En la tabla IV.13 se recogen los resultados de temperatura de inicio y fin de la solidificación medidos sobre estas gráficas para cada uno de estos aportes. Hay que tener en cuenta que estas temperaturas de fusión se calcularon sobre la curva de calentamiento y no sobre la de enfriamiento, aunque, como se puede ver en la figura IV.142 c, e y f, se registraron ambas.





Fig. IV.142 Curvas de ATD para: a) Aporte 1827, b) Aporte 2521 c) Aporte Zn-3Al, d) Aporte AS6U3, e) Aporte Zamak 5 (AG41A) y f) Aporte Zamak 3 (AG40A)

Puesto que la temperatura de solidus del material compuesto que se está estudiando es 507°C, se seleccionaron los tres materiales de aporte Zn-3Al, Zamak 3 (AG40A) y Zamak 5 (AG41A) ya que son los que, por su temperatura de fusión y por su composición, más se ajustan a las características de la aleación estudiada. El resto de los aportes fue descartado, bien por sus temperaturas de fusión, bien por su composición. Los aportes AS6U3 y 2525 tienen temperaturas de operación demasiado elevadas, por encima del punto de fusión de los materiales compuestos que se están investigando. Los aportes X-Ergón 283 y 1827, a pesar de poseer temperatura de f**usi**ón suficientemente baja, fueron descartados por su

280

composición. Al ser aleaciones base estaño, las propiedades mecánicas que proporcionan son pobres en relación con las exigidas a los materiales compuestos que se van a soldar.

APORTE	TEMPERATURA (°C) 221			
X- ERGÓN 283				
	T solidus	T liquidus		
AS6U3	541	602		
1827	268	291		
2521	550	607		
Zn-3Al	367	435		
Zamak 3 (AG40A)	360	430		
Zamak 5 (AG41A)	380	427		

Tabla IV.13 Intervalos de fusión obtenidos mediante ATD

En cambio, los tres aportes elegidos presentan temperaturas de solidus y liquidus inferiores a los 507 ° C, que es la temperatura de fusión incipiente para la aleación 2014, matriz de estos materiales compuestos, por lo que, en principio, son adecuados para su soldadura fuerte.

De estas tres aleaciones, la Zn-3Al se distribuye comercialmente como aporte para la soldadura fuerte de aleaciones de aluminio de bajo punto de fusión, mientras que las aleaciones Zamak 3 (AG40A) y Zamak 5 (AG41A) son aleaciones comerciales Zn-Al que contienen un cierto porcentaje de Cu y son tradicionalmente empleadas como aleaciones para moldeo.

IV.2.2.1.2.- Microestructura de los aportes seleccionados

En primer lugar, se procedió a estudiar la microestructura de los aportes, para poder compararla con la que presentan en los ensayos de soldadura y mojabilidad. Para estudiarla en las mismas condiciones en las que se realizaron los ensayos de soldadura, se fundió a la llama una porción de aporte sobre un substrato, sobre el que la mojabilidad era nula (Al_2O_3) . La microestructura de las gotas (esferas) resultantes, una vez solidificadas, fue estudiada metalográficamente.

IV.2.2.1.2.1.- Microestructura del material de aporte Zn-3Al

Este material de aporte está constituido principalmente por Zn y Al y posee una composición (Zn-3%Al) ligeramente hipereutéctica (composición del eutéctico: Zn-6%Al) (231). En el diagrama de fases de la figura IV.143, se ha señalado la composición de esta aleación.



La microestructura de esta aleación está constituida, por tanto, por la fase primaria rica en Zn (Zn) y un agregado eutéctico. Cuando se observa esta aleación por microscopía óptica, se revela que la fase primaria, que es la mayoritaria, se caracteriza por su estructura celular. El agregado eutéctico, en menor proporción, se sitúa en los espacios intercelulares. En la figura IV.144 se muestra el aspecto típico de esta aleación al microscopio óptico.



Fig. IV.144 Microestructura del aporte Zn-3Al (250X)

Fig. IV.145 Maclas en la fase (Zn)

La fase primaria está compuesta fundamentalmente por Zn, ya que el Al presenta una solubilidad muy baja en este elemento a temperatura ambiente. Las células de esta fase se identifican făcilmente por la presencia de maclas típicas en el Zn, que aparecen debido a su estructura hexagonal compacta y se resaltan al observar el aporte mediante microscopía electrónica de barrido (Fig IV.145). Además, es posible observar la presencia de bandas de deformación en el interior de las células, originadas durante el proceso de contracción del sólido en el enfriamiento de la gota.

La observación mediante SEM a mayores aumentos (Fig. IV.146) permite ver con más detalle el agregado eutéctico que está formado por láminas alternadas de Al y Zn, situado en los espacios intercelulares.



Fig. IV.146 Eutéctico Zn Al



Fig. IV.147 Microestructura del aporte Zamak 3

IV.2.2.1.2.2.- Microestructura del material de aporte Zamak 3 (AG40A)

La microestructura de este aporte (Fig. IV.147) está constituida por una fase primaria celular que se corresponde con la fase η , del diagrama ternario Zn-Al-Cu y el agregado eutéctico situado de nuevo en los espacios intercelulares. La proporción en la que aparece



dicho agregado eutéctico en este caso es mayor que en el anterior. La composición nominal de este material es (Zn-4%Al-0,04%Mg). Sin embargo, la concentración en magnesio es tan baja que no resulta relevante en cuanto a la microestructura. En cambio, los análisis EDS (Fig. IV.148) realizados han demostrado que también contiene un cierto porcentaje de Cu, que se encuentra segregado en la fase primaria. En el diagrama ternario Zn-Al-Cu de la Fig. IV.149 se encuentra marcada la composición de este aporte.



El estudio de la microestructura de esta aleación mediante SEM (Fig. IV.150) revela que la fase primaria η también se encuentra maclada, como lo estaba el Zn en el aporte Zn-3Al. Esto es lógico, ya que la fase η está compuesta mayoritariamente por Zn, con cierto contenido en Cu y Al y también posee una estructura cristalina hexagonal. La observación con imagen de electrones retrodifundidos (Fig IV.151) permite descubrir la segregación de la fase rica en aluminio que se produce en el eutéctico, alrededor de las células de fase primaria.



Fig. IV.150 Maclado en la fase primaria

Fig. IV.151 Segregación en el borde de la célula

Comparando la microestructura de este aporte con la del Zn-3%Al, se observa un aumento en la proporción de fase eutéctica presente debido a su mayor composición en Al, es decir, a que se sitúa en composiciones más próximas a la composición eutéctica.

Una imagen de electrones retrodifundidos obtenida a mayores aumentos muestra el eutéctico formado por láminas de Al embebidas en la matriz de Zn, así como el enriquecimiento en Al en el borde de la dendrita (Fig. IV.152).



Fig. IV.152 Eutéctico Zn-Al

IV.2.2.1.2.3.- Microestructura del material de aporte Zamak 5 (AG41A)

Esta aleación posee una composición muy semejante a la anterior aunque los porcentajes de cobre y aluminio son algo superiores. En el diagrama de equilibrio ternario representado en la figura IV.149, está señalada la composición nominal (Zn-4% Al-1%Cu).





Fig. IV.154 Segregación alrededor de las células

La microestructura (Fig. IV.153) es muy similar a la del aporte Zamak 3. Se trata de una aleación ligeramente hipereutéctica, por lo que está constituida por fase primaria η de morfología celular, en la que se observa la existencia de maclas y un agregado eutéctico con estructura laminar, situado en los espacios interdendríticos. Si comparamos la cantidad de eutéctico existente en este caso con la microestructura de la aleación Zamak 3, se aprecia que es ligeramente superior. La composición de Zamak 5 está algo más próxima a la eutéctica, ya que contiene un porcentaje algo más elevado de aluminio. Al igual que en el caso anterior, se produce segregación de la fase rica en aluminio del eutéctico alrededor de la fase primaria, como queda reflejado en la Fig. IV.154, correspondiente a una imagen de electrones retrodifundidos. El análisis de EDS de la fase primaria η indica que el cobre se encuentra segregado en esta fase (Fig. IV.155).



IV.2.2.2.- Ensayos de mojabilidad

Como ya se ha dicho en el desarrollo experimental, para evaluar la capacidad de mojado y, por tanto, el comportamiento de los aportes frente a la soldadura fuerte de los materiales compuestos, se eligió el ensayo de gota. Sobre las gotas formadas a las distintas temperaturas con los distintos aportes, una vez solidificadas, se realizaron macrografías tanto de la superficie del substrato cubierto por la gota, para medir el área, como de los cortes transversales para estudiar el ángulo de mojado, tal y como ya se ha descrito. A continuación se exponen los resultados obtenidos mediante estos ensayos con los tres aportes elegidos.

IV.2.2.2.1.- Ensayos de mojabilidad empleando como material de aporte Zn-3Al

En las figuras IV.156 y IV.157, se muestran las macrografías del área y del corte transversal del ensayo realizado a 450°C sobre los cuatro materiales compuestos. A partir de ellas se determinaron los valores experimentales de ángulo de contacto (α), área de mojado (A_w), índice de mojabilidad (IW) y de la relación A_w/A_0 que se muestran en la tabla IV.14. En los ensayos realizados a 333 y 340 °C, no se produjo mojado en ninguno de los materiales, ya que estas temperaturas son inferiores a la temperatura de fusión del aporte.



Fig. IV.156 Macrografías de las gotas

Fig. IV.157 Cortes transversalesde las gotas

Se obtuvieron valores aceptables de mojabilidad, únicamente a 450°C. Para poder utilizar la soldadura como método de unión se requiere un valor mínimo de mojabilidad. Se puede decir que, para un proceso de soldadura fuerte, es necesario alcanzar valores de ángulo de mojado menores de 20° (251). De los cuatro materiales ensayados, los dos primeros: la matriz sin reforzar y la aleación reforzada con un 6% de SiCp, son los únicos que podrían ser soldados de forma efectiva con el aporte seleccionado. Los materiales con porcentaje en refuerzo superiores al 6% encontraran importantes limitaciones en cuanto a la ejecución de la soldadura fuerte. Estos problemas son especialmente importantes en el material con un 20% de refuerzo, donde la reducción de mojabilidad impediría la correcta aplicación del aporte en la junta.

T (°C)	Material	Ángulo de mojado (α)	Área de mojado (A _w)(mm²)	A _w /A _o	Índice de mojabilidad (IW)
333	AA 2014 AA2014/SiC/XXp	-	-	-	-
340	AA 2014 AA2014/SiC/XXp	_	-		_
450 - -	AA 2014	4	23,5	5,66	28,08
	AA2014/SiC/6p	11	15,9	3,92	17,76
	AA2014/SiC/13p	25	9,6	3,92	3,4
	AA2014/SiC/20p	40	7,1	2,51	-0,6

TABLA IV.14 Ensayo de mojabilidad con el aporte Zn-3Al y fundente 1033

El primer hecho que destaca es que el ángulo de contacto disminuye al aumentar el porcentaje en refuerzo del material compuesto ensayado, siendo máxima para la aleación sin reforzar. En cuanto al área de mojado, experimenta una variación inversa a la del ángulo de mojado, es decir, disminuye al aumentar el porcentaje de partículas de carburo de silicio. El índice de mojado, que mide la mojabilidad, presenta la misma variación que el área de mojado, es decir, la mojabilidad de los materiales compuestos disminuye al aumentar el porcentaje de refuerzo.

El aumento del valor del ángulo de mojado y la disminución de A_{w} , es decir, la disminución de la mojabilidad con el aumento de porcentaje en partículas está relacionado con la diferencia existente entre energías superficiales de los cerámicos y los metales. Como ya se ha explicado, cuando un metal fundido se pone en contacto con un sólido, la mojabilidad está gobernada por la ecuación de Young-Dupré, que depende de las energías interfaciales.

$$\gamma_{\text{MMC}} - \gamma_{\text{MMC/Aporte}} - \gamma_{\text{Aporte}} \bullet \cos \theta = 0$$
 [21]

Cuando el metal de aporte moja a una aleación sin reforzar sólo interviene una energía sólido-líquido, la existente entre los dos metales. En cambio, cuando un aporte ha de mojar a un MMC, hay que tener en cuenta dos tipos de energía sólido-líquido: la existente entre el aporte y la matriz y la del par refuerzo cerámico-aporte fundido. Los cerámicos presentan, en general, valores de energía interfacial inferiores a los de los metales cuando se ponen en contacto con metales fundidos y, por tanto, el aporte los moja peor.

La presencia de partículas cerámicas, distribuidas sobre la superficie que debe ser mojada por el aporte fundido, reduce la energía superficial media del MMC, lo que produce el aumento del ángulo de contacto y la reducción de la mojabilidad. Cuanto mayor sea el porcentaje de refuerzo cerámico, mayor será el porcentaje de área superficial ocupada por el mismo, que debe ser mojada y, por tanto, más disminuirá la mojabilidad.

La mojabilidad de los cerámicos, por otra parte, varía con la ionicidad de los mismos. El ángulo de contacto de un metal fundido con un cerámico aumenta con la ionicidad de este último, por lo que los cerámicos covalentes, que como el SiC tienen una baja ionicidad (12%), presentan una mejor mojabilidad con metales como el aluminio. Sin embargo esto varía cuando se trata de metales de bajo punto de fusión como Sn, Pb, y en este caso Zn, empeorando en gran medida (251).

Existe otro factor adicional que influye en el descenso de la mojabilidad y en particular, del área de mojado o extensión del líquido sobre el sólido. Se trata del aumento de viscosidad que experimenta el aporte fundido como consecuencia de la incorporación de partículas
sólidas de SiC a la gota. Como se describe posteriormente en los estudios de las microestructuras de estos ensayos, a medida que aumenta el porcentaje de refuerzo del MMC, la proporción de cerámico que pasa al baño fundido también lo hace. Esto genera baños más viscosos que propagan con mayor dificultad sobre la superficie del material compuesto.

IV.2.2.2.2.- Ensayos de mojabilidad empleando como material de aporte Zamak 5 (AG41A)

En la tabla IV.15, se muestran los valores obtenidos de estos ensayos. En las figuras IV.158 y 159, se muestran las macrografías de uno de estos ensayos realizados utilizando como aporte Zamak 5 (AG41A).



Fig. IV.158 Cortes transversales de las gotas obtenidas a 425°C. a) 2014, b)2014/SiC/6p, c) 2014/SiC/13p, d) 2014/SiC/20p (X10)



Fig. IV.159 Macrografias de la superficie de mojado obtenida con el aporte Zamak 5 a 425°C (10X). a) AA2014, b) AA2014/SiC/6p, c) AA2014/SiC/13p, d)AA2014/SiC/20p (X10)

T (°C)	Material	Ángulo de mojado (α)	Área de mojado (A _w)(mm²)	A _w /A _o	Índice de mojabilidad(IW)
425	AA2014	47	28,27	5,65	19,28
	AA2014/SiC/6p	64,5	19,63	3,92	8,45
	AA2014/SiC/13p	72,5	7,06	1,41	2,12
	AA2014/SiC/20p	79,5	3,14	6,2x10 ⁻³	1,12x10 ⁻³
440	AA2014	32,5	50,26	10,05	42,3
	AA2014/SiC/6p	Penetración/erosión	*	-	-
	AA2014/SiC/13p	Penetración/erosión	-	-	-
	AA2014/SiC/20p	Penetración/erosión	-	-	-
450	AA2014	27,5	38,48	7,69	34,13
	AA2014/SiC/6p	55	10,93	2,18	6,26
	AA2014/SiC/13p	Penetración/erosión		-	
	AA2014/SiC/20p	Penetración/erosión	-	-	-

TABLA IV. 15 Datos obtenidos en el ensayo de gota con Zamak 5 (AG41A)

Aunque la composición de este aporte es muy similar a la del anterior, hay una clara diferencia entre el comportamiento de mojado de la aleación Zamak 5 (AG41A) y la aleación Zn-3Al. Se observa que, en las mismas condiciones de ensayo, el aporte Zamak 5 produce fenómenos de penetración en el substrato, que lo consumen, y de erosión del propio material base (Fig. IV.160). Estos fenómenos, que aparecen solamente en el caso de los materiales compuestos, se extienden prácticamente por toda la superficie de los mismos. Por tanto, se puede decir que la aparición de la penetración y de la erosión depende



Fig. IV.160 Fenómenos de penetración y erosión producidos sobre AA2014/SiC/13p a 440°C (X10)

de la composición del aporte y de la matriz, lo que ya se había comprobado en estudios realizados sobre la soldadura fuerte de aleaciones de aluminio (155). Pero también depende de la presencia de refuerzo, ya que no aparece en el caso del material base.

Entre los factores condicionados por la composición del aporte y de la matriz, cabe considerar que este material de aporte contiene algunos elementos aleantes como el Mg y fundamentalmente el Cu que favorecen la penetración intergranular. Estos elementos también están presentes en la aleación AA2014, matriz de los materiales compuestos. Actúan difundiendo hacia los límites de grano, formando eutécticos con el aluminio que producen una disminución local del punto de fusión de la matriz de aluminio. La difusión del Zn del baño fundido hacia el material base también está favorecida a través de los límites de grano, que son el camino por el que la velocidad de difusión es más alta. Todo ello favorece la fusión parcial del límite de grano y se produce la penetración. Además, la aleación Zamak 5 presenta una temperatura de fusión (430°C) más baja que el anterior, con lo que, a la misma temperatura de ensayo (450°C), el aporte fundido presentará una mayor fluidez. Esto favorece la dilución de Zn hacia el material base penetrando por sus límites de grano

El aumento del porcentaje de partículas también es un factor controlante de la penetración y la erosión. Se ha demostrado anteriormente que, cuando aumenta la cantidad de refuerzo en los materiales compuestos, el tamaño de grano disminuye de forma importante y, por tanto, aumentan mucho las vías de alta difusividad, favoreciendo el fenómeno de penetración.

Este comportamiento del aporte no es beneficioso para la ejecución de soldaduras fuertes de materiales compuestos, ya que el material de aporte desaparece por penetración y se reduce la cantidad de fundido que hay disponible para formar la unión. Esto implica falta de contacto metálico en la junta e imposibilita la correcta ejecución de la soldadura. El fenómeno, además, se ve favorecido con el aumento de la temperatura. Para el mismo material, se aprecia, como es de esperar, un mayor grado de penetración cuanto mayor es la temperatura de ensayo.

Se consiguen evitar los fenómenos de erosión y de penetración, cuando los valores de ángulo, de área de mojado y de índice de mojabilidad son muy semejantes a los obtenidos con el aporte anterior. Se sigue manteniendo la tendencia de un aumento en el ángulo de mojado cuando aumenta el % de refuerzo.

Se observa, asimismo, que la mojabilidad depende de la temperatura. Esto se refleja en una disminución del ángulo de mojado con el aumento de temperatura. Los mejores resultados se dan en el material base a la temperatura de 450°C. Sin embargo, en todos los casos, los valores de ángulo de mojado obtenidos fueron muy superiores a 20°, lo que no facilitaría la ejecución de una soldadura fuerte. El fenómeno de penetración hace que no se pueda recurrir a un aumento de la temperatura para favorecer el mojado, ya que entonces el aporte se consumiría.

Se ha comprobado también que el área de mojado se ve incrementada con el aumento de la temperatura, debido al aumento de la fluidez de la fase líquida como ya se ha comentado. En realidad, esta área de mojado es la suma del área de mojado propiamente dicha más el área de penetración (material de aporte que penetra por dilución en el material base). El área de mojado se encuentra muy relacionada con la extensión de aporte por la superficie del material (lo que se ha llamado extensión de la gota). Este parámetro controla, junto con la capilaridad, la extensión y penetración del aporte en una junta. En este caso, aunque el área mojada aumenta con la temperatura, hay que considerar que también lo hacen los fenómenos de penetración, que consumen el aporte, que de esta forma ya no puede formar la unión.

IV.2.2.2.3.- Ensayos de mojabilidad empleando como material de aporte Zamak 3 (AG40A)

Los resultados de los ensayos realizados con Zamak 3 (AG40A) se muestran en la tabla IV.16. Asimismo, las macrografías obtenidas de uno de dichos ensayos de gota se presentan en la figura IV.161 y los cortes transversales de la misma se observan en la figura IV.162.



Fig. IV.161 Ensayo de gota usando como aporte Zamak 3 (X10). a) AA2014, b) AA2014/SiC/6p, c)AA2014/SiC/20p



Fig. IV.162 Corte transversal de las probetas anteriores. a)AA2014, b) AA2014/SiC/6p. c) AA2014/SiC/20p (X10)

Antes de comentar los resultados, hay que hacer unas consideraciones sobre las medidas realizadas. En primer lugar, la medida del ángulo de mojado sobre el material base del ensayo realizado a 430°C (Fig. 1V:161 y FV:162 a) se hizo sólo sobre la gota de la izquierda. Durante el ensayo, la gota inicial se separó en dos mitades. Al realizar el corte

transversal, y debido a la geometría de la probeta, el corte inutilizó una de las gotas para realizar la medida del ángulo. En segundo lugar, al igual que ocurría en el caso del aporte Zamak 5 (AG41A), al considerar el área de mojado también estamos valorando el área de aporte que ha penetrado en el material de base, y donde ha desaparecido la gota.

T (°C)	Material	Ángulo de mojado (α)	Área de mojado (A _w)	$\mathbf{A}_{\mathbf{w}}/\mathbf{A}_{\mathbf{o}}$	Indice de mojabilidad (IW)	
430	AA2014	41	50,26	10,05	37,93	
	AA2014/SiC/6p AA2014/SiC/13p AA2014/SiC/20p	Penetración/ erosión	-	-	-	
	AA2014	57,5	28,27	5,65	15,2	
	AA2014/SiC/6p	35,5	28,27	5,65	15,2	
440	AA2014/SiC/13p	Penetración/erosión	-	-	-	
	AA2014/SiC/20p	Penetración/erosión	50,26	5,65	37,93	

TABLA IV.16 Datos obtenidos de los ensayos de gota con Zamak 3 (AG40A)

De los ensayos realizados a la T=430°C sólo se produjo mojabilidad en el caso del material AA2014, es decir la matriz sin refuerzo (Fig IV.163). Ninguno de los otros tres materiales mojó, debido a que el fundente formó una capa entre el material base y el material de aporte, impidiendo el contacto metálico e incluso la transmisión de calor al aporte. La mayor parte del aporte se desprendió formando una gota, aunque parte del mismo penetró en el material base. Esto debió ocurrir porque el fundente no tuvo la suficiente fluidez.



Fig. IV.163 Ensayo a 430°C AA2014 con aporte Zamak 3 (AG40A) (10X)

Los valores de ángulo de contacto y de área mojada son muy semejantes a los medidos para los dos aportes anteriores, en los casos en los que se pueden realizar estas medidas.

Este aporte también sufre un fuerte fenómeno de penetración/erosión, ya que tiene una composición semejante al Zamak 5. Se ha observado la evolución de la penetración con la temperatura de ensayo. Según los datos obtenidos para un mismo material, a mayor temperatura la penetración es más profunda; mientras que, al disminuir la temperatura de ensayo, la gota tiende a extenderse más que a penetrar.

Esto es debido a que, al aumentar la temperatura, el material de aporte es más fluido, con lo que se favorece la penetración del Zn y otros aleantes a través de los límites de grano del material base. Como en el caso del Zamak 5 (AG41A), esta penetración no es aconsejable para la soldadura fuerte de materiales compuestos.

En general, se puede decir, como resumen, que la aleación Zamak 3 (AG40A) presenta un comportamiento frente al mojado de los MMC similar al discutido para la aleación Zamak 5 (AG41A).

Únicamente, y como hecho más significativo, habrá que indicar que el grado de penetración observado en este caso, es ligeramente inferior, dado que presenta un menor contenido en algunos elementos que favorecen este fenómeno, como son el Cu y Mg.

En ambas aleaciones se han medido, no obstante, mojabilidades inferiores a las determinadas a temperaturas de 450°C para la aleación comercial de Zn-3Al. Esto se debe a que, aunque poseen un menor punto de fusión, lo cual permite obtener valores de θ inferiores a 90° para temperaturas menores a 450°C, cosa que no era posible en los aportes de Zn-3Al, cuando se intenta aumentar la mojabilidad a valores efectivos para soldadura fuerte (θ <20°) incrementando para ello la temperatura, aparecen los fenómenos ya citados de penetración intergranular y dilución con el material base.

IV.2.2.3. Microestructura de los ensayos de gota

IV.2.2.3.1 Microestructura de los ensayos de gota con material de aporte Zn-3Al

En la figura IV.164, se aprecia la microestructura que presenta el baño fundido y solidificado de aleación Zn-3Al, generado sobre cada uno de los materiales objeto de estudio en un ensayo de gota realizado a 450°C. El hecho más significativo que debe destacarse del estudio microestructural de estos baños es que la composición de la gota ha experimentado, en todos los casos, un enriquecimiento en aluminio, pasando a ser hipoeutéctica. Esto se deduce por la presencia mayoritaria, en el baño solidificado, de dendritas primarias ricas en aluminio, rodeadas por el agregado eutéctico Zn-Al. En el material de aporte original, la fase primaria estaba constituida fundamentalmente por Zn.



Fig. IV.164 Microestructura del baño fundido empleando como aporte Zn-3Al. a) AA2014, b)AA2014/SiC/6p, c) AA2014/SiC/13p, d) AA2014/SiC/20p

Hay que tener en cuenta que la reacción eutéctica Zn-Al se sitúa a 381°C para una composición de 6% en peso de Al (L = $(\alpha^2 Al) + (Zn)$). Dado que la composición original del aporte era un 3% en Al, ello implica un enriquecimiento en dicho componente de más

de un 10%. A este enriquecimiento del baño fundido en Al, y por tanto a la disminución de porcentaje de Zn presente, contribuyen varios mecanismos distintos que se producen durante el ensayo de la gota y que aparecen esquematizados en la figura IV.165.



Fig. IV.165 Mecanismos de enriquecimiento en Al del baño

Dichos fenómenos son:

- Pérdida de Zn por volatilización durante el tiempo de realización del ensayo de mojabilidad, que implica un ciclo de calentamiento, mantenimiento isotérmico a la temperatura seleccionada y enfriamiento lento hasta solidificación.
- Difusión de AI, a través de la intercara liquido/sólido, desde el material base hacia el material de aporte.
- 3 Fusión parcial del material base. El material base fundido se mezcla con el material de aporte y se incrementa el porcentaje de éste en aluminio, que es el principal componente de la aleación AA 2014 La fusión del Al tiene lugar como consecuencia de la difusión y penetración del Zn desde el baño hacia el material

base, a través de los límites de grano. El enriquecimiento en Zn de estas zonas disminuye el punto de fusión de la aleación matriz, lo que favorece la fusión local de las mismas. Al mismo tiempo, elementos como el Cu y Mg, presentes en la matriz, y que se concentran en los límites de grano, aceleran este proceso, ya que también forman eutécticos con el aluminio y disminuye aún más el punto de fusión de forma local. Este fenómeno de *penetración*, que ha sido ya observado en otros sistemas, por ejemplo en la soldadura fuerte de aleaciones de la serie 6xxx, con aportes de Al-Si (252), se ve favorecido con el aumento de temperatura y la prolongación del tiempo de mojado.

Asimismo, dado que es un fenómeno que se produce a través del límite de grano, será tanto mayor, cuanto menor sea el tamaño de grano de la aleación mojada. En el caso de los materiales compuestos, se produce más penetración cuanto mayor sea el porcentaje de refuerzo, como se comentó en el apartado anterior.

Otro fenómeno que destaca, cuando se comparan las microestructuras de los baños generados sobre los distintos materiales, es la existencia de una fuerte segregación o "coring" en la fase primaria dendrítica, que se va haciendo menos evidente conforme aumenta el porcentaje de refuerzo en el material base. Dicha segregación de Zn, que se produce en los cuatro materiales, se puede observar mediante la utilización de imágenes de electrones retrodifundidos (BSE) en la gota formada sobre la aleación matriz y sobre el material con un 6% de refuerzo, tal y como se muestran en la Fig.IV.166. No obstante, este fenómeno no se detecta en imágenes BSE para los casos de los materiales reforzados con 13 y 20% de partículas. Para evaluar la variación de esta segregación, se realizaron análisis cuantitativos mediante la utilización de microanálisis EDS cuyos resultados se muestran en la tabla IV.17). Mediante esta técnica de análisis, se comprueba que la segregación también se produce en al caso de los materiales más reforzados, pero que, al ser de menor magnitud, no se puede detectar mediante imagen



Fig. IV.166 Segregación de Zn en la fase α'. a) 2014, b) 2014/SiC/6p, c) 2014/SiC/13p, d) 2014/SiC/20p

MATERIAL	EXTREMO DENDRITA		CENTRO DENDRITA		INTERCARA/ ZONA DE REACCIÓN	
	Al	Zn	Al	Zn	Al	Zn
AA2014	50,72	49,29	46,36	53,64	55,4	44,6
AA2014/SiC/6p	56,43	43,57	44,99	55	-	-
AA2014/SiC/13p	42,38	57,62	39,33	60,67	58,87	41,13
AA2014/SiC/20p	50,03	49,97	48,55	51,45	61,01	38,99

TABLA IV.17 Contenido de Al y Zn en distintas zonas de la gota

Tanto las imágenes de retrodifundidos como los análisis EDS, muestran que las zonas internas de las dendritas tienen un porcentaje de Zn elevado, que disminuye hacia el exterior de la misma. Las zonas más claras se corresponden con zonas ricas en Zn, mientras que las

zonas más oscuras se corresponden con áreas más ricas en aluminio (por ser el elemento más ligero de los dos).

La explicación de la segregación observada está relacionada con la variación progresiva en composiciones que experimenta el baño al perder Zn por volatilización y enriquecerse en Al por fusión y dilución del metal base. Durante la solidificación, dado que la pérdida de Zn por volatilización se produce de forma progresiva y el baño es cada vez más rico en aluminio, la fase α' que se forma tiende a ser también cada vez más rica en aluminio, lo que produce la disminución de la concentración de Zn desde el interior de la dendrita hacia la zona externa.

Para justificar que la segregación sea menos acusada al aumentar el porcentaje de partículas existentes en el material base, se debe de considerar cómo afecta el paso de partículas al baño, a los fenómenos de transporte de materia.

Como consecuencia de la fusión parcial del material base, que ya se ha explicado, cuando este material base es un material compuesto, se produce la incorporación del refuerzo cerámico que se encontraba en la zona que se funde, al baño (Fig IV.167). El número de partículas que pasa al baño depende del porcentaje de partículas del material compuesto y de cuánto material base funde. Como hemos dicho que la fusión parcial se produce a través de los límites de grano y como el tamaño de grano disminuye al aumentar el porcentaje de refuerzo, queda claro que el fenómeno de fusión parcial es más importante, cuanto mayor sea el porcentaje de partículas en el material. Por tanto, el número de partículas que pasa al baño aumenta espectacularmente al aumentar el porcentaje de refuerzo del material compuesto.

El refuerzo se encuentra mayoritariamente localizado en los espacios interdendríticos donde se forma el agregado eutéctico, como se aprecia en la figura IV.167. Su distribución en la

gota depende de las condiciones del ensayo y del contenido de partículas del material ensayado. En general, las partículas se distribuyen por toda la gota, aunque suelen ser más abundantes en las proximidades de la intercara de mojado y en la zona superior de la gota, ya que el SiC es menos denso que el aporte de Zn fundido y flota en él.



Fig. IV.167 Distribución de partículas en la gota

La aparición del cerámico en el baño fundido tiene distintos efectos sobre el transporte de materia y calor en el baño. Por un lado, la existencia de una fase sólida en el líquido produce un aumento de la viscosidad del baño, lo que hace que se reduzca el transporte de partículas por convección. Esto supondría un aumento de la segregación con el porcentaje de partículas, pero no ocurre así, ya que el fenómeno de convección no supone el mecanismo principal de transporte en el baño fundido, por ser muy pequeño y no haber agitación. Estos fenómenos pueden tener más importancia en el caso de soldadura a la llama, donde sí la hay.

El principal mecanismo mediante el cual las partículas afectan a la segregación es su acumulación en el frente de solidificación, impidiendo el transporte de calor al generar una barrera refractaria y reducir, por tanto, las velocidades de enfriamiento de la fase primaria, favoreciendo su homogeneización. Además, se produce una disminución de la cantidad de fase liquida terminal que solidifica. En la figura IV.168 se puede ver un esquema que justifica la disminución del fenómeno de "coring" en materiales reforzados.



Fig. IV.168 Mecanismos que controlan la segregación ("coring")

El estudio a mayores aumentos de los microconstituyentes que forman la gota ha permitido, así mismo, distinguir su microestructura interna. Las micrografías mostradas hasta ahora se corresponden a gotas atacadas con reactivo de FeCl₃, que favorece la disolución de las fases ricas en Zn. Por esta razón, tal y como se observa en la figura IV.169, el agregado eutéctico se revela como una fase continua que ha sido atacada por el reactivo, rica en Zn, y una fase laminar rica en Al. La fase matriz atacada es la solución sólida de Al en Zn que, debido a su reducida solubilidad, se trata de Zn prácticamente puro.



Fig. IV.169 Detalle de la microestructura del baño atacada con FeCl₃

La fase laminar posee una composición análoga a la de las dendritas primarias (~ 50% Al), y, como ésta, presenta un aspecto continuo. Sin embargo, cuando los baños son atacados con Keller (mezcla de ácidos que favorecen la disolución del Al), se aprecia que, tanto las dendritas, como el agregado laminar del eutéctico, están constituidos a su vez por dos fases, α y (Zn). Ambas soluciones forman parte del agregado eutectoide que se genera cuando la solución α '(Al) que a 381°C (T eutéctica) disuelve hasta un 83.1% de Zn, experimenta la reacción eutectoide a 277°C, formando α (Al) y (Zn).

$$\alpha'(Al) = \alpha(Al) + (Zn)$$
[37]

El ataque revela la microestructura granular de este eutectoide que, sin embargo, presenta morfología laminar en ciertos agregados próximos a la interfase dendrita/eutéctico (fig. IV.170).



Fig. IV.170 a) Dendritas y agregado eutéctico laminar. b) Detalle del eutectoide

Por último, hay que destacar varias observaciones realizadas sobre la intercara de mojado formada en cada caso (Fig. IV.171). Como hecho más destacado, se puede considerar que las intercaras obtenidas presentan un elevado grado de continuidad, siendo muy minoritaria la presencia de poros y prácticamente inexistentes las zonas donde ha quedado atrapado el fundente empleado. Aunque en el material no reforzado el grado de penetración es muy limitado y la intercara de mojado presenta un carácter planar, esta característica se pierde, en parte, a medida que aumenta el porcentaje de refuerzo, ya que aumenta ligeramente la dilución del material base en el aporte fundido. A pesar de ello, no se produce una penetración intergranular importante. Es en esta zona de intercara, donde se inicia la solidificación, al favorecerse la nucleación y posterior crecimiento dendrítico de la fase (α 'Al).



Fig. IV.171 Intercara de mojado

Fig. IV.172 Clusters en la intercara del baño fundido

En cuanto a fenómenos característicos de la intercara, se pueden destacar dos: el enriquecimiento en Zn y el efecto producido por las partículas y cluster que se encuentran en ella.

La presencia de clusters de partículas en la intercara (Fig. IV.172) favorece los fenómenos de difusión de Zn, penetración, fusión parcial, dilución del material base en el aporte y paso de partículas al baño. La intercara matriz-partícula es un camino aún más favorable que los límites de grano para la difusión, por lo que, a través de ella, se producen con más intensidad, si cabe, todos los fenómenos indicados que están controlados por la presencia de límites de grano.

El enriquecimiento en Zn que se produce en la intercara se ha demostrado, tanto mediante los análisis EDS realizados (Tabla IV.17), como mediante imágenes de electrones retrodifundidos (figuras IV.173.a y b), pudiendo llegar a concentraciones próximas al 40%.



Fig. IV.173 Segregación de Zn en la intercara de mojado. a)AA2014, b) AA2014/SiC/13p

IV.3.2.3.2.- Microestructura de los ensayos de gota con material de aporte Zamak 5 (AG41A)

Para comprender la microestructura de las gotas formadas, hay que tener en cuenta que, con este aporte, se producen fenómenos de penetración/erosión muy acusados en el material base que, en algunos casos, llegan a consumir totalmente el aporte y que hacen variar de forma importante la microestructura, no sólo de la gota sino del sustrato sobre el que ésta se sitúa. Esta variación de microestructura del material base suele iniciarse bajo la zona de formación de la gota de aporte y avanzar, penetrando en el material base en forma de cono, como se esquematiza en el esquema de la figura IV.174, llegando a atravesar todo el espesor de la chapa. La forma en la que avanza la penetración esta causada por la forma en la que se aplicó el calor, mediante una placa calefactora que situaba el foco de calor en la parte inferior de la probeta.



Fig. IV.174 Esquema de la penetración

La penetración y erosión que se produce cuando se utiliza este aporte se debe a la presencia del cobre como elemento aleante del mismo. Como ya se ha descrito, la presencia de este elemento acelera los procesos de penetración, al difundir junto al Zn hacia los límites de grano y contribuir a bajar localmente el punto de fusión.

La microestructura de las gotas de Zamak 5 (AG41A) solidificadas sobre los cuatro materiales ensayados (Fig. IV.175) es muy similar en todos ellos e independientemente de las temperaturas de los ensayos de gota. Ademas, la microestructura de la zona de gota es análoga a la que se puede encontrar en la zona de penetración.

El material de aporte tiene una composición ligeramente hipereutéctica, pero la microestructura del baño fundido está formada mayoritariamente por fase primaria α (Al). Es decir, como en el caso anterior, ha tenido lugar una variación de la composición del aporte fundido que ha producido un desplazamiento hacia la izquierda (composiciones más



Fig. IV.175 Microestructura del baño fundido utilizando Zamak 5 (AG41A) como aporte (X100). a)AA2014, b)AA2014/SiC/6p, c) AA2014/SiC/13p d)AA2014/SiC/20p

ricas en Al) del diagrama de fases (Fig. IV.143). En esta variación de la composición del baño, vuelven a estar implicados todos los mecanismos descritos para el aporte Zn-3Al, es decir, vaporización de Zn, difusión de Al desde el material base y fusión parcial del material base, que han producido un aumento de la proporción de Al en el baño. Pero en este caso, el mecanismo principal por el cual ha aumentado la concentración de Al en el baño es la dilución del material base en el mismo. La variación de la composición de la gota ha sido mucho más intensa que en el caso anterior y la proporción de aluminio presente en el baño fundido es muy importante, ya que la penetración ha sido muy extensa y ha disuelto gran cantidad de aleación de aluminio en el baño.

No obstante, en este caso, aunque también se aprecia, la segregación de Zn en las dendritas es menos acusada, ya que la proporción de este elemento ha disminuido considerablemente al existir un mayor enriquecimiento en Al (Fig. IV.175).

Debido a la fuerte variación de composición producida en la gota, la microestructura interna de las dendritas es muy compleja y depende de en qué proporción final hayan quedado los elementos Zn, Al y Cu. En algunos casos, la microestructura formada es tan compleja como la que se muestra en la figura IV.176.



Fig. IV.176 Microestructura formada en la gota y la penetración. a) Aspecto general, b) Precipitación Widmanstätten en las dendritas, c) Detalle, d) Imagen de retrodifundidos

Como en el caso anterior, las partículas de carburo de silicio que se incorporan al baño se sitúan principalmente en el espacio interdendrítico, actuando como puntos de nucleación y limitando el crecimiento dendrítico. Por eso, las dendritas son más redondeadas (Fig. IV.177) a medida que aumenta el porcentaje en partículas.



Fig. IV.177 Partículas de SiC en el espacio interdendrítico. a) AA2014/SiC/6p, b) AA2014/SiC/13p.

También se pueden ver precipitados, probablemente de Al₂Cu, que se sitúan tanto en el interior de las dendritas como en los espacios interdendriticos asociados a las partículas que actúan como lugares preferentes de nucleación (Fig. IV.176 c y d).

En la zona inicial de contacto entre el material base y el de aporte, se detectan zonas de porosidades, en las que se evidencia la presencia de fundente que ha quedado atrapado (Fig. IV.178). Este fenómeno es más frecuente en el caso de los materiales con particulas. La presencia de flux atrapado no impide los fenómenos de penetración, que se siguen produciendo y la microestructura, a ambos lados de la capa de flux, es muy semejante. Sin embargo sí que impide el paso de particulas hacia la gota. El refuerzo queda atrapado en la zona de penetración que constituia el material base (Fig. IV.179).



Fig. IV.178 Fundente atrapado



Fig. IV.179 Zonas de no mojado debidas al flux

En la zona de interfase entre la microestructura alterada por la penetración y el material base que no ha sufrido cambios se encuentran evidencias de cómo se produce esta penetración y cuál es su mecanismo (Fig. IV.180). Partiendo desde el material compuesto que conserva su microestructura original y que, por tanto, no ha resultado atacado por el reactivo empleado, se encuentran distintas zonas, a medida que se acerca la zona de penetración que fundió totalmente.

En primer lugar, existe una zona en la que los límites de grano se revelan más fácilmente por la acumulación, en los mismos, de elementos como el Cu y el Zn producida por difusión. Cuando estos elementos han difundido en cantidad suficiente como para que la temperatura de fusión local se sitúe por debajo de la temperatura de operación, se produce fusión parcial en el límite de grano. En la siguiente etapa el Zn difunde hacia el interior del grano, hasta que se produce la fusión de toda la zona.



Fig. IV.180 Interfase de la penetración (X250)

IV.2.2.3.3.- Microestructura de los ensayos de gota con material de aporte Zamak 3 (AG40A)

Al igual que en el caso anterior, la microestructura de los baños es muy semejante para todos los materiales y todas las temperaturas. También en este caso, se producen fuertes



Fig. IV.181 Microestructura del baño fundido formado utilizando como aporte Zamak 3 (AG40A) (X100). a) AA2014 sin reforzar, b) AA2014/SiC/6p, c) AA2014/SiC/20p

fenómenos de penetración que cambian totalmente la composición, tanto del baño, como del material base en la zona en la que ésta se produce. Debido a este fenómeno, ha tenido lugar una variación de la composición que produce un desplazamiento hacia la izquierda en el diagrama de equilibrio (Fig. IV.143). Por tanto, aunque el material de aporte tiene una composición ligeramente hipereutéctica, en el baño fundido la fase primaria (Al) es la mayoritaria con pequeñas zonas de agregado eutéctico (Fig. IV.181).

De nuevo se observa la segregación del Zn en las dendritas de fase primaria, de forma muy parecida a la existente en el caso de las gotas formadas por el aporte Zamak 5 (AG41A). Esta segregación es algo distinta a la que aparece cuando se utiliza como material de aporte la aleación Zn-3Al, ya que la microestructura formada en el caso de los Zamak es mucho más complicada, al intervenir el cobre en mayor medida.



Fig. IV.182 Partículas en el espacio interdendrítico. a) AA2014/SiC/6p, b) AA 2014/SiC/20p

Las partículas de carburo de silicio se sitúan mayoritariamente en las zonas interdendríticas (Fig.IV.182) favoreciendo la nucleación de la fase primaria e inhibiendo el crecimiento de la misma.



Fig. IV.183 Esquema de la gota

En este caso, también es frecuente encontrar restos de flux atrapados. En uno de los ensayos, el flux evitó que la mayor parte del material de aporte quedara en contacto con la chapa de material base. En este caso, el ensayo se realizaba sobre el material AA2014/SiC/20p, en el que la mojabilidad es muy reducida. Estos dos factores: la reducida mojabilidad y el que existiera un sólo punto de contacto de pequeño tamaño provocó una microestructura que, aunque no es válida para la soldadura fuerte, tiene gran interés, ya que demuestra todo el proceso seguido por la composición tanto de aporte como del material base y por ello se va a describir con cierto detalle. En la figura IV.183 se muestra un esquema de la gota resultante y de las zonas estudiadas. Esta gota corresponde con el corte transversal que se muestra en la figura IV.162 c.

En esta gota, también se producen los fenómenos de penetración y de dilución del baño, pero el tiempo no ha sido suficiente para que se homogeneizaran las composiciones, por lo que existen distintas microestructuras. En la parte superior de la gota (Fig. IV.184), que es la zona que se encuentra más alejada del punto de contacto con el material base, se conserva una microestructura semejante a la que poseía el aporte original. Al encontrarse tan alejado de la chapa de material compuesto, su composición no se ha visto apenas alterada por el aluminio que pasa al baño fundido.

En la zona interior de la gota, se puede apreciar una microestructura prácticamente eutéctica, con presencia muy limitada de agregados primarios que crecen en forma dendrítica (Fig. IV.184). Estos agregados primarios son ricos en aluminio y no en Zn, ya que la variación de composición ha sido suficiente como para traspasar la composición eutéctica.



Fig. IV.184 Microestructura eutéctica con agregados primarios ricos en Al

Al aproximarse a la zona de penetración en el material base, la microestructura va variando, aumentando cada vez más el porcentaje en aluminio presente. En la zona que constituía la intercara entre la gota y en material base, se observa una microestructura en la que existe gran cantidad de dendritas de fase primaria (Al), ya que se ha visto incrementada la cantidad de aluminio en dicha zona. En la figura IV.185, se observa este cambio microestructural.



Fig. IV.185 Zona rica en dendritas de (Al) a) (X100) b) (X250)

En la zona de penetración (C), la proporción de fases es semejante a la de la zona B, pero las partículas de carburo de silicio que han sido arrastradas por la fusión del material base hacia la gota se encuentran situadas en los espacios interdendríticos de ésta. Por fin, en la zona D se encuentra la intercara entre la zona de penetración y el material base no alterado. En ella se observa la evolución de la penetración en sus distintas etapas que ya se han descrito y cómo las partículas van pasando al baño fundido por fusión de la matriz en la que se encontraban. En la figura IV.186 se observa cómo la penetración está favorecida a través de las interfases matriz/partícula.



Fig. IV.186 Zona de fin de la penetración

Las microestructuras estudiadas son una prueba del mayor grado de penetración que se produce cuando se trabaja con las aleaciones tipo ZAMAK, que, aunque poseen un contenido relativo en Zn más reducido, la presencia de elementos aleantes como Cu y Mg, favorecen la penetración intergranular.

IV.2.2.4.- Ensayos de soldadura fuerte realizados a la llama

Los ensayos de gota, realizados sobre los materiales compuestos AA2014/SiC/XXp y sobre su matriz sin reforzar y que han sido expuestos en los apartados anteriores, han permitido no sólo medir los parámetros relacionados con el mojado y extensión de los aportes estudiados sobre los materiales compuestos objeto de estudio, sino que, además, han suministrado valiosa información sobre la evolución microestructural de los baños fundidos generados.

Dos hechos especialmente importantes pueden extraerse de dichas observaciones:

- Las tres aleaciones base Zn ensayadas experimentan importantes enriquecimientos en aluminio durante la generación del baño, pasando a presentar estas microestructuras hipereutécticas.
- Aunque en diferente grado para los tres aportes estudiados, existe penetración de éstos en los materiales compuestos, lo que favorece su fusión parcial e incorporación de partículas a los baños.

Ambos fenómenos están favorecidos por el tipo de ciclo térmico al que son sometidas las probetas en el ensayo de gota y que se caracteriza por calentamientos y enfriamientos lentos, y períodos de mojado excesivamente prolongados (10 min). Este tipo de ciclo no necesariamente tiene por que ser aplicado en un proceso real de soldadura fuerte, existiendo técnicas que permiten utilizar fuentes de calor más localizadas y ciclos térmicos menos prolongados.

Un ejemplo de lo anteriormente citado es la soldadura con llama. La localización del calor sobre el aporte, la rapidez del calentamiento y la reducción del tiempo de mojado limitarían fenómenos como los observados en los apartados anteriores, por ejemplo, volatilización y penetración del Zn en la matriz del material base, dilución, fusión parcial, etc. Asimismo, permite ejecutar enfriamientos más rápidos, bien al aire o incluso ejecutar temples. Por esta razón, y para completar los estudios microestructurales expuestos con anterioridad, se realizaron ensayos reales de soldadura con llama, trabajando con los cuatro materiales base y las tres aleaciones base Zn empleadas como aportes. Otro objetivo de los ensayos de soldadura a la llama era evaluar la capacidad de penetración en juntas de los aportes, que es un factor primordial a la hora de realizar una soldadura real.

Los ensayos fueron realizados a temperaturas que permitieran una completa fusión del aporte que, previamente, era conformado con forma de varilla para permitir la concentración de calor en la punta y facilitar su fusión. La zona de soldadura del material base fue previamente precalentada con la llama, para evitar el choque térmico.

A continuación se detallan los resultados microestructurales obtenidos para los diferentes aportes ensayados.

IV.2.2.4.1.- Soldadura a la llama con material de aporte Zn-3Al IV.2.2.4.1.1.- Material sin reforzar AA2014

Tal y como se comprobó en los ensayos de gota, el material sin refuerzo es el que presenta mejor mojabilidad, consiguiéndose la penetración del aporte fundido a través de la junta, a pesar de la reducida distancia de unión empleada (~0,2 mm). En la figura IV.187, se muestra uno de los extremos de la junta donde se distinguen las dos zonas fundamentales que se pueden distinguir en el aporte:



Fig. IV.187 Solape realizado a la llama

- 316 Soldadura de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio...
- 1. El aporte exterior o "fillet braze"
- 2. La junta interior rellena por aporte o "filled gap".

En cuanto a la microestructura de la unión, se observa que esta constituida por fase primaria α' , rica en Al y eutéctico situado en los espacios interdendríticos. Al contrario de lo que suele ocurrir, la microestructura es muy semejante en las zonas de aporte externo y en la zona de junta. En la figura IV.188 se muestra un detalle de la microestructura que presenta la unión en las zonas de solape. Se aprecia la falta de poros, huecos originados por contracción del aporte o inclusiones de fundente. Existe segregación de Zn en la intercara por lo que ésta se ataca más fácilmente que el resto.



Fig. IV.188 Microestructura de la zona de solape

La intercara no es plana, ya que existe una cierta dilución del material base en el aporte. Esta dilución se produce por fusión parcial del material base por la difusión de Zn en el mismo, fundamentalmente a través de los límites de grano, como ya se ha indicado, aunque está favorecida en los puntos donde existen inclusiones o precipitados. En la figura IV.189 se puede ver cómo la penetración se acelera en los puntos donde existen precipitados alineados de fases complejas de Al-Fe-Cu.



Fig. IV.189 Penetración favorecida por precipitados de Al-Fc-Cu. a) Retrodifundidos, b) Secundarios

La microestructura del baño fundido es similar a la discutida en el caso de los ensayos de gota. Sin embargo, cabe destacar algunas diferencias:

- La proporción de la fase primaria es menor que en los ensayos de gota.
- El tamaño de las dendritas y el espaciado interdendrítico es inferior.

El primero de estos hechos responde al menor enriquecimiento en aluminio que ha experimentado el baño, lo cual se debe al menor tiempo de calentamiento y de mojado. El menor tamaño de las dendritas se explica por la mayor velocidad de enfriamiento, que en este caso se realiza al aire, lo que aumenta el subenfriamiento al que es sometido el baño.

Hay que destacar que el menor enriquecimiento del baño en aluminio no supone una desaparición de la segregación en el interior de las dendritas, fenómeno que se sigue produciendo, como se puede observar en las figuras IV.190 y IV.191.



Fig. IV.190 Segregación en las dendritas. Imagen de retrodifundidos



Fig. IV.191 Imagen de retrodifundidos mostrando la segregación de Zn existente en las dendritas

IV.2.2.4.1.2.- Material AA2014/SiC/6p

De mayor interés, son las observaciones realizadas en los diferentes materiales compuestos soldados, y en especial, en el de menor grado de refuerzo. En la figura IV.192 se recoge un montaje fotográfico donde se aprecian las diferentes zonas que constituyen la soldadura a solape realizada entre dos chapas de AA2014/SiC/6p con un "gap" de, aproximadamente, 0,2 mm. La microestructura de la zona de la junta y del aporte externo difiere de forma

importante, apreciándose también ciertas variaciones microestructurales dentro de cada una de ellas (Fig. IV.193).



Fig. IV.192 Solape realizado sobre AA2014/SiC/6p



Fig. IV.193 Microestructura en las zonas A y B

Comenzando por el aporte externo (Fig. IV.194), cabe citar como hecho más significativo, que presenta microestructuras más ricas en Zn que las determinadas en los ensayos de gota y, como más adelante se comprobará, que las generadas en la zona de relleno de la junta. Esto es debido a que la mayor velocidad de calentamiento y enfriamiento y el menor tiempo de permanencia a la temperatura de soldadura reduce los procesos de dilución del material base y por tanto el paso de aluminio al baño. Aun así, la fase primaria existente en toda la zona de aporte externo es rica en aluminio, presentando morfología dendrítica. Estas dendritas son más pequeñas que las formadas en los ensayos de gota. El espaciado del eutéctico también lo es, en ambos casos por la mayor velocidad de enfriamiento desde la temperatura de soldadura.



Fig. IV.194 Microestructura de la zona de aporte externo

Fig. IV.195 Crecimiento dendrítico en la dirección del gradiente térmico

La proporción de estas dendritas se incrementa en las zonas más próximas a la intercara de mojado (Figura IV.195) y es justo sobre ésta donde nuclean las primeras dendritas que se orientan en la dirección del gradiente térmico, dado que, en este caso, la zona más fría es la propia chapa del material compuesto.

Varios hechos importantes pueden deducirse del estudio detallado de la intercara de soldadura en la zona del aporte externo. En primer lugar, existe un elevado grado de continuidad en dicha intercara y no se detectan poros, huecos o restos de fundente retenido. Además, la penetración intergranular del aporte está muy limitada por lo que la fusión local del material base y, por tanto, la incorporación de partículas al baño es muy reducida. La intercara de mojado presenta, por tanto, un aspecto planar y sólo se detectan algunas zonas locales de penetración y erosión (figura IV.196).



Fig. IV.196 Intercara de mojado

La microestructura del metal que rellena la junta difiere bastante de lo indicado hasta ahora. En general, se aprecia un baño con mucha mayor proporción de fase primaria, rica en aluminio, originada por el enriquecimiento en aluminio por difusión y fusión desde las dos intercaras mojadas de material compuesto que limitan la junta (figura IV.197). Este mayor enriquecimiento se debe, por un lado a la pequeña cantidad de aporte que penetra en la junta y por otro al hecho de que se encuentra en contacto con dos superficies, lo que supone un mayor aporte de aluminio en una menor cantidad de aporte.



Fig. IV.197 Variación de microestructura entre el aporte externo v la junta (X100)

Fig. IV.198 Zona de porosidad en la junta

Asimismo, puede comprobarse que la penetración por la junta está favorecida por el bandeado característico de este material reforzado, cuando la superficie de mojado coincide con una de las bandas libre de refuerzo que presenta este tipo de material. No obstante, la penetración por capilaridad a través de la junta no es completa, existiendo al final zonas con porosidad retenida (Figura IV.198).

IV.2.2.4.1.2.- Material AA2014/SiC/20p

La microestructura de este solape es muy semejante a la que acabamos de comentar. Hay que destacar que, como consecuencia del mayor contenido en partículas, la penetración que se produce es algo mayor, apreciándose el paso de partículas al aporte en la zona externa como en la junta, como se muestra en la figura IV.199 a y b. Las partículas se encuentran

en la zona cercana a la intercara, ya que, como el tiempo del ensayo es corto, no ha llegado a flotar hasta la superficie del fundido.



Fig. IV.199 Paso de partículas al baño. a) Zona de aporte externo (X120), b) Junta (X120).

Como se puede ver también en este caso, la microestructura varía de forma importante entre la zona externa y la zona interna. En la zona externa, la microestructura es casi totalmente eutéctica mientras que en la junta, el paso de aluminio al baño ha desplazado la composición hasta porcentajes altos en aluminio y la microestructura está constituida casi totalmente por fase primaria α , con el eutéctico situado en los espacios interdendríticos.

En este caso, las partículas que han pasado al baño impiden el crecimiento de las dendritas, favoreciendo la nucleación. Las dendritas son entonces más pequeñas y redondeadas que en el caso anterior. Las partículas quedan segregadas en la última fase líquida que solidifica y, por tanto, aparecen junto al eutéctico en el espacio interdendrítico.

La penetración en la junta no es buena, pudiéndose observar faltas de mojado, de penetración en junta y de porosidad retenida como en el caso que se muestra en la figura IV.200.



Fig. IV.200 Porosidad y falta de penetración (X75)

Este empeoramiento de la penetración se debe a dos causas:

- 1. El baño se hace más denso por la incorporación de partículas y fluye peor.
- La presencia de mayor número de partículas de aporte sobre la superficie del material compuesto empeora la mojabilidad.

Como conclusión de los ensayos a la llama realizados con aporte Zn-3Al, cabe indicar que, con el tipo de ciclo térmico empleado, se logra limitar la pérdida de Zn por vaporización y de los otros fenómenos que producen la penetración erosión, lo que queda probado por la menor presencia de fase primaria de Al.

Además, hay que destacar el mayor enriquecimiento en aluminio producido en la zona de junta por difusión de este elemento desde la intercara de mojado. Dado que el tiempo de calentamiento es muy reducido, la penetración de Zn y, por tanto, la dilución del material base en el aporte es reducida.

IV.2.2.4.2.- Soldadura a la llama con material de aporte Zamak 3 (AG40A)

Los solapes realizados a la llama sobre la matriz sin reforzar utilizando como aporte Zamak 3 presentan una microestructura similar a la observada en los ensayos de gota. La diferencia más acusada es el menor tamaño de las dendritas, así como el menor espacio interdendrítico como consecuencia del ciclo de calentamiento y enfriamiento que tiene lugar en los ensayos realizados a la llama y que hemos comentado para el caso del aporte Zn-3Al. En la Fig.



Fig. IV.201 Aleación 2014 soldada con Zamak 3 (AG40A)

IV.201, se muestra un montaje fotográfico en el que se observa la microestructura del material de aporte entre las dos chapas de material AA2014. Es una microestructura de fase primaria de aluminio (fase α), con una pequeña cantidad de agregado eutéctico situado en el espacio interdendrítico. Se puede apreciar la ausencia de porosidades o inclusiones debidas al fundente retenido.

En la Fig. IV.202, se muestra un montaje fotográfico correspondiente a la soldadura a la llama para el material compuesto AA2014/SiC/6p, en la que se puede observar la variación de la microestructura existente entre las dos partes de la junta. El aporte exterior o "fillet braze" y la junta interior rellena por aporte o "filled gap".

Sin embargo, la microestructura de esta zona exterior no es ni mucho menos homogénea, como ocurría en los ensayos de gota, sino que presentan un gradiente en Zn, siendo más rica en Zn en las zonas más externas y aumentando el porcentaje en aluminio en las cercanías del material base. Este hecho crea una variación microestructural, apreciándose hacia la gama de microestructuras posibles que pueden formarse a un lado y a otro del eutéctico Zn-Al.



Fig. IV.202 Solape de AA 2014/SiC/6p soldado con Zamak 3 (AG40A). e) X80

324

IV.- Resultados y discusión

Así pues, en zonas próximas a la superficie externa del aporte (zona A) se detectan microestructuras constituidas fundamentalmente por fase primaria rica en Zn, fase η (prácticamente Zn puro) con estructura celular y fácilmente identificables por la presencia de las maclas típicas del Zn (Fig. IV.203). Rodeando dichos agregados, se sitúa el microconstituyente eutéctico Zn-Al, cuya proporción aumenta a medida que nos acercamos hacia la chapa base.



Fig. IV.203 Fasc primaria rica en Zn (X500)

Fig. IV.204 Agregado eutéctico (X250)

Más hacia el interior (zona marcada con B en la macrografía de la figura IV.202), comienzan a aparecer zonas prácticamente eutécticas, con la estructura laminar típica comentada, comenzando a aparecer algunas dendritas aisladas de fase primaria rica en aluminio (fase α') (Fig. IV.204).

En las zonas de la intercara, se incrementa la proporción de dendritas. Asimismo, estas dendritas crecen presentando una orientación hacia la dirección del gradiente térmico de forma que, en la superficie del solape orientada horizontalmente, alcanzan un desarrollo importante, mientras que las que nuclean sobre la superficie perpendicular, que deberían crecer en dirección perpendicular al gradiente son mucho más pequeñas y están menos ramificadas (Fig. VI.205).


Fig. IV.205 Nucleación de dendritas sobre el material base. a) Superficie horizontal, b) Superficie vertical En las cercanías de la intercara, se han detectado zonas de falta de mojado, semejantes a "gotas dentro de la gota" (Fig. IV.202 b). Este fenómeno puede ser debido a la retención

de gases dentro del aporte fundido o a que una parte del material se haya rodeado por una capa de fundente que haya impedido el contacto con el resto del aporte.

En la zona del interior de la junta (zona C), la microestructura del material de aporte presenta una mayor proporción de fase primaria rica en aluminio originada por el enriquecimiento en aluminio por difusión y fusión desde las dos intercaras mojadas del material compuesto que limitan la junta. (Fig. IV.202 Zona C). La penetración en la junta no es excesivamente buena, apareciendo zonas de porosidad y de falta de penetración.

En la parte D de la micrografia, se observa una zona de penetración incompleta que puede deberse a una mala difusión del material de aporte, originada por la presencia del fundente que no es bien eliminado en durante el proceso de soldadura, quedando retenido e impidiendo que le material de aporte moje.



Fig. IV.206 Incorporación de partículas al baño (X250)

En el caso del ensayo de solape a la llama realizado sobre el material reforzado con un 13% de partículas de carburo de silicio, los resultados obtenidos son muy semejantes a los que se acaban de comentar para el caso del material AA2014/SiC/6p. La diferencia más importante radica en el efecto que tiene el aumento del porcentaje de partículas. Aunque en el caso del material reforzado con un 6% de partículas, no se había detectado la incorporación de partículas al baño, en este caso esto no se cumple. En la zona de junta (Fig. IV.206) se puede observar cómo la fusión del material base y su incorporación consiguiente al aporte fundido arrastra partículas al baño, que se sitúan en los espacios interdendríticos. En los ensayos a la llama, puesto que la penetración se reduce de forma importante con respecto a los ensayos de gota, la incorporación de partículas al fundido también lo hace.

IV.2.2.4.3.- Soldadura a la llama con material de aporte Zamak 5 (AG41A)

La microestructura que presenta el material de aporte cuando se utiliza en la soldadura a la llama de materiales compuestos de matriz AA2014 es, como en los casos anteriores, muy



Fig. IV.207 Microestructura del aporte Zamak 5 (AG41A) soldado a la llama (X100)

similar a la de los ensayos de gota. Se observa el menor tamaño de las dendritas, así como una menor proporción de agregado eutéctico (Fig. IV.207). También se detecta segregación en la dendrita, pero de forma menos acusada, debido al tipo de ciclo térmico que se da en la soldadura a la llama y que ya ha sido comentado para el aporte Zn-3Al (Fig.208). Cuando

se observan las dendritas a altos aumentos, se puede comprobar cómo en su interior se ha producido la reacción eutectoide por insolubilización del Zn en el aluminio (Fig. IV.209).





Fig. IV.209 Segregación en las dendritas (X250)

Fig. IV.208 Formación del eutectoide en el interior de la dendrita.

En la zona de junta, se detecta una microestructura rica en fase primaria α' (Al) con muy poco agregado eutéctico. Asimismo, se observa en la figura IV.210 la penetración por la junta que está favorecida por el bandeado característico de este material reforzado, cuando la superficie de mojado coincide con uno de las bandas libre de refuerzo que presenta este tipo de materiales compuestos.



Fig. IV.210 Efecto del bandeado en la penetración (X100)

De todas formas, la intercara de unión que se ha obtenido presenta falta de penetración del material de aporte por impedimento del fundente (Fig. IV.211 y IV.212).



Fig. IV.211 Porosidades

Fig. IV.212 Zona de junta (X75)

IV.2.2.5.- Efecto del fundente en la superficie del material compuesto

A lo largo de esta investigación se ha podido observar cómo el fundente empleado plantea problemas durante la realización del ensayo de soldadura. El principal problema es que no siempre se elimina durante la soldadura, sino que, una vez que ésta ha finalizado, puede quedar atrapado en el interior de la intercara de soldadura, dando lugar a la aparición de porosidades.

Se realizó un ensayo de soldadura fuerte en el horno empleando únicamente el fundente, para comprobar qué cambios se producían en la superficie del material compuesto por la acción del mismo. En la figura IV.213 se muestra la superficie del material compuesto después de haber actuado el fundente. Se observa que el fundente se distribuye por todo el material compuesto, bordeando a las partículas a las que no ataca (Fig. IV.214). En cambio, produce un ataque importante sobre la matriz que deja una superficie de una rugosidad muy elevada y con una gran cantidad de superficie cerámica expuesta, lo que genera una disminución de la mojabilidad del aporte.



Fig. IV.213 Efecto del fundente sobre la superficie del material compuesto

Fig. IV.214 Detaile

IV.2.2.6.- Conclusiones parciales

- La mojabilidad del aporte Zn-3Al sobre los MMCs de aluminio de la serie XXX es aceptable para la temperatura de 450 °C. En cambio, la mojabilidad de los aportes Zamak 3 (AG40A) y Zamak 5 (AG41A), para la misma temperatura, no es buena ya que se producen fenómenos de penetración intergranular del aporte en el material base llegando a desaparecer, en algunos casos, de la superficie de soldadura. Este comportamiento desaconseja su utilización para la soldadura fuerte del material base XXX.
- 2. La mojabilidad y la extensión del aporte controlan la soldabilidad por soldadura fuerte de los MMCs. Para los tres tipos de aportes estudiados, la mojabilidad disminuye a medida que aumenta el porcentaje en refuerzo del material base, debido al aumento de porcentaje de superficie cerámica en relación con la superficie total del material. Por ello, los materiales con alto porcentaje de refuerzo presentan una mala soldabilidad.
- 3. La mojabilidad se favorece con el aumento de temperatura, aunque ésta debe de estar limitada, en especial cuando se emplean aportes tipo ZAMAK, ya que favorece la penetración intergranular en el MMC.
- 4. La penetración intergranular es un fenómeno producido por la difusión de los elementos del aporte en la matriz a través de los límites de grano, disminuyendo el punto de fusión local y produciendo la fusión parcial. Este fenómeno se acelera con la presencia en la composición de la matriz o del aporte de elementos como el cobre.
- 5. La composición de los baños fundidos de aleaciones Zn-Al sufre importantes variaciones de composición y microestructurales durante el proceso de soldadura fuerte. Estas variaciones consisten en un enriquecimiento en Al y en una disminución de la concentración de Zn, debida a varios mecanismos: vaporización

de Zn, difusión de Al desde el material base y fusión parcial del material base por difusión de Zn en el mismo.

- 6. El aumento del porcentaje de refuerzo en el material base supone una reducción de la fluidez del material de aporte, como consecuencia de la incorporación de un mayor porcentaje de partículas de refuerzo al baño fundido, lo que dificulta una buena soldadura de estos materiales.
- 7. La presencia de partículas cerámicas (SiC) en el baño, que son expulsadas durante la solidificación hacía el frente sólido/líquido, reduce la microsegregación y la cantidad de fase fundida terminal en los baños formados sobre materiales reforzados ya que dificulta tanto el transporte de calor como el de masa..
- 8. La realización de los ensayos reales de soldadura con llama a solape simple muestra las dificultades de penetración del aporte a través de la junta en la soldadura de MMC. El problema se agrava, sobre todo, al aumentar el porcentaje de partículas en el MMC. No obstante, al limitar la duración del ciclo térmico, se reduce la penetración intergranular observada en los ensayos de gota.
- 9. La microestructura del baño fundido en las uniones soldadas con llama sufre variaciones, dependiendo de la zona de soldadura donde nos encontremos. Así, en la zona exterior (fillet braze), se observa la gran variedad de microestructuras que permite el diagrama Al-Zn; presentándose un gradiente de concentración de Zn. En la zona interior (filled gap), la microestructura es principalmente de fase primaria, (Al) como consecuencia de la fusión y dilución de este elemento desde dos frentes constituidos por las dos superficies de las chapas de MMCs.
- 10. El fundente empleado queda atrapado, creando zonas con porosidades e impidiendo la entrada al material de aporte. Esto es debido a que el fundente ataca a la superficie del material compuesto impidiendo el contacto entre dicho material y el material de aporte.

<u>IV.3.- Soldadura de materiales compuestos de matriz de Al con refuerzo de Al₂O₃</u> IV.3.1.- Soldadura por difusión de AA 6061/Al₂O₃/XXp con AA8090 <u>IV.3.1.1.- Rugosidad</u>

Una de las variables más importantes en la soldadura por difusión es la preparación superficial La importancia de este factor es incluso mayor en el caso de que estén involucradas aleaciones de aluminio, debido a la existencia de la capa de alúmina superficial dura y estable. Para controlar la evolución de este parámetro en función del tratamiento superficial empleado, éste fue medido en distintas condiciones obteniéndose los resultados que se muestran en la tabla siguiente:

Material	Rugosidad superficial		
	Desbastadas hasta el grado 600 (mm)	Decapadas (mm)	
AA 8090	0.27	0.59	
AA 6061/Al ₂ O ₂ /10p	0.21	0.38	
AA 6061/Al ₂ O ₃ /20p	0.48	0.45	

Tabla IV.18 Rugosidad



Fig. IV.215 Distintas etapas de preparación

En la figura IV.215, se puede ver el aspecto de las superficies en cada uno de los pasos de la preparación. Todos los valores se encuentran en el rango aceptable para la soldadura por difusión. Incluso, aunque la limpieza química de la superficie aumenta el valor de rugosidad,

se siguió aplicando este proceso dentro del método de preparación de las probetas debido a que:

- Una cierta cantidad de rugosidad mejora la unión en las aleaciones de aluminio, ya que ayuda a la rotura de la capa de alúmina superficial durante el paso de deformación plástica.
- Después de la limpieza química, las particulas sobresalen sobre la superficie de la matriz. De esta manera, el refuerzo puede clavarse en el intermediario a través de la linea de unión, ayudando a mejorar la resistencia de la unión y disminuyendo la zona libre de refuerzo que origina la presencia del intermediario y que siempre será el punto más débil (Fig. IV 216)



Fig. IV.216 Efecto de la limpieza química

Si se observan los perfiles de rugosidad (Fig. IV 217) de las superficies ensayadas, destaca el hecho de que la superficie no es en ningún caso plana sino que, debido al proceso de preparación, presenta una ligera curvatura. Por tanto, el contacto entre las superficies que se unen en la soldadura por difusión no será completo, no sólo por la presencia de microrugosidad, sino también por la curvatura de la superficie. El contacto será bueno por la zona central, pero no por los laterales de las muestras, lo que provocará lo ya comentados efectos de borde, pues el contacto metálico durante la soldadura no será completo.



Fig. IV.217 Perfiles de rugosidad tras el decapado

IV.3.1.2.- Estudio microestructural de las uniones IV.3.1.2.1.- Uniones heterogéneas

En primer lugar, se estudió la soldadura entre chapas de Al-Li y chapas de material compuesto con objeto de evaluar la intercara formada entre ambos y la posible utilización de la aleación AA 8090 como intermediario de soldadura. La microestructura de este aporte se puede ver en la figura IV.218.



Fig. IV.218 Microestructura de la aleación AA8090

Se eligieron distintas temperaturas de soldadura en función de las temperaturas de solidus de las aleaciones que se iban a soldar. En este caso la matriz del material compuesto no impone grandes limitaciones a la hora de subir la temperatura de soldadura, ya que posee una temperatura de inicio de fusión de 682°C.

Sin embargo, otros autores (230), para la aleación AA8090, han detectado fusión parcial en límite de grano ya a temperaturas de 540°C. Por ello, las temperaturas de ensayo que se eligieron para realizar la soldadura por difusión en estado sólido fueron 500, 520 y 530°C. Asimismo, se ensayaron dos presiones distintas (3 y 6 MPa).

IV.3.1.2.1.1.- AA 6061/Al₂O₃/10p

En primer lugar, se estudió la evolución de la unión entre el material compuesto $AA6061/Al_2O_3/XXp$ y la aleación AA8090. Para evaluar la influencia del tiempo y de la temperatura en la unión, se compararon uniones realizadas con tiempos de soldadura crecientes a varias temperaturas, fijando la presión en 3 MPa. Se eligieron tiempos de 10, 30 y 60 min y temperaturas de 530 °C, 520°C y 500°C. Los resultados siguieron una evolución con respecto al tiempo muy semejante en los tres casos. En las figuras IV.219, IV.220 y IV.221, puede verse cuál es la evolución de la microestructura con el tiempo a 530°C y 3 MPa.



Fig. IV.219 Soldadura a 530 °C, 3 MPa v 10 min



Fig. IV.221 Soldadura realizada a 530°C, 3MPa, 30min



Fig. IV.220 Soldadura realizada a 530°C, 3 MPa y 60 min.

La evolución de la unión con el tiempo fue como cabía esperar. Tras 10 minutos a la temperatura de soldadura, aparecen aún muchos huecos y porosidad interfacial, ya que la etapa de deformación plástica no se ha completado. No obstante, ya se empiezan a observar algunos puntos locales de unión.

Después de 30 minutos, la línea de unión muestra un grado alto de continuidad, con pocos restos de porosidad. Los defectos se sitúan en las zonas próximas a las partículas situadas en la intercara. Todavía la difusión de los elementos no es muy grande, como se demuestra por la presencia de un alto número de precipitados ricos en litio en las proximidades de la linea de unión, aunque ya se empieza a apreciar la formación de una zona libre de precipitados en el Al-Li producida por la difusión de este elemento hacia la matriz del material compuesto.

Para tiempos de soldadura de 60 minutos, es posible apreciar cómo la banda donde el contenido de litio ha disminuido (zona libre de precipitados) es más amplia, comparada con su espesor después de 30 minutos de soldadura. Ésta es una evidencia de la difusión que ocurre a través de la línea de soldadura. La intercara aparece con alta integridad microestructural y se han eliminado la mayoría de los poros residuales.

Al igual que ocurre con el tiempo, la microestructura de la soldadura está también fuertemente influenciada por las condiciones de tiempo y presión utilizadas en la soldadura por difusión. Metalográficamente, las mejores condiciones observadas son 520-530 °C y 6 MPa, y 520 °C y 3 MPa. En estas condiciones, las uniones muestran una buena integridad, con casi completa ausencia de microporosidad residual, eliminación de restos de óxido de la intercara y ninguna evidencia de discontinuidades o faltas de unión, como se puede observar en la figura IV.222. En todas ellas, aparece la banda libre de precipitados que es más ancha, cuanto mayor es la temperatura de soldadura, ya que éste es uno de los parámetros controlantes de la difusión. Además, es posible observar que se ha producido



Fig. IV.222 Soldadura realizada a 530°C, 6 MPa y 60 min.

recristalización a través de la intercara y ésta ha perdido totalmente su planaridad. La intercara, al igual que los límites de grano de la zona del Al-Li, actúan como lugar de precipitación preferente, aunque también se observa formación de precipitados en el interior de los granos, sobre todo en el lado del AA 8090.

El efecto del Litio es muy importante en la realización de estas soldaduras. Este elemento, y, en menor medida, el magnesio (ambos presentes en la soldadura, ya sea porque proceden de la aleación AA8090 o de la propia matriz AA 6061 del MMC), actúan creando una atmósfera rica en Li y Mg entre las microrrugosidades de las superficies que se están uniendo, lo que reduce la entrada de oxígeno. De esta forma, se crea una atmósfera protectora que evita la formación de óxidos durante el proceso de soldadura y favorece la unión. Por otra parte, pueden reaccionar con la alúmina superficial, formando espinelas según las siguientes reacciones:

$$Li + 1/3 Al_2O_3 \Rightarrow LiO_2 + 2/3 Al$$
 [38]

$$Li + 8/3 Al_2O_3 \Rightarrow LiAl_5O_2 + 1/3 Al$$
 [39]

$$Li + 2/3 Al_2O_3 \rightarrow LiAlO_2 + 1/3 Al$$
 [40]

$$3 \text{ Mg} + \text{Al}_2\text{O}_3 \Rightarrow 3 \text{ MgO} + 2 \text{ Al}$$
[41]

$$3 \text{ Mg} + 4 \text{ Al}_2\text{O}_3 \Rightarrow 3 \text{ MgAl}_2\text{O}_4$$
[42]

Estas espinelas son compuestos menos duros y menos estables que la alúmina y aparecen en forma de agregados interfaciales discretos, por lo que afectan en menor medida a la resistencia de la unión.

Soldando a presiones inferiores, aunque se logra disminuir los valores de deformación, las intercaras obtenidas son de peor calidad. Esto es lo que ocurre cuando, por ejemplo, la presión de soldadura utilizada es de 3 MPa. En las uniones realizadas a 520 y 500 °C, aunque siguen observándose zonas de gran calidad metalúrgica y aparecen evidencias de recristalización a través de la intercara, son igualmente visibles algunos defectos de soldadura (Fig. IV.223). Esto se debe a que el flujo plástico de la chapa de AA8090 ha sido

menor y, por tanto, la contribución a la ruptura parcial de la capa protectora de alúmina, por este mecanismo, está menos favorecida.



Fig. IV.223 Soldadura realizada a 500°C y 3MPa

El control de la presión durante la soldadura por difusión es importante, ya que hay que llegar a un compromiso entre los dos efectos contrapuestos que supone el aumento de la presión:

Por un lado, la elevación de la presión facilita la formación de la unión, ya que ayuda a la rotura local de la capa de alúmina y acelera la primera etapa de deformación plástica, reduciendo el tiempo necesario para la soldadura. Si comparamos la Fig. IV.219 con la Fig. IV.224, ambas realizadas a tiempos muy cortos de soldadura, se puede observar que, cuando se utiliza una presión de 3 MPa, a los 10 minutos de unión todavía quedan muchos restos de porosidad. Sin embargo, si la unión se realiza a 6 MPa, aunque el tiempo transcurrido sea sólo 5



Fig. IV.224 Soldadura realizada a 530°C, 6 MPa y 5 min

minutos, ya se ha completado la etapa de deformación y apenas quedan restos de porosidad. No obstante, hay que tener en cuenta que, en este caso, la unión no es completa ya que apenas se ha producido difusión.

b. Por otro lado, el aumento de la presión puede llegar a producir una elevada deformación macroscópica, lo que no es recomendable en soldadura por difusión porque una de sus características es la de proporcionar piezas semiacabadas, en las que no se requiere un posterior mecanizado. En el caso de los materiales compuestos, esto es aún más importante de lo que puede ser en otro tipo de materiales, ya que el mecanizado de los MMCs es difícil y costoso, debido a la presencia de partículas cerámicas duras que producen un excesivo desgaste de las herramientas. En la Tabla IV.19, se indican los valores de deformación macroscópica producida a los distintos tiempos y temperaturas de ensayo.

		Presión	(MPa)	
•		3		6
Temperatura (°C)	Tiempo (min)			
	60	30	10	60
530	15	14	10	42
520	16	9	6	39
500	7	6	4	26

Tabla IV.19 Deformación macroscópica (%)

Como se puede comprobar, la deformación producida cuando se utiliza una presión de 6 MPa es excesivamente elevada, pero la mayor parte de esta deformación se acumula en la chapa de aluminio litio que es muy deformable a las temperaturas de soldadura. El material compuesto, en cambio, apenas se deforma. Hay que tener en cuenta que el objetivo de estas uniones es el estudio de la intercara MMC/AA8090 para la posterior utilización del Al-Li como intermediario de soldadura. Otro hecho que hay que destacar es que la mayoría de la deformación se produce en las primeras etapas del proceso y, posteriormente, se estanca.

La disminución de la temperatura de soldadura no produce un efecto tan acusado en la microestructura de la unión, como se puede observar en la figura IV.225, que muestra una unión realizada a 500°C y 6 MPa. Aunque se observa una cierta disminución de la zona libre de precipitados, indicando que la difusión producida es algo menor, la microestructura resultante es muy similar a las observadas utilizando la misma presión y variando la temperatura.



Fig. IV.225 Soldadura realizada a 500°C y 6 MPa

Otro detalle que no se ha comentado hasta ahora es el efecto que tienen las partículas cuando se sitúan en la intercara de unión. Como ya se ha comentado antes, las partículas, tras el decapado químico, sobresalen ligeramente de la superficie del material compuesto, por lo que, al aplicar la presión, quedan clavadas en la superficie opuesta y contribuyen a dar coherencia a la unión. Sin embargo, a veces, lo que se sitúan en las proximidades de la intercara son clusters. En la figura IV.226 se puede ver uno de estos clusters.



Fig. IV.226 Cluster en la intercara de unión

Como se puede observar, en estas zonas la unión no es completa y suelen quedar restos de porosidad que se asocian con los huecos entre partículas. Esto se debe a dos causas: las partículas son una barrera a la difusión y el llenado de estos puntos por deformación plástica y termofluencia es complejo. Por tanto, la aparición de clusters en la intercara supone, en la mayor parte de los casos, un punto de fallo de la unión.

Como se ha podido comprobar, en todas las uniones mostradas hasta este momento, aparecían precipitados de equilibrio fundamentalmente en la aleación de Al-Li. Estas fases se forman durante el enfriamiento lento del que consta la etapa final de los ensayos de soldadura, lo que favorece el engrosamiento de los precipitados de las fases de equilibrio (fase β en la aleación AA 6061/Al₂O₃/XXp y fase δ en el aluminio-litio) responsables de la disminución de las propiedades mecánicas. Con la aplicación del tratamiento térmico postsoldadura de solubilización y envejecimiento artificial, se pretendía obtener las mejores propiedades mecánicas posibles en la unión, disolviendo los precipitados gruesos y haciendo aparecer las fases coherentes metaestables que endurecen la matriz.

Además, con el tratamiento se trató de homogeneizar la composición, favoreciendo que se prolongaran los procesos difusivos, ya sin la aplicación de presión. El efecto del tratamiento térmico fue muy diferente, dependiendo de si se aplicó sobre una unión con buena calidad metalúrgica o aún persistían restos de porosidad en la intercara. En las figuras IV.227 y IV.228, se puede ver un ejemplo de cada una de estas dos situaciones.



Fig. IV.227 Efecto del tratamiento térmico sobre un**Fig. IV.228** Porosidad en la intercara en una soldadura soldadura realizada a 530°C y 6 MPa. realizada a 520°C y 3 MPa tras el tratamiento térmico

En el caso de las uniones que poseían una buena integridad microestructural, el tratamiento no sólo no deterioró la unión sino que incluso la mejoró. Cuando las uniones presentaban previamente algún tipo de defectos, el tratamiento térmico, realizado en atmósfera protectora de argón, produjo una fuerte merma de la calidad de la unión debido a la existencia de procesos de oxidación.

Durante el tratamiento térmico se produce la solubilización de los precipitados de equilibrio en la aleación de Al-Li, pero no se disuelven totalmente los precipitados de fase β (Mg₂Si) característicos de la aleación AA6061 y que constituye la matriz del material compuesto, ya que la temperatura empleada para la solubilización era demasiado baja para ello. No se pudo emplear la temperatura de tratamiento adecuada para el material AA 6061/Al₂O₃/10p (560°C), porque se encuentra por encima de la temperatura de fusión incipiente de la aleación AA 8090 y podría producirse quemado de grano.

Tras el tratamiento térmico, para comprobar su bondad se realizaron ensayos de microdureza en la matriz alcanzandose un valor de 100 HV, análogo al de la aleación con un tratamiento T6 estándar.

En ambos tipos de uniones, aunque después de que el tratamiento térmico la composición sea más homogénea, la existencia de una zona de contenido bajo en litio todavía es evidente. En esta zona se ha detectado que, al realizar el tratamiento térmico a vacío, se acentúa la pérdida de litio y aparece un importante crecimiento de grano (Fig IV.229). En este tipo de aleaciones superplásticas, la disminución del porcentaje en Li contribuye a aumentar la cinética de crecimiento de grano (230).



Fig. IV.229 Detalle de la recristalización y el crecimiento de grano en una unión tratada térmicamente.



Fig. IV.230 Precipitación en el límite de grano

Además, se puede apreciar que se ha producido recristalización y crecimiento de grano a través de la intercara de soldadura.

Así mismo, tras el tratamiento térmico es posible apreciar la formación de precipitados no disueltos de Mg_2Si en la aleación de Al-Li, que se localizan preferentemente en los límites de grano, por donde la difusión se produce con más facilidad (Fig IV.230).

IV.3.1.2.1.2.- AA 6061/Al2O3/20p

La existencia en este material de partículas de mayor tamaño y clusters en la superficie de unión tiene un efecto muy importante sobre la soldadura (Figura IV.231). En estas zonas, la porosidad es aún más elevada que en el caso anterior, ya que su desaparición por flujo plástico es más dificil. Esta porosidad aparece en los puntos triples matriz /partícula/AA 8090 y podría tener un efecto pernicioso sobre la resistencia de la soldadura.



Fig. IV.231 Cluster de partículas e la intercara

En este material también se ha estudiado el efecto de la presión y la temperatura. Las mejores uniones se lograron en las siguientes condiciones: 530-520 °C y 6 MPa, que son las mismas condiciones que proporcionan la mejor calidad de unión en el material con un 10 % en alúmina. La elevada presión empleada ayuda a romper la capa de óxido por deformación plástica. La soldadura realizada en estas condiciones, presenta una intercara con alto grado de continuidad y en la que no se observan ni poros ni defectos, como se puede ver en la figura IV.232. Se detecta de nuevo la existencia de una zona libre de

precipitados en la zona de la chapa de AA 8090, producida por la difusión de los elementos de aleación.



Fig. IV.232 Unión realizada a 520 °C y 6 MPa . a) Unión sin defectos, b) Detalle

Cuando se utilizan menores presiones de soldadura, como en el caso de las uniones realizadas a 3 MPa, la calidad de la unión no es aceptable como queda reflejado en la figura IV.233. Se observan restos de porosidad en los puntos triples matriz/refuerzo/AA8090 y porosidad residual a todo lo largo de la intercara.



Fig. IV.233 Porosidad en una unión realizada a 520°C y 3 MPa.

Como hemos comentado antes el otro efecto importante de la presión en la soldadura por difusión es la variación que se produce en la deformación macroscópica. En la tabla IV.20 se indican lo valores de deformación producidos a las distintas presiones y temperaturas.

	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
P (MPa)	t (min)	Deformación (%)
		39
- 6	60	29
-		19
		15
- 3	60	12
-		9
	P (MPa) 6 3	P (MPa) t (min) 6 60 3 60

Tabla IV.20 Deformación macroscópica

En este caso, las deformaciones netas son algo menores a las que se producen en el material reforzado con un 10% de alúmina. Aunque los valores de deformación total pueden parecer un poco elevados para la soldadura por difusión, sin embargo, la deformación que experimenta el material compuesto en este caso no supera, el 10%, ya que casi toda se acumula en la chapa de AA 8090 dadas sus características superplásticas. Esto favorece el flujo plástico de este material, lo que contribuye a la ruptura de la capa protectora de alúmina mecánicamente, favoreciendo de este modo la formación de la unión.

- - - .. .

El efecto del tratamiento térmico es diferente dependiendo de la calidad de la soldadura. Cuando la soldadura tiene una baja calidad microestructural y presenta porosidad, el oxígeno residual, que permanece en la atmósfera del horno de tratamiento térmico, es suficiente para penetrar en la soldadura a través de los poros y deteriorar fuertemente el intermediario, destruyendo la unión. Si, durante la soldadura, se ha logrado el colapso total de los poros residuales y la recristalización a través de la intercara, el tratamiento térmico solubiliza casi todos los precipitados y mejora la calidad de la soldadura (Figura IV.234). En este caso, también se ha detectado crecimiento de grano en la chapa de AA 8090, en las proximidades de la línea de unión, causado por la pérdida de litio por difusión (Fig. IV.235). En general, las características de soldadura en ambos tipos de material son muy similares. Este es lógico porque la aleación matriz es el mismo en ambos.



Fig. IV.234 Efecto del tratamiento térmico sobre una Fig. IV.235 Crecimiento de grano y recristalización en unión de buena calidad la zona cercana a la intercara

IV.3.1.2.1.3.- Perfiles de dureza

Se realizaron perfiles de dureza a través de la soldadura para todas las uniones sometidas a tratamientos térmicos (Fig. IV.236), como método indirecto para evaluar la difusión producida en los elementos de aleación que forman los precipitados envejecedores. Los resultados son similares para los dos materiales compuestos, variando con la temperatura y el tiempo de soldadura.



Fig. IV.236 Perfil de microdureza en la región de soldadura

El Li y el Mg son los responsables del envejecimiento en estas uniones: el Li en la aleación AA 8090, formando la fase metaestable δ' (Al₃Li) y el magnesio y silicio en la aleación AA 6061 precipitado en forma de Mg₂Si. En todos los perfiles medidos, aparece una fuerte disminución de la dureza en la proximidad de la intercara de soldadura, debido a la disminución del contenido de litio en las proximidades de la línea de soldadura por su difusión hacia la matriz del MMC. Esta zona de ablandamiento se puede también relacionar con la banda donde aparece el crecimiento desmesurado del grano.

El mismo efecto de caída del valor de dureza aparece al otro lado de la soldadura debido a la migración de Mg y Si desde el MMC al AA 8090. La cantidad de Mg y Si que va al AA 8090 y la cantidad de Li que va al AA 6061, obviamente, no es suficiente para compensar la reducción mutua en la dureza. El valor de dureza mostrado a ambos lados de la soldadura en los materiales de partida (medido en una zona alejada de la unión) es distinto (\approx 135 HV para la aleación AA 8090 y \approx 120 HV para la matriz de AA 6061) porque los elementos que forman los precipitados envejecedores son también distintos.

El tiempo y la temperatura son dos de las variables principales en la evolución de la difusión. El perfil de dureza es una imagen de la difusión y se ve afectado por estas dos variables. Cuando la temperatura sube desde 500 °C a 530 °C, el mínimo en la curva de dureza se hace más alto, la anchura de la zona donde la dureza es más baja es menor y el máximo a ambos lados de la soldadura tiende a ser más similar. Todos estos efectos son previsibles ya que un aumento de temperatura supone una aumento de la velocidad de difusión

El efecto de tiempo es similar. Ambos lados del perfil tienden a estar más cercanos (la zona donde la dureza disminuye es menor) y los valores, a ambos lados de la línea, de soldadura son más similares cuanto mayor es el tiempo.

IV.3.1.2.2.- Soldadura homogénea

Los resultados obtenidos del estudio microestructural de uniones heterogéneas, se aplicaron a la soldadura homogénea de los materiales de matriz AA 6061, reforzados con alúmina, empleando la aleación AA 8090 como intermediario. Las microestructuras resultantes en estos casos son muy similares a las obtenidas en las uniones heterogéneas (como era de esperar) cambiando sólo aspectos microestructurales relacionados con la forma del intermediario. Como las condiciones de soldadura y las microestructuras resultantes para ambos materiales compuestos con diferente grado de refuerzo son idénticas, se discutirán conjuntamente.

El comportamiento de la aleación de Al-Li, cuando se aplica como intermediario, está influido fuertemente por las condiciones de soldadura (especialmente, la temperatura y la presión). A alta temperatura y/o presión (530 - 520 °C y 6 MPa), la alta plasticidad de la aleación AA 8090 origina un flujo plástico del intermediario que, junto con la difusión, hace que éste casi desaparezca en algunas zonas (Figura IV.237). Esta deformación es heterogénea, es decir es mayor en unos puntos que en otros, aunque que la deformación macroscópica sea homogénea.



Fig. IV.237 Reducción del espesor del intermediario

La deformación macroscópica se mantiene siempre por debajo del valor correcto (A 520°C y 6 MPa es de un 18 % para el material AA 6061/Al₂O₃/10p y de 6% para el material AA6061/Al₂O₃/20p). En el material reforzado con un 20% de alúmina, el valor es menor

que en el reforzado con un 10 %, ya que este material es menos plástico en las condiciones de soldadura. En la tabla IV.21 se indican las deformaciones producidas a las diferentes temperaturas y presiones.

T (°C)	P (MPa)	t (min)	AA6061/Al ₂ O ₃ /10p	AA6061/Al ₂ O ₃ /20p
530			29	10
520	6	60	18	6
500			12	2
530			4	2
520	3	60	1,5]
500	-		0,4	0,25

Tabla IV.21 Deformación macroscópica

La observación microscópica a altos aumentos muestra el alto grado de continuidad logrado en estas condiciones, no sólo en las áreas donde el intermediario había reducido su espesor, sino también en zonas donde ha mantenido su anchura original. Este alto grado de continuidad se asocia a la casi completa ausencia de microporosidad residual, a la eliminación de restos de óxido en la intercara y a la ausencia de evidencias de la presencia de discontinuidades o faltas de unión. A presiones o temperaturas menores (<520 °C o <6 MPa), sin embargo, la soldadura muestra una mala calidad (Fig. IV.238 y IV.239). El intermediario sufre una deformación homogénea, aunque se consigue una cierta disminución en el espesor, observándose numerosos defectos interfaciales.



Fig. IV.238 Deformación homogénea del intermediario producida a 500°C y 6 MPa.

Fig. IV.239 Detalle de la unión anterior

IV.- Resultados y discusión

En uniones homogéneas soldadas con intermediarios no reforzados se puede conseguir una importante mejora de la resistencia de la soldadura, favoreciendo que el refuerzo se clave en la lámina de intermediario. Este fenómeno está favorecido tanto por la preparación superficial química como por la deformación plástica. Cuando el espesor del intermediario disminuye lo suficiente, el refuerzo puede incluso llegar a atravesarlo y producir una microestructura mucho más homogénea en la zona de soldadura (Fig. IV.240). En este caso, la intercara partícula/intermediario juega un papel muy importante puesto que debe formarse algún tipo de unión química para que aumente la resistencia interfacial



Fig. IV.240 Partículas clavándose a través del intermediario.

La alta calidad de las uniones realizadas en condiciones de alta presión y temperatura se hacen más evidentes cuando se observa su microestructura, tras la aplicación del tratamiento térmico. Como se observa en las figuras IV.241 y IV.242, la disolución de las fases precipitadas en el intermediario es casi completa y se observan evidencias de que ha ocurrido recristalización a través de la línea de unión.



Fig. IV.241 Unión realizada a 530 °C y 6 MPa tras el tratamiento térmico

Fig. IV.242 Detalle de la unión anterior

En cambio, y como ocurría en el caso de las uniones heterogéneas, la aplicación del tratamiento térmico a uniones en las que no se ha logrado eliminar la porosidad residual produce un fuerte deterioro de la unión, como se observa en la figura IV.243.



Fig. IV.243 Efecto del tratamiento térmico sobre una unión realizada a 500°C y 6 MPa

<u>IV.3.1.3.-</u> Resistencia a cizalladura de las uniones ensayos mecánicos. Superficies de fractura

Para evaluar la resistencia de las uniones, se realizaron ensayos de cizalladura a solape simple en distintas condiciones de soldadura. Así mismo, se ensayaron probetas tanto en el estado soldado como tras la aplicación del tratamiento térmico de solubilización y envejecimiento. Los resultados de estos ensayos se muestran en la figura IV.244. Estos resultados se calcularon, tomando como referencia el área soldada final.





Como se esperaba, las resistencias más altas se obtuvieron en soldaduras realizadas a 530 °C y 6 MPa. Cuando las uniones tienen buena calidad, el tratamiento térmico produce un incremento de la resistencia a cizalladura, mientras que, cuando existe un cierto grado de porosidad residual en la superficie de unión, el oxigeno residual existente en la atmósfera del horno de tratamientos térmicos degrada la unión, produciendo una brusca caída de la resistencia.

Observando las curvas tensión/deformación, se puede apreciar que, cuando la resistencia a cizalladura es baja, casi toda la deformación se sitúa en el campo elástico mientras que, al aumentar los valores de resistencia, el campo plástico aumenta también, lo que indica una mejora de la unión.



Fig. IV.245 Superficic de rotura de AA6061/AI₂O₃/10p



Fig. IV.246 Zona de arrastre

En las figuras IV.245 y IV.246, se muestran las superficies de fractura de una unión de buena calidad de cada uno de los dos materiales. Se observa que la rotura se ha producido por un mecanismo dúctil con formación de numerosos huecos. También se aprecia la existencia de un gran número de partículas rotas que indica la importancia que este mecanismo tiene en la rotura de la unión. La rotura progresa principalmente a través de la intercara, aunque en algunos puntos se observan grietas que penetran en el material base.

El aspecto de la superficie de fractura de las probetas tratadas térmicamente (Fig. IV.247 y IV.248) es ligeramente diferente, ya que, aunque en general se observa el mismo mecanismo de rotura, la contribución de la rotura interfacial es mayor apreciándose los restos de intermediario no eliminado con zonas de rotura microdúctil y una menor proporción de partículas rotas.



Fig. IV.247 Levantamiento de la lámina tras el tratamiento térmico

÷



Fig. IV.248 Detalle de la superficie de la lámina

IV.3.1.4.- Conclusiones parciales

 El empleo de aleaciones de aluminio litio como intermediario de soldadura favorece la soldadura en estado sólido entre materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo discontinuo de alúmina, ya que acelera la ruptura de la capa de alúmina por mecanismos químicos y mecánicos.

, · ¥

- Se pueden obtener intercaras de una elevada calidad metalúrgica a 530°C-520°C,
 6 MPa y 1 hora. En estas condiciones, la deformación en el material compuesto se mantiene por debajo del 10%.
- La calidad de la intercara depende así mismo de la propia calidad del material. La presencia de partículas de gran tamaño o de clusters genera porosidad que actúa como defecto en la unión.
- 4. Se han obtenido resistencias a cizalladura de 80 MPa para el material AA6061/Al₂O₃/10p y de 60 MPa para el material AA6061/Al₂ Q /20p en uniones soldadas a 520°C y 6MPa.
- La aplicación de tratamientos térmicos postsoldadura aumenta la resistencia final de las uniones soldadas, aunque es necesario un control estricto de la atmósfera de horno de tratamientos.

IV.3.2.- Soldadura por difusión en fase líquida transitoria (TLP) del material AA 6061/Al₂O₃/XXp

Una vez realizado el estudio de la soldadura por difusión en fase sólida de los materiales de la serie 6XXX con refuerzo de alúmina, utilizando con intermediario la aleación de aluminio -litio AA 8090, se procedió a aplicar otra técnica de soldadura por difusión: la soldadura por difusión con fase líquida transitoria o TLP. Esta técnica tiene como diferencia fundamental con la anterior el que, durante el proceso a la temperatura de soldadura, se forma una fase líquida, ya sea por alcanzar la composición de un eutéctico de bajo punto de fusión gracias a la interdifusión de los elementos del intermediario y del material que se suelda, o por que el aporte que se utiliza tenga una composición cercana a una eutéctica. Posteriormente, la difusión continúa y se produce una solidificación isotérmica. Este proceso presenta muchas semejanzas con la soldadura fuerte en horno, por lo que a veces se confunde con él.

El este caso, el aporte elegido fue la misma aleación BAISi-4 (AA4047) que se iba a utilizar en la soldadura fuerte, tanto de los materiales AA 6061/Al₂O₃/XXp, como del material AA 7005/Al₂O₃/10p, lo que acentúa las semejanzas entre ambos procesos. La diferencia, sin embargo, estriba en que, mientras en la soldadura fuerte la solidificación se produce debido a una disminución de la temperatura y, por tanto en la unión existe una zona de aporte solidificado, en los ensayos de soldadura por difusión con fase líquida transitoria realizados, la solidificación se produce a la temperatura de soldadura. Este cambio de estado, como se acaba de indicar, está causado por el aumento de temperatura de solidificación que se produce en esa porción del sistema, debido a la modificación de la composición por difusión. Esto hace que las microestructuras esperadas no deban tener ninguna semejanza con la de la aleación aluminio-silicio que se va a utilizar como intermediario de soldadura.

La elección de las temperaturas y presiones de soldadura se realizó en función de estos hechos fundamentales que se acaban de describir. Por ello, se realizaron ensayos a 2 temperaturas distintas, utilizando una presión de 1 MPa y un tiempo de 30 minutos.

Hay que tener en cuenta que la temperatura (580-590°C) elegida debe ser lo suficientemente alta para producir la fusión del aporte, cuya temperatura de solidus, según el diagrama de la Fig. III.3, es de 580 °C. Sin embargo, hay que considerar que la temperatura de solidus de la aleación AA 6061 es 582°C y una temperatura excesiva podría producir fusión parcial en límite de grano y degradar las propiedades. El margen de temperatura con que se cuenta para realizar la soldadura es, por tanto, muy reducido, siendo crítica la selección de la temperatura final de ensayo. Por estas razones, se ensayaron temperaturas de 580 y 590°C y, aunque ésta última supera la temperatura de solidus de la aleación matriz del material compuesto, no se han detectado signos de que se hubiera producido fusión incipiente.

Para determinar con más precisión la temperatura a la cual comienza la fusión del intermediario, se realizó un ensayo de ATD cuyo resultado se puede ver en la figura IV.249



Fig. IV.249 ATD dc la aleación BAlSi-4 (AA4047)

Según los resultados de este ensayo, a la temperatura de soldadura, el material que forma el intermediario, si bien no se encuentra totalmente fundido, sí lo está en una gran parte por lo que se comprueba que son aplicables los mecanismos descritos de TLP.

La presión (1 MPa) se eligió considerando que este método permite la aplicación de presiones pequeñas ya que, al formarse una fase líquida, el paso de deformación plástica que resulta tan importante en la soldadura por difusión en estado sólido queda en este caso soslayado, ya que, una vez formado el líquido, éste puede fácilmente acceder a la rugosidad del material que se suelda, consiguiendo un contacto metálico más íntimo. Sin embargo, la aplicación de la presión sigue resultando necesaria para la sujeción de las piezas que se unen

y para favorecer los procesos difusivos durante las primeras etapas de la soldadura cuando todavía no se ha producido fusión, además de para facilitar el reparto del aporte fundido y lograr el contacto metálico. La aplicación de una presión reducida, además, permite limitar la deformación macroscópica final de la pieza unida, lo que es muy favorable. La deformación macroscópica resultante se mantuvo en todas las probetas por debajo del valor máximo exigible, tal y como se puede observar en la Tabla IV.22.

	Temperatura de	e soldadura (°Č)
Material	580	590
	Deforma	ición (%)
AA 6061/Al ₂ O ₃ /10p	4,42	8,40
AA 6061/Al ₂ O ₃ /20p	2,08	11,62

Tabla IV.22 Deformación macroscópica de las uniones TLP

Aunque en el caso de las uniones realizadas a 590 °C, los valores de deformación son algo más elevados, debido a que dicha temperatura se encuentra muy cercana a la de solidus de la aleación AA 6061, los valores siguen resultando inferiores a los obtenidos en muchos de los ensayos de soldadura por difusión en estado sólido que se han indicado antes. Aunque en este caso se suelda a temperaturas más altas, la deformación se ve más influida por la presión aplicada que, en este caso, es menor.

IV.3.2.1.- Estudio de la microestructura de las uniones soldadas

El estudio microestructural de las intercaras de unión resultó complicado, ya que en la mayoría de ellas se logró una integridad microestructural tan elevada y una microestructura tan semejante a la del material base que era dificil distinguir dónde se encontraba situada la intercara de soldadura.

En la Figura IV.250, se puede observar el aspecto de la zona de unión en una probeta soldada a 580 °C y 3 MPa del material reforzado con un 10 % de partículas de alúmina. En esta figura, la línea de unión se encuentra marcada mediante flechas. Se observa que el





Fig. IV.250 Microestructura de una unión realizada a 580°C

Fig. IV.251 Imagen de retrodifundidos de la misma zona

intermediario ha desaparecido completamente a causa de la difusión y que la microestructura resultante es por completo análoga a la del material base. El aspecto de la unión se asemeja a un límite de grano más, ya que se ha producido recristalización a través de la intercara.

En la imagen de electrones retrodifundidos (Fig. IV.251), se aprecia que se ha producido precipitación preferente en los límites de grano. Si se observa la microestructura a mayores aumentos (Fig IV.252), se puede comprobar que estos precipitados se sitúan no sólo en los límites de grano, sino también en el interior de los mismos. El análisis por EDS de estos precipitados indica la presencia de Si y Al (Fig. IV.253). Este último elemento puede proceder, tanto del efecto matriz, como del precipitado, mientras que el magnesio no se puede detectar mediante el método de análisis utilizado. Si se observa el diagrama de fases



Fig. IV.252 Precipitación en el límite de grano y en el interior del mismo.



Fig. IV.253 Análisis de los precipitados

de la figura III.11, que muestra un corte del diagrama ternario Al-Mg-Si a una composición de un 1% en Mg, se puede comprobar cómo el aumento del porcentaje en silicio por encima de un 0,7% en el sistema sitúa esta aleación en un campo trifásico Al + Mg₂Si + Si.

Es bastante probable que, puesto que en el intermediario tenía una composición de partida del 12%, en las proximidades de la zona de unión se supere la composición en silicio necesaria para entrar en el campo trifásico. Por tanto, estos precipitados son las fases de equilibrio de esta aleación, fase β (Mg₂Si), que engrosan debido al enfriamiento lento desde la temperatura de soldadura y además son precipitados de cristales de Si. El número de precipitados existentes en las cercanías de la intercara de soldadura es mayor que el que se encuentra en otras zonas de la matriz, ya que el porcentaje de silicio en esta área se ha visto incrementado, debido a la difusión de este elemento desde la lámina de aporte.



Fig. IV.254 Conservación de la estructura de la lámina de Fig. IV.255 Detalle. La porosidad está causada por el intermediario en los extremos de la muestra

ataque. En su lugar había precipitados.

Cuando se analiza la microestructura de la unión en las zonas cercanas a los extremos de la probeta (Fig. IV.254 y Fig IV.255), se detecta la presencia de una serie de defectos que no existen en la zona más interior. En algunas áreas se encuentran restos de la estructura del intermediario que no han desaparecido durante la soldadura. La causa de este "efecto de borde" se encuentra en que la presión aplicada no se reparte por igual en todas las zonas. En las zonas externas el "abarrilamiento" que se produce por deformación plástica de la muestra disminuye la presión efectiva sobre estos puntos de la intercara de soldadura. Este hecho demuestra la importancia de la presión aplicada durante el proceso de soldadura por difusión con fase líquida transitoria. La presión ayuda a la ruptura de la alúmina superficial
existente sobre la superficie del material compuesto, favoreciendo el mojado del intermediario cuando éste funde. Si esta presión no es suficiente, la ruptura de la capa no se produce por lo que aparece este efecto de borde. Además, también es posible que, a pesar de que las soldaduras se realizaron en vacío, el oxígeno residual existente en la atmósfera del horno favoreciera los procesos de oxidación en la zona más externa donde es más fácil su penetración, al existir un contacto metálico más reducido.





Sin embargo, aunque en estas zonas la recristalización no ha llegado a hacer desaparecer totalmente las intercaras de unión, se puede comprobar mediante EDS que la difusión, sí que ha producido una homogeneización de la composición, existiendo evidencias de zonas locales de recristalización. En la figura IV.256 se muestra un microanálisis EDS realizado sobre la zona de lámina. En él, se observa la disminución de la concentración en silicio que se ha producido en la zona, hasta el punto de que no se detecta. En realidad, el silicio se encuentra precipitado en los límites de grano pero ha desaparecido con el ataque metalográfico, por lo que no se detecta en el análisis químico.



Fig. IV.25 Gota de eutéctico Al-Si

Fig. IV.255 Imagen de retrodifundidos

En algunas zonas, la desaparición del intermediario por efecto de la difusión no es completa y se aprecia la existencia de estructuras tipo eutéctico (Al-Si), con formas pseudo-esféricas (Fig. IV.257 y IV.258) en el interior de los nuevos granos formados en las cercanías de la intercara de soldadura. En estas zonas, que tienen un tamaño muy pequeño (<10 μ m φ), la difusión de Si a partir de la aleación de intermediario fundida no fue la suficiente como para producir el fenómeno de solidificación isotérmica, por lo que el paso al estado sólido se produjo durante el enfriamiento, siguiendo las reacciones de equilibrio y generando los pequeños agregados de estructura eutéctica laminar. El análisis EDS (Fig. IV.259) de estas zonas confirma que se trata del eutéctico Al-Si y su presencia puede justificarse considerando que el tiempo de soldadura no fuera suficientemente prolongado como para completar la homogeneización total de la zona de unión por mecanismos difusivos.



Fig. IV.259 Análisis EDS de la gota de eutéctico

Como ya se ha indicado, se escogieron dos temperaturas de ensayo para evaluar efecto de este parámetro sobre la soldadura TLP sobre los materiales estudiados. En la figura IV.260, se observa el aspecto de una unión soldada a 590 °C. La microestructura obtenida a ambas temperaturas es muy semejante, sin que sea posible encontrar grandes diferencias microestructurales (Fig IV.250 y Fig IV.260). Un detalle interesante que se puede señalar es el comportamiento de las partículas que se sitúan en las proximidades de la intercara durante la soldadura TLP. Éste resulta diferente del que se ha indicado para la soldadura por difusión en estado sólido. En la figura IV.261, se puede apreciar cómo han coincidido

dos clusters de partículas, uno a cada lado de la intercara de unión. Tras la unión, al haber desaparecido la intercara, se han convertido en uno solo. Aunque en este caso no se presentan los problemas derivados de la formación de una interfase intermediario/partícula, la localización de estos clusters atravesando la intercara resulta perjudicial, ya que son puntos de elevada tensión triaxial y actúan como generadores de grietas. En la zona de unión esto resulta especialmente peligroso, ya que de por sí es una zona más débil que el resto del material.



Fig. IV.260 Unión TLP de AA6061/Al₂O₃/10p realizada a 590°C



Fig. IV.261 Agrupación de partículas en la zona de intercara

También se evaluó el efecto del distinto contenido en refuerzo en la soldabilidad TLP. Las figuras IV.262 y IV.263 son micrografias de las uniones realizadas en el material AA6061/Al₂O₃/20p a 580 y 590 °C, respectivamente. Como se puede apreciar, ambas son muy semejantes, al igual que ocurría en el caso anterior y no se aprecian grandes diferencias microestructurales en las uniones realizadas a las dos temperaturas de ensayo. La unión presenta también, en estos casos, una elevada integridad microestructural, no detectándose restos de la intercara original de unión. De nuevo, y como ocurría en el caso anterior, en



Fig. IV.262 Unión de AA 6061/Al₂O₃/10p realizada a 580°C

Fig. IV.263 Unión de AA6061/Al₂O₃/20p realizada a 590°C

IV.- Resultados y discusión

la zona cercana a la intercara se detecta la presencia de precipitados de Si junto con los de Mg_2Si . Estos precipitados aparecen localizados, tanto en el interior de los granos, como en el límite de grano, donde son más gruesos. Otros puntos de precipitación preferente son las interfases matriz/partícula, tal y como se puede observar en la figura IV.264

La diferencia fundamental entre la microestructura de las uniones del material que posee un 10% de alúmina y el que tiene un 20% está originada por el mayor tamaño de partícula que tiene el segundo. Esto hace que sea más frecuente la presencia de clusters de partículas en la zona de unión, como el que se muestra en la figura IV.265.



Fig. IV.264 Precipitación en los límites de grano y en las interfases matriz/partícula



Fig. IV.265 Agrupaciones de partículas en la intercara de soldadura

Tras someter al material compuesto al ciclo de soldadura TLP, éste sufre una gran degradación en sus propiedades mecánicas ya que se solubiliza y posteriormente precipitan y engrosan los precipitados de equilibrio. Para recuperar estas propiedades mecánicas y favorecer la homogeneización a través de la intercara de soldadura se realizó un tratamiento



Fig. IV.266 Efecto del tratamiento térmico

térmico de solubilización y envejecimiento. El efecto sobre la unión del tratamiento térmico se puede apreciar en la figura IV.266.

Se comprueba que se ha logrado la disolución de los precipitados de Mg_2Si , y de Si. Durante el tratamiento de envejecimiento precipita la fase β' semicoherente (Mg_2Si). Como se puede observar en la micrografía, la aplicación de tratamiento térmico no produce ningún tipo de deterioro en la unión por efecto de la oxidación, cuando ésta es de alta calidad

Para evaluar la difusión de los distintos elementos de aleación en la zona de soldadura y su efecto sobre el endurecimiento, una vez realizado el tratamiento térmico postsoldadura, se procedió a realizar curvas de microdureza sobre las uniones, cuyo resultado se muestra en la figura IV.267



Se observa que, debido a la difusión del silicio desde la lámina de intermediario, se produce un ligero aumento de la dureza en la zona cercana a la intercara de soldadura que posteriormente decae hasta alcanzar el valor típico del material base.

IV.3.2.2.- Propiedades mecánicas. Ensayos de cizalladura

Como se ha indicado en el desarrollo experimental, se realizaron ensayos de cizalladura sobre probetas soldadas a solape simple. En la figura IV.268, se encuentran representados los resultados de dichos ensayos. Las probetas se ensayaron en dos condiciones distintas:

en el estado post-soldadura y tras recibir un tratamiento térmico de solubilización y sobreenvejecimiento, para solubilizar todos los precipitados de equilibrio que habian crecido durante el enfriamiento lento posterior y homogeneizar la composición a lo largo de la unión por difusión en estado sólido

Und de las primeras conclusiones que se pueden extraer de estos resultados es que, a pesar de que la microestructura de las uniones es análoga tanto si se realizan a 580 como a 590°C, la resistencia de las uniones soldadas a más alta temperatura son más elevadas. Es decir, que la calidad de la unión lograda es mayor a 590°C para los dos materiales compuestos. Esta tendencia se mantiene tras la aplicación del tratamiento térmico.



Fig. IV.268 Resistencia a cizalladura de las uniones TLP

Los valores de resistencia son más altos cuando se ensayan después de un tratamiento térmico aún cuando éste sea de sobreenvejecimiento, ya que, durante el ciclo térmico de tratamiento, se produce también difusión lo que favorece la homogeneización de la composición. De esta forma, se consigue que la microestructura de la unión sea más similar a la del material base lo que és la situación ideal de cualquier proceso de soldadura.

IV.3.2.3 Estudio de las superficies de rotura

En la figura IV.269, se muestra el aspecto típico de la superficie de rotura de las uniones TLP ensayadas a cizalladura. Se observa que la rotura es fundamentalmente transgranular dúctil. El hecho de que la rotura se produzca a cizalladura hace que la superficie presente unas marcas características producidas por el arrastre a través de la matriz de las partículas de refuerzo. Incluso en algunos casos, al final de estas huellas se pueden encontrar las partículas de alúmina que las han producido. Estas partículas desprendidas suelen dejar huecos en la otra mitad de la unión rota, tal y como se observa en la figura IV.270. Por tanto, la contribución del refuerzo a la resistencia del material en este tipo de uniones es importante.

Este tipo de rotura demuestra que la unión es bastante resistente, ya que la grieta no avanza a través de la intercara sino de las zonas adyacentes. Incluso, en algunos puntos se observa



Fig. IV.269 Aspecto típico de la rotura. Huellas de arrastre y partícula arrastrada



Fig. IV.270 Huellas de partículas arrancadas sobre la superficie de rotura.

el desarrollo de grietas secundarias perpendiculares a la intercara que se adentran en el material compuesto, indicando que en esas zonas la unión es más resistente que el propio material base. En la figura IV.271 se indica la posición de una de estas grietas secundarias, que se ha marcado como A.

En esta misma figura, que corresponde a una unión ensayada sin tratamiento térmico, se puede ver cómo los gruesos precipitados de silicio también participan de manera importante

en la rotura y quedan depositados sobre la superficie de la misma. En las probetas ensayadas tras el tratamiento térmico, la mayoría de estos precipitados de silicio se habían disuelto y, por tanto, no es posible encontrarlos sobre la superficie de rotura.

Sin embargo, en algunas zonas de mala calidad de unión se detectan evidencias de rotura interfacial, producida por la existencia de óxidos en la intercara (Fig. IV.272). Este tipo de rotura aparece principalmente en las probetas ensayadas tras el tratamiento térmico, lo que demuestra la importancia de controlar la atmósfera durante los tratamientos de solubilización y envejecimiento para evitar este tipo de fenómenos de oxidación que degradan la unión especialmente en las zonas de borde ya descritas.





Fig. IV.271 Grieta secundaria y precipitados en la superfície de rotura.

Fig. IV.272 Rotura interfacial

IV.3.2.4.- Conclusiones parciales

- La soldadura por difusión con fase líquida transitoria utilizando como aporte BAlSi4 (AA 4047) de los materiales compuestos con refuerzo de alúmina y matriz de la serie 6XXX proporciona uniones que presentan una microestructura muy se mejante a la del material base, con una alta calidad microestructural.
- Los materiales de aporte empleados en la soldadura fuerte se pueden emplear como intermediarios en la soldadura por difusión con fase líquida transitoria.
- Las ventajas de este proceso, con respecto a la soldadura por difusión en estado sólido cuando se aplica a materiales compuestos son: permite reducir la deformación

Soldadura de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio...

macroscópica resultante, al utilizar presiones más reducidas y favorece la formación de una microestructura muy semejante a la del material compuesto que se está soldando, con lo que se eliminan las zonas débiles que se forman cuando en la soldadura aparece una banda de bajo contenido en refuerzo.

- 4. La aplicación de presión en el proceso es crucial para favorecer la rotura de la capa de alúmina superficial y permitir el mojado y los procesos difusivos desde el intermediario a la matriz del material compuesto y a la inversa. Si por alguna razón la presión aplicada no cs suficientemente elevada (por que se aplique una presión demasiado baja o por que se reparta mal), la soldadura presentará un gran número de defectos.
- 5. Los materiales con distintos porcentajes de refuerzo se comportan de una manera muy similar frente a la soldadura, con la única diferencia de la mayor presencia de refuerzo (y por tanto de clusters) en la zona de intercara.
- El tratamiento térmico postsoldadura permite mejorar la resistencia de las uniones soldadas, al prolongarse durante el mismo los procesos difusivos que homogeneizan la composición en la zona de soldadura.

IV.3.3.- Soldadura fuerte (AA6061/Al₂O₃/XXp y AA7005/Al₂O₃/10p)

El estudio de la soldadura fuerte de las dos aleaciones 6061 reforzadas con un 10 y un 20 % de partículas de alúmina se realizó de forma conjunta y utilizando las mismas condiciones de ensayo que las empleadas para la aleación 7005 con un 10 % del mismo tipo de refuerzo. Este estudio pretendía evaluar la influencia no sólo de la presencia y % de refuerzo en la soldabilidad fuerte de este tipo de materiales sino también conocer el papel que juega la composición de la matriz.

IV.3.3.1. - Selección y caracterización del material de aporte

IV.3.3.1.1.- Ensayos de ATD

La selección de materiales de aporte para soldadura fuerte de los MMC estudiados en este apartado, se realizó entre varios de los recomendados para la soldadura fuerte de aleaciones no reforzadas de aluminio cuyas composiciones vienen recogidas en la Tabla III.10. Como ya se ha indicado en capítulos anteriores los criterios aplicados para la selección de los materiales de aporte son fundamentalmente dos: la compatibilidad en cuanto a composición química y las temperaturas de fusión. La temperatura de fusión del aporte no puede ser superior a los puntos de fusión incipiente de la matriz del material base. En este caso, los puntos de fusión incipiente para las aleaciones matriz AA6061 y AA 7005 son 582 °C y 604 °C (226), por lo que es posible utilizar aportes de superior punto de fusión a los empleados en la soldadura fuerte de AA 2014/SiC/XXp.

Para establecer de forma precisa el intervalo de fusión de cada uno de los materiales de aporte preseleccionados se realizaron ensayos de ATD, a partir de los cuales se determinaron las temperaturas de principio y fin del cambio de fase. Los registros de ATD obtenidos para cada uno de los aportes se muestran en las figuras IV.273 a IV.276, en las que se han señalado las temperaturas calculadas. En la tabla IV.23 se han resumido los resultados obtenidos.



Tabla IV.23. Intervalos de fusión de los materiales de aporte comerciales elegidos.

Aporte comercial	T ^a inicial (°C)	T ^a final (°C) 612		
2561	557			
AA 4047 (AWS BAISi4)	563	617		
X-Ergón 242	588	645		
Alubond 243	593	640		

A partir de estos resultados, se escogió el aporte comercial AA4047 (AWS-BAISi4). Este material aunque presenta una temperatura de liquidus ligeramente superior a los puntos de fusión incipientes de los materiales compuestos estudiados, se encuentra casi totalmente fundido por debajo de los 582°C (punto de fusión incipiente de la aleación AA6061/Al₂O₃/XXp). El aporte 2561 tiene también una temperatura de solidus a la del material base, lo que le haría igualmente aceptable para su utilización en la soldadura, pero

contiene cobre que como hemos visto favorece los procesos de penetración intergranular, por lo que fue rechazado.

Los otros dos aportes presentan intervalos de fusión muy amplios y temperaturas de solidus y liquidus muy superiores a las de fusión incipiente de las matrices de los materiales compuestos. En las gráficas de ATD obtenidas para estos dos aporte se observa la presencia de dos picos. El de más baja temperatura es debido a la fusión incipiente de fases ternarias de bajo punto de fusión, y el segundo corresponde a la fusión completa del material. Por eso son las temperaturas marcadas por este segundo pico, las que se han señalado como intervalo de temperatura de fusión.

Cuando se trata de seleccionar un aporte para la soldadura fuerte, un intervalo de fusión amplio supone una menor fluidez del aporte durante un mayor rango de temperaturas ya que cuando la temperatura de soldadura está comprendida entre la de solidus y liquidus coexisten la fase sólida y la fase líquida. Esto reduce la mojabilidad y la extensión del aporte al aumentar su viscosidad, obteniéndose como resultado una soldadura de peor calidad. Además, temperaturas de solidus y liquidus muy distantes entre sí favorecen la aparición de fenómenos de segregación dentro del aporte.

Esta fue otra de las razones de la elección del aporte **BAISi-4 (AA 4047).** De todos los aportes preseleccionados es el que posee menor intervalo de fusión. Este reducido intervalo de fusión se debe a que posee una composición próxima a la del eutéctico Al-Si.

IV.3.3.1.2.- Microestructura del material de aporte BAlSi-4 (AA4047)

Según se indicó en el desarrollo experimental el aporte BAlSi-4 (AA4047) posee una composición (Al-12%Si), muy próxima a la del eutéctico (Al-12,6%Si). En la figura III.3 se muestra el diagrama de fases correspondiente a esta aleación



Fig. IV.277 Dendritas en el aporte BAlSi-4 (X125)

<u>374</u>

Fig. IV.278 Detalle

Al igual que se hizo con los aportes utilizados para la soldadura de los materiales AA2014/SiC/XXp, para poder comparar la microestructura del aporte con la resultante de los ensayos de mojabilidad, se realizó un ensayo de gota sobre una superficie en la que el mojado era prácticamente nulo (alúmina) y se estudió la microestructura resultante. Como se puede ver en la figura IV.277, la microestructura de este material está constituida por el agregado eutéctico, que es el constituyente mayoritario con la presencia de dendritas de fase α primaria (solución sólida de Si en Al). La observación a mayores aumentos del agregado eutéctico (Fig. IV.278) permite comprobar que está constituido por una matriz continua de fase α , rica en aluminio, en la que se encuentra distribuido el silicio, que posee morfología acicular.

IV.3.3.2.- Ensayos en horno

IV.3.3.2.1.- Ensayos de gota (mojabilidad)

En las figuras IV.279 y IV.280 se muestran las macrografías de los ensayos de gota realizados sobre los tres materiales compuestos (AA 6061/Al₂O₃/10p, AA 6061/Al₂O₃/20p y AA 7005/Al₂O₃/10p) a 580 °C junto con los cortes transversales de los mismos. A partir de estos ensayos se calcularon los valores de ángulo de mojabilidad (α), área de mojado (A_w) e índice de mojabilidad (WI), como se definió en el apartado correspondiente del desarrollo experimental de esta memoria. Los valores obtenidos en cada uno de los ensayos realizados a las distintas temperaturas se exponen en la tabla IV.24

Parámetro	Material	Temperatura (°C)					
		550°C	570°C	580°C	590°C	625°C	
Ángulo de mojado (α)	6061/Al ₂ O ₃ /10p	-	48	7,5	3	<0	
	6061/Al ₂ O ₃ /20p	-	90	14,5	10	<0	
	7005/Al ₂ O ₃ /10p		18	7	0,2	<0	
		550°C	570°C	580°C	590°C	625°C	
Área de mojado (mm²)	6061/Al ₂ O ₃ /10p	8	13,2	78,5	113,1	225	
	6061/Al ₂ O ₃ /20p	8	8	38,5	50,3	225	
	7005/Al ₂ O ₃ /10p	8	44,2	95,0	176,5	225	
		550°C	570°C	580°C	590°C	625°C	
Indice de	6061/Al ₂ O ₃ /10p	-	8,83	77,8	112,9	_	
mojabilidad	6061/Al ₂ O ₃ /20p		0	37,3	49,5	-	
(WI)	7005/Al ₂ O ₃ /10p	-	42,0	94,3	176,5	+	
		550°C	570°C	580°C	590°C	625°C	
Indice de	6061/Al ₂ O ₃ /10p	1	1,65	9,8	14,1	28	
extensión de la	6061/Al ₂ O ₃ /20p	1	1	4,8	6,3	28	
gota (S _r)	7005/Al ₂ O ₃ /10p	1	5,5	11,9	22,1	28	

Tabla 1V.24 Parámetros de mojabilidad calculados a diferentes temperaturas



Fig. IV.280 Macrografías de los ensayos de gota realizados a 580 °C. a) $AA6061/Al_2O_3/10p$, b) $AA6061/Al_2O_3/20p$, c) $AA7005/Al_2O_3/10p$



Fig. IV.279 Cortes tranversales de las gotas de la figura anterior

Para visualizar mejor cuál es la evolución de la mojabilidad en función de la temperatura, los valores de estas tablas se han representado en la figura IV.282.

Como dato general, puede señalarse que la mojabilidad, medida por cualquiera de los parámetros que se han calculado aumenta conforme se incrementa la temperatura de mojado. Para temperaturas inferiores a 570°C, el aporte no se encuentra suficientemente fundido y es demasiado viscoso, por lo que no llega a mojar al material base; y para temperaturas superiores a 590°C el ángulo de mojado es menor de cero como ocurre a 625°C. Esto último se debe a que a esta temperatura nos encontramos por encima de la temperatura de fusión incipiente de las dos aleaciones matriz de los materiales compuestos ensayados. Se produce entonces fusión parcial de los mismos y el material de aporte penetra por capilaridad hacia el material base. Este fenómeno de erosión, que se muestra en la figura IV.281, es parecido al que aparecía en los materiales compuestos AA2014/SiC/XXp, aunque en este caso se produce fundamentalmente al superarse la temperatura de fusión del material base.



Fig. IV.281 Erosión

La mejora del mojado con la temperatura de ensayo se puede atribuir al aumento de fluidez que experimenta el material de aporte semifundido, al disminuir el porcentaje de fase sólida y aumentar el de fase líquida.

Aunque en soldadura fuerte es necesario que se produzca mojado y en la mayoría de los casos se requieren ángulos menores de 20 °C (251), sin embargo no es recomendable que la extensión del aporte sea excesivamente elevada ya que esto puede ser perjudicial para el



 \mathbf{r}

Fig. IV.282 Parámetros de mojado, a) Ángulo, b) Área, c) Índice de mojabilidad (WI), d) Índice de extensión de la gota (Sr)

llenado de las juntas, provocando porosidad o que el aporte se deposite en zonas que no son las de soldadura. En este tipo de materiales es necesario alcanzar temperaturas del orden de 580°C para obtener valores de mojabilidad aceptables en un proceso de soldadura. Pero temperaturas demasiado elevadas tampoco son recomendables ya que aumenta demasiado la extensión de la gota y se producen fenómenos de erosión.

Se observa que el mojado del aporte fundido sobre los materiales reforzados con alúmina es mayor que sobre los reforzados con SiC. Hay que tener en cuenta que el ángulo de contacto que forma un metal líquido sobre un substrato cerámico aumenta conforme crece la ionicidad del cerámico. Los carburos tienen una ionicidad muy baja a diferencia de otros cerámicos como son los óxidos. Mientras el SiC es fundamentalmente covalente (la ionicidad del SiC es sólo del 12%), la alúmina tiene una ionicidad del 63% (251); sin embargo, las diferencias de mojado entre óxidos y carburos son menores cuando se trabaja con aleaciones de bajo punto de fusión (Pb, Sn, Zn, etc.).

Comparando los dos materiales compuestos con matriz de la serie 6XXX se observa que el aumento en el porcentaje de refuerzo aumenta el ángulo de mojado, para las mismas condiciones de temperatura. Este comportamiento es aún más evidente a baja temperatura como se puede observar en los valores del ángulo de contacto. Al igual que ocurría en el caso de los materiales AA2014/SiC/XXp el aumento del porcentaje de refuerzo supone un aumento del área superficial ocupada por cerámico. Dado que los cerámicos presentan una baja energía superficial ($\gamma_{Al_2O_3} = 0,892$ y $\gamma_{Al} = 1,160$ J/m²)(253), se justifica plenamente la disminución de la mojabilidad con el aumento del porcentaje de alúmina. Además, la presencia de un mayor número de partículas cerámicas disminuye también la extensión del aporte fundido, sobre todo en el intervalo de temperatura 580-590°C.

En cuanto al área de mojado, ésta es inversamente proporcional al ángulo. Al aumentar la temperatura, el área de mojado es cada vez mayor. Una tendencia similar aparece en los valores de los índices de mojabilidad y de extensión de la gota.

Respecto al caso concreto del material AA7005/Al₂O₃/10p se puede señalar que al igual que ocurre con los materiales de matriz AA6061, la mojabilidad aumenta conforme aumenta la temperatura de mojado. Para temperaturas inferiores a los 570°C el aporte aún no ha

fundido. Por encima de los 570°C, se aprecia un fuerte aumento de la mojabilidad con la temperatura hasta 590°C. A esta temperatura, el ángulo de contacto ya es solamente de 2°, es decir que el aporte tiende a extenderse sobre la superficie del sustrato formando una capa muy fina. A partir de aquí, el ángulo sigue disminuyendo hasta hacerse menor que cero debido a que aparecen fenómenos de penetración del aporte y de erosión del material base. Los valores de área de mojado son inversos a los de ángulo y evolucionan con la misma tendencia.

Se observa que, en comparación con los valores obtenido para el ensayo de gota de los materiales AA $6061/Al_2O_3/XXp$, el empleo de una matriz de la serie 7xxx facilita el proceso de mojado, alcanzándose valores de α aceptables a temperaturas menores que en el caso anterior. Esta mejora del comportamiento en cuanto al mojado del aporte está causada por la difusión del Zn desde la matriz del material compuesto, como se deduce de los estudios analíticos realizados sobre las gotas solidificadas, que se expondrán más adelante.

Por encima de 590°C, se aprecia un importante efecto de erosión por fusión del material base y penetración del aporte, producido por la difusión de elementos de aleación al material de aporte (principalmente Si), lo que disminuye el punto de fusión de la matriz del MMC. El Zn, que facilita el mojado también puede favorecer una aceleración de estos fenómenos de erosión. Por ello, la temperatura de soldadura utilizada para este material debe ser inferior, del orden de 580-590°C. A estas temperaturas tanto la mojabilidad como el índice de extensión de la gota son suficientemente altos.

IV.3.3.2.1.1.- Estudio de la microestructura de los ensayos de gota

Una vez realizados los ensayos de gota, se procedió al estudio de las microestructuras generadas encontrado que existen importantes variaciones en la generación del baño fundido en función, no sólo de la temperatura de suelda, sino también de las características (porcentaje en refuerzo y tipo de matriz) del material compuesto soldado.

La microestructura resultante de los ensayos de gota es muy semejante a la observada por Han et al. (240)(254) en materiales compuestos de matriz Al-Si (A356) fabricados por colada. Según estos autores la presencia de refuerzo produce una disminución de tamaño de las células primarias de aluminio y cambia la morfología del silicio acicular haciéndola más redondeada con respecto a lo que es típico de la aleación matriz sin reforzar. La causa de este comportamiento se puede encontrar en el mayor número de lugares de nucleación existentes en el material durante la solidificación, ya que el refuerzo actúa como punto de nucleación heterogénea. La fase silicio tiende a nuclear sobre las partículas de refuerzo y en estas zonas se encuentran muchas dislocaciones y faltas de apilamiento. Las partículas de refuerzo, que en el caso que del que se está hablando eran de SiC, se segregan en la fase eutéctica durante la solidificación.

Estos autores encontraron que la interfase SiC/Si frecuentemente contenía microgrietas que demuestran la existencia de una unión débil entre las dos fases. La fractura se inicia en parte en estas microgrietas lo que perjudica las propiedades mecánicas. Otro punto de iniciación de la fractura se situaba en los clusters de partículas formadas en el eutéctico. Otros hechos de interés que encontraron son:

- Se produce enriquecimiento en Si en las cercanías del SiC y en Mg en la interfase Al/SiC. Esto disminuye la concentración de ambos elementos en el interior de los granos y reduce la cinética de precipitación durante el tratamiento térmico.
- En la superficie de fractura se encuentran partículas rotas y grietas iniciadas en la intercara. El mecanismo es complejo. Se produce rotura interfacial y formación de huecos en la interfase matriz-partícula. Cuando la grieta principal se propaga se forman microhuecos por descohesión interfacial que se llegan a interconectar y avanza por ellos la grieta. La descohesión interfacial se observa más frecuentemente en los clusters de partículas.

La similitud de esta estructura con la resultante de la soldadura fuerte de los materiales compuestos que se está tratando, recomienda tener en cuanta estos datos a la hora de analizar los resultados obtenidos.

A) Microestructura de los ensayos de gota del material AA6061/Al₂O₃/10p

En las figuras IV.283 y IV.284, se aprecia la microestructura que presenta el baño fundido generado sobre este material en un ensayo de mojabilidad realizado a 580°C. Como se puede observar está constituida principalmente por fase primaria rica en aluminio, con estructura celular, alrededor de la cual se encuentra situado el agregado eutéctico constituido por una matriz de aluminio y agujas de silicio. El constituyente eutéctico es más abundante en la parte superior de la gota.



Fig. IV.284 Microestructura deuna gota formada a 580°C (X125)

Fig. IV.283 Detalle de la fase primaria de estrettuara celular y de eutéctico.

Si comparamos esta microestructura con la que tenía el aporte con su composición original (12% Si) se demuestra que dicho baño ha experimentado un importante enriquecimiento

en aluminio. En este caso, esto sólo puede deberse a que parte del material base se ha fundido y se ha diluido en el material de aporte.

En el baño fundido se encuentra una apreciable cantidad de partículas de refuerzo, procedentes del material base. La presencia de estas partículas prueba que ha existido fusión parcial del material base que se ha incorporado al baño. Esto no excluye que parte del aluminio haya pasado al baño por difusión durante la etapa de calentamiento.

Las partículas presentes en el baño son las responsables de la estructura celular de la fase primaria, ya que evitan el crecimiento de dendritas. La nucleación heterogénea se ve más favorecida al coexistir partículas sólidas (refuerzo) en el seno del baño fundido. Las partículas se encuentran segregadas en el eutéctico (Fig. IV.285), es decir se acumulan en al última porción que solidifica y actúan como punto de nucleación preferente para la fase acículas de silicio. En la figura IV.286 se puede ve como algunas agujas de silicio crecen a partír de las partículas de alúmina.



Fig. IV.286 Partículas segregadas en el cutéctico



Fig. IV.285 Agujas de silicio ereciendo a partir del refuerzo de alúmina

Si se considera la distribución de fases en la gota se pude ver que no es homogénea, siendo más abundante la fase primaria α en las proximidades de la interfase con el material compuesto. La distribución de las partículas en el baño también varía de forma que aumenta su proporción en las cercanías de la intercara de mojado. Esto se debe a que el aluminio se va disolviendo en el baño desde el material compuesto que es también la fuente de las

partículas y al no existir corrientes convectivas en la gota, la homogeneización de la misma es lenta.

El aspecto típico de la intercara de mojado se muestra en la figura IV.287. Presenta un elevado grado de continuidad y se encuentra libre de poros. Se puede observar cómo el aporte ha penetrado a través de los límites de grano del material compuesto por capilaridad, quedando las partículas en el interior de las zonas que no han fundido, que presentan un aspecto celular (Fig. IV.288).



Fig. IV.287 Intercara de mojado

Tanto el enriquecimiento en aluminio del



Fig. IV.288 Penetración a través de los límites de grano

baño como la penetración del aporte hacia el material base se deben a la difusión del silicio desde la gota hacia el material compuesto. Este proceso, que comienza durante el calentamiento hasta la temperatura de ensayo, se inicia por la interdifusión existente entre los dos sólidos, el material compuesto y la aleación de aporte, puestos en contacto y calentados. Cuando se alcanza la temperatura de soldadura y funde el aporte la difusión pasa a ser líquido/sólido y comienza la penetración del aporte a través de los límites de grano del material base. En el caso de los ensayos de gota esta penetración está favorecida por el prologado tiempo de mantenimiento a la temperatura de soldadura empleado (10 min).

Además, en este caso, la penetración del silicio está acelerada por la presencia en la matriz del material compuestos de elementos aleantes como Mg y Cu que favorecen los fenómenos de penetración intergranular cuando se encuentran presentes en las aleaciones de aluminio (251), como la que constituye la matriz de este material compuesto.

La disolución del material base en el aporte fundido reduce su mojabilidad ya que incrementa la proporción de fase sólida presente en la gota, tanto por la existencia de fase primaria como por la presencia de partículas de alúmina en el fundido. Como ya se ha indicado la presencia de fase sólida aumenta la viscosidad y, por tanto, disminuye la mojabilidad.

Por fin, si se estudia el material base en una zona ligeramente alejada de la intercara de mojado se aprecia que no ha sufrido alteración (Fig. 1V.289), excepto por la precipitación de las fases de equilibrio durante el enfriamiento desde la temperatura de soldadura.



Fig. IV.289 Material compuesto si alterar

A 590°C se observa una microestructura muy semejante aunque se puede detectar un ligero, a aumento de la proporción de fase primaria, como muestra la figura IV.290. Esto indica que ha aumentado la concentración de aluminio en el baño ya que el fenómeno de disolución del material base se favorece con la temperatura.



Fig. IV.290 Microestructura de la gota obtenida a 590°C

En el caso mostrado en la figura IV.290, puesto que el bandeado del refuerzo se dispuso en dirección perpendicular a la superficie de mojado, se puede observar el efecto que tiene sobre la microestructura la distribución de la alúmina en el material base. En la intercara, la penetración resulta más favorable por las zonas de alto contenido de refuerzo. En las zonas de más bajo porcentaje, la aleación queda sin alterar y es donde nuclea la fase primaria.

A 570°C, aunque sigue existiendo enriquecimiento en aluminio en la zona adyacente a la intercara de mojado, la disolución del material base se ha producido en mucha menor extensión y la parte superior de la gota presenta un microestructura totalmente eutéctica, muy semejante a la del aporte original. Es decir, se confirma la dependencia de la penetración con la temperatura.



Fig. IV.291 Microestructura de la gota realizada a 570°C

Fig. IV.292 Microestructura eutéctica en la gota

B) Microestructura del ensayo de gota del material AA6061/Al₂O₃/20p

Las microestructuras observadas en este material son muy semejantes a las que presentan las gotas solidificadas sobre AA $6061/Al_2O_3/10p$, ya que la aleación matriz de los dos materiales compuestos es la misma. Sin embargo, la presencia de un mayor porcentaje de refuerzo provoca ciertas alteraciones importantes en los baños.

En la figura IV.293 se muestra la microestructura típica de la gota formada a 580°C. Se aprecia una estructura celular de la fase primaria como en el material anterior a la misma temperatura, pero la diferencia está en que esas células que se forman tienen un tamaño más



Fig. IV.294 Enriquecimiento en aluminio



Fig. IV.295 Enrriquecimiento en Si en la superficie de la partícula

reducido, debido al aumento de tamaño de las partículas de refuerzo del MMC y, por tanto, al aumento de la superficie de nucleación heterogénea. Esto limita el tamaño final de las células primarias de aluminio (figura IV.294). Por otro lado, este aumento del porcentaje volumétrico en partículas en el baño dificulta, como ya se ha comentado, la mojabilidad del aporte sobre el material base cuando se incorporan a éste, al reducir su fluidez. La disminución de la cantidad de eutéctico y el mayor tamaño de las partículas inhiben también el crecimiento de las acículas de silicio en el agregado eutéctico. En las imágenes de electrones retrodifundidos (Fig. IV:295) de las zonas de eutéctico que contienen partículas muestra una posible interacción química entre las partículas de alúmina y el líquido de composición eutéctica que produce un enriquecimiento de Si en la superficie de la partícula.

Se observa que el enriquecimiento en aluminio del baño ha sido mayor en este caso, comparado con la gota estudiada a la mima temperatura en el material AA 6061/Al₂O₃/10p. Esto es debido al menor tamaño de grano que tiene este material, lo que favorece los procesos difusivos. Además el aumento de la proporción de interfases matriz-partícula que como se ha visto también actúan como caminos preferentes de difusión, favorece asimismo la difusión del silicio.

Como en el caso anterior, puesto que se trata de la misma matriz, la penetración producida por la difusión de silicio se ve favorecida por la presencia del cobre y del magnesio. Estos dos elementos difunden desde el material compuesto al baño y el silicio sigue el camino contrario, a través de los límites de grano. Este enriquecimiento en elementos que forma eutécticos de bajo punto de fusión favorece la fusión parcial de estos límites de grano, produciendo la penetración.

C) Microestructura del ensayo de gota del material AA 7005/Al₂O₃/10p

La microestructura de las gotas fundidas y solidificadas sobre la chapa de $7005/Al_2O_3/10p$ presenta importantes diferencias microestructurales, con las ya discutidas para materiales de la serie 6xxx. Estas diferencias explican la mayor mojabilidad que tiene el aporte sobre este material en comparación con los de matriz AA 6061.

En primer lugar, en todos los ensayos se aprecia una menor cantidad de fase primaria en el baño como se desprende de la micrografia incluida en la figura IV.296 que muestra la microestructura de una gota realizada a 580 °C. Esta está formada mayoritariamente por agregado eutéctico con una pequeña proporción de fase primaria que aparece en forma de dendritas. La mayoría de estas dendritas nuclean sobre la superficie del material compuesto.



Fig. IV.296 microestructura de la gota formada sobre AA 7005/Al₂O₃/10p a 580 °C

Fig. IV.297 Partículas en el baño (X125)

La proporción de partículas de refuerzo en el baño fundido es también mucho más reducida y se encuentran próximas a la intercara material de aporte/MMC (Fig. IV.297). Por eso no impiden el crecimiento de la fase primaria en forma dendrítica, ya que se ve más favorecido, en este caso, el crecimiento que la nucleación. No obstante, como muestra la figura, en aquellas zonas donde existe mayor cantidad de refuerzo, la fase primaria adquiere cierta morfología celular, desapareciendo ésta y favoreciéndose el crecimiento dendrítico en aquellas en las que prácticamente no existe refuerzo.

La elevada mojabilidad y la mejor extensión de la gota en este material se pueden explicar por la difusión de Zn desde al material base al líquido, lo que reduce su punto de fusión y acerca la composición del aporte fundido a la del eutéctico. Esto reduce la viscosidad del fundido y por tanto mejora la extensión de la gota. Puesto que la difusión del Zn no es un fenómeno local, sino que ocurre en toda la superficie, no se produce fusión parcial en límite de grano. Los análisis de EDS realizados sobre las dendritas nucleadas sobre las superficies

388

del material compuesto muestran un aumento de la concentración de Zn cercano a un 2% en peso (Fig. IV.298).



La penetración del eutéctico a través de los límites de grano por capilaridad hacia el material base, está también muy limitada. En las imágenes tomadas en la intercara de mojado (Fig. IV.299 y IV.300) se observa cómo esta penetración se encuentra muy desfavorecida sobre todo cuando se encuentran presentes partículas de alúmina. Otros factores que afectan al distinto comportamiento frente a la penetración son el reducido contenido en cobre de la matriz de este material compuesto (0,002%) y el contenido en Mn (0,40%). Estudios realizados por otros autores (251) muestran que la penetración intergranular, cuando se produce en la soldadura fuerte de aleaciones de aluminio sin reforzar, se detiene en presencia de fases muy estables precipitadas en los límites de grano. La presencia de Mn inhibe la penetración, posiblemente debido a la formación de precipitados estables ricos en $Mn (MnAl_6)$.



Fig. IV.299 Fin de la penetración

Fig. IV.300 Detalle

Los microanálisis de EDS (Fig. IV.301) realizados en las regiones donde acaba la penetración han detectado concentraciones en manganeso mayores de un 0,6%, mucho más elevadas que en el resto de la aleación matriz. También se detectó la presencia de partículas ricas en hierro al final de los límites de grano por los cuales ha existido penetración, que también parecen restringirla.



Fig. IV.301 Análisis de la zona señalada en la figura anterior

La reducción de la temperatura de mojado (570°C) origina, fundamentalmente, una reducción de homogeneidad en el baño (Figura IV.302), ya que se aprecian zonas en las que existe una mayor cantidad de refuerzo y donde la proporción de fase primaria es elevada, apareciendo ésta con estructura celular. Esto puede estar originado por haber sido una zona donde la penetración de Si a través del MMC ha sido mayor y, por tanto, donde la disolución del material base también lo ha sido. Por el contrario, existen otras zonas, en



Fig. IV.302 Detalle

las que el refuerzo aparece en menor cantidad al igual que la fase primaria debido a una menor disolución del material base. En dichas zonas la fase α primaria posee fundamentalmente una estructura dendrítica, siendo el baño prácticamente eutéctico.

Para este tipo de material el aumento de temperatura de mojado a valores \geq 590°C, produce una importante disolución entre aporte y MMC, de forma que el aporte penetra casi en su totalidad en la matriz con lo que no se obtiene gota ($\alpha \leq 0^{\circ}$).

IV.3.3.2.2.- Ensayos en T

La realización de los ensayos de soldadura fuerte en probetas con forma de "T" permitieron no sólo obtener información adicional sobre la microestructura de las uniones, sino además conocer la capacidad de aporte para penetrar en una junta. Hay que considerar, para poder comparar los resultados con los ensayos previos de gota, que se utilizaron tiempos de ensayo más cortos (2-5 min). Las razones que motivaron el limitar los tiempos de soldadura fuerte fueron dos:

- Simular un ciclo real de soldadura fuerte, proceso donde los tiempos empleados en aplicaciones reales son generalmente menores que los que se habían utilizado para los ensayos de mojabilidad.
- Evitar, en la medida de lo posible, las reacciones químicas entre el aporte y la matriz del material compuesto, responsables de los fenómenos de penetración y de fusión parcial ya comentados.

En general, se puede decir que la penetración en las juntas fue aceptable para las dos aleaciones que poseen sólo un 10% de refuerzo, mientras que en el caso del material más reforzado (AA 6061/Al₂O₃/20p) el llenado de la junta fue defectuoso.

La figura IV.303 presenta una macrografia de la junta en T obtenida sobre el material $AA6061/Al_2O_3/10p$. Como se puede ver, a pesar de que se utilizó una distancia de junta muy estrecha (<0,1mm), apenas existe porosidad y el llenado en la zona interior de la junta es prácticamente total (Fig. IV.304). No obstante, existen algunos defectos (porosidad) originados por falta de penetración del aporte fundido en la zona central de la junta.



Fig. IV.303 Ensayo en T sobre AA6061/Al₂O₃/10p (X50)



Fig. IV.304 Penetración en junta (X125)

La microestructura es ligeramente distinta en la zona externa del aporte y en el interior de la junta. En la zona externa, el aporte posee una microestructura fundamentalmente eutéctica (finas agujas de Si), aunque existe en el baño algo de fase primaria (Al), que es más abundante cerca de la intercara material de aporte/MMC donde nuclea (Figura IV.305). Dichos agregados poseen una morfología fundamentalmente dendrítica; y tal y como se observó ya en uniones realizadas sobre aleaciones de la serie 2XXX reforzadas con SiCp, los que se han generado sobre la superficie que permaneció horizontal durante el ensayo son de mayor tamaño que los de la superficie vertical.

Como se aprecia en las microestructuras anteriores la reducción del tiempo de mojado ha limitado tanto la penetración del aporte en el material base como la dilución de aluminio en el baño. Además la proporción de partículas de refuerzo presentes en este último es mucho menor en este caso, si se compara con los ensayos de gota. Todo esto está causado por la disminución de la penetración de silicio en el material compuesto, ya que es un proceso controlado por la difusión que depende, entre otros parámetros, del tiempo. A altos aumentos, se observa que la intercara de mojado posee una excelente continuidad (Fig. IV.306 a) y que la proporción de microporos es muy reducida. Al no existir apenas partículas sólidas en el baño, las agujas de silicio del eutéctico se encuentran bastante desarrolladas (Fig. IV.306 b).



Fig. IV.305 Zona externa del aporte (X125)



Fig. IV.306 Detalle. a) Crecimiento de dendritas, b) Eutéctico.

El estudio del baño que penetra en la junta (Fig. IV.307 y IV.308) muestra un mayor enriquecimiento en fase primaria de aluminio que nuclea sobre ambas superficies de mojado, aunque siguen sin observarse signos de penetración intergranular hacia el material base. La intercara aquí también es continua, de alta integridad y se encuentra libre de poros.



Fig. IV.308 Microestructura de la junta

Fig. IV.307 Detalle

La suelda en T del material de la serie 6xxx reforzado con un 20% en volumen se caracteriza por su menor calidad, debido a la mala mojabilidad que tiene este material por el aporte fundido. El llenado de la junta es limitado y se encuentra excesiva porosidad e incluso restos de flux atrapado. El estudio de la microestructura de la junta de soldadura muestra la escasa penetración del aporte, lo se pone de manifiesto por la excesiva porosidad

que se genera en el espacio comprendido entre las dos chapas (figura IV.309). Dicha porosidad es consecuencia de la escasez de aporte fundido que penetra por capilaridad dentro de la junta.



Fig. IV.309 AA6061/Al₂O₃/20p (X125)



Fig. IV.310 Detalle (X312)

Este deficiente comportamiento se intentó corregir, en la medida de lo posible, con el aumento de temperatura de soldadura por encima de los 600°C. Sin embargo, eso produjo el aumento del porcentaje de agregado primario con estructura celular en el baño fundido debido a la disolución del aluminio base en él y, además, incrementó el número de partículas de alúmina en los espacios intercelulares (figura IV.310). Ambos efectos originan un aumento de la viscosidad en el aporte fundido, por lo que el efecto obtenido es el contrario del deseado.



Fig. IV.312 Ensayo en T realizado sobre AA7005/Al₂O₃/10p



Fig. IV.311 Detalle de la pororsidad (X125)

En el caso de la aleación $AA7005/Al_2O_3/10p$ la penetración en la junta también es correcta debido a su mejor mojabilidad (Fig. IV.311), aunque, en este caso, y debido que se ha utilizado una separación entre chapas muy estrecha, se retiene algo de porosidad en la zona central (Fig. IV.312).

La unión en T del material 7005/10p presenta grandes analogías con su homólogo en porcentaje de refuerzo con matriz AA 6061. La estructura del baño fundido en la zona del aporte externo es prácticamente eutéctica (Fig. IV.313), con algo de fase primaria (Al) que posee estructura claramente dendrítica. Esta fase no nuclea sobre la intercara de mojado sino que se encuentra distribuida por todo el baño. Sin embargo, sí que se aprecia que en la interfase aporte/material compuesto ha nucleado la fase primaria creciendo en forma de una fina capa casi continua. Se observa también la incorporación de partículas de refuerzo al baño fundido, que quedan cerca de la intercara material de aporte/MMC. La penetración por capilaridad hacia el material base, como en los casos anteriores, no está tampoco muy favorecida. La figura IV.314 muestra la línea de fusión anterior a mayores aumentos, apreciándose la escasa penetración hacia el material base y la ausencia total de porosidad interfacial. En cuanto al interior de la junta se observa, como anteriormente, un incremento del porcentaje de fase primaria formada y su nucleación en ambas intercaras de mojado.



Fig. IV.313 Microestructura del aporte externo. (X125)



Fig. IV.314 Detalle de la intercara de mojado

IV.3.3.2.2.1.-Tratamientos térmicos postsoldadura. Microdureza

Durante el análisis de las intercaras formadas en las uniones soldadas en T, se observó que los cristales de silicio eutéctico formados en el baño fundido, poseen una morfología acicular muy desarrollada. Esto puede aumentar los puntos de concentración de tensión y, por tanto, reduce la tenacidad y resistencia del material.

Por ello se decidió aplicar un tratamiento térmico de postsoldadura para modificar la estructura del aporte y, en particular, la del eutéctico Al-Si, para mejorar las propiedades de la unión. Con la aplicación del tratamiento de globulización permite al Si eutéctico adoptar la forma de máxima estabilidad (esférica), y ádemás se favorece la homogeneización y la eliminación de discontinuidades residuales en la junta por difusión en estado sólido.

La figura IV.315 correspondiente al material $AA6061/Al_2O_3/10p$ muestra la variación de forma que ha sufrido el eutéctico después del tratamiento. Se observa que el silicio eutéctico ha perdido su forma acicular característica, apareciendo ahora con una forma más redondeada y menos alargada. La esferoidización del agregado eutéctico, se inicia a partir de la disolución de silicio a partir de las zonas de mayor energía de las agujas, lo que produce su fragmentación.



Fig. IV.315 Detalle de la esferoidización

Fig. IV.316 Homogeneización de la junta

El alto grado de homogeneización alcanzado después del tratamiento térmico en la intercara de unión aporte/MMC hace que no sea posible distinguir la existencia de la línea original de soldadura (Fig. IV.316).



Fig. IV.317 Porosidad (X125)

En el caso del material de mayor porcentaje en refuerzo (AA6061/Al₂O₃/20p), también se logró la esferoidización del mícroconstituyente eutéctico, incluso en aquellas zonas del interior de la junta donde la penetración fue escasa (Fig. IV.317 y IV. 318). En estas zonas la proporción de fase primaria era muy elevada y, por tanto, el silicio esferoidizado se sitúa junta a las partículas de refuerzo en los límites de grano de la fase primaria (Fig. IV.319)



Fig. IV.319 Acumulación de silicio en los límites de las células primarias

Por el contrario, el material AA 7005/Al₂O₃/10p, la fase primaria del baño fundido conserva su estructura dendrítica como antes del tratamiento, mortificándose solamente la forma del agregado eutéctico (Fig. IV.320). Al igual que en los casos anteriores, la esferoidización está bastante acentuada (Fig. IV.321) alcanzándose un elevado grado de homogeneización




Fig. IV.320 Esferoidización del Si

en la intercara de unión (Fig. IV.322 y IV. 323). En esta última micrografía se hace evidente la eliminación de todo tipo de defectos interfaciales por efecto de la difusión.

Debido a que la temperatura de solubilización de la aleación $AA7005/Al_2O_3/10p$ es inferior a la temperatura utilizada en la globulización se produce además la disolución de las fases de equilibrio (MgZn₂) que crecerán posteriormente en forma de gruesos precipitados durante el enfriamiento lento en el horno que seguirá al ensayo de soldadura.

Aunque las probetas, no se templaron después de este tratamiento térmico, esto no es necesario para mantener los elementos de aleación en disolución en el caso de este material. Basta con sacar la aleación del horno a la temperatura de tratamiento una vez acabado el tratamiento y dejarlo enfriar, ya que esta aleación templa al aire. Como se puede ver en la figura IV.323, la matriz del material compuesto se encuentra libre de precipitados debido a estas circunstancias.



Fig. IV.322 Homogeneización de la intercara

Fig. IV.323 Ausencia de defectos

398

Para evaluar el efecto del tratamiento térmico en las propiedades mecánicas de la junta se realizaron ensayos de microdureza, según se indicó en el desarrollo experimental. Las figuras IV.324 y IV.325 muestran los perfiles de microdureza realizados para las uniones en "T" de los materiales 6061/10p y 7005/10p antes y después del tratamiento de globulización. El material 6061/20p no figura ya que no se le pudieron realizar medidas de dureza por la elevada cantidad de partículas de refuerzo retenido en la junta lo que impedía obtención de valores de microdureza fiables dentro de la matriz metálica.

Antes del tratamiento térmico, se puede observar que los valores de dureza del material base son mayores que los del material de aporte para los dos materiales compuestos. En las proximidades de la intercara la dureza sufre un descenso debido a la pérdida de elementos de aleación hacia el aporte. En la curva correspondiente a la aleación AA 6061 se observa un aumento de dureza en la intercara de soldadura que realmente no existe. El error en estos valores de dureza se debe a la existencia en esta zona de una alta densidad de partículas que falsean con su cercanía los valores experimentales.



Fig. IV.324 Perfil de microdureza de AA6061/Al₂O₃/10p. a) Sin T.T., b) Tras el T.T.



Fig. IV.325 Perfil de microdureza de AA7005/Al₂O₃/10p. a) Sin T.T., b) Tras el T.T.

Tras el tratamiento térmico (Fig. IV.324 b y IV.325 b) se detecta una disminución de dureza del material base alejado de la intercara debido a la solubilización de los elementos de aleación y de nuevo una caída en las proximidades de la intercara. La globulización afecta a la dureza disminuyendo sus valores en la zona interior del aporte. Por otro lado, en la probeta tratada, la variación de dureza en las proximidades de la intercara es más gradual que en la no-tratada, ya que se ha homogeneizado la composición de la matriz por difusión en estado sólido.

IV.3.3.4.- Ensayos mecánicos. Fractografia

Como se comentó en el desarrollo experimental, se realizaron ensayos mecánicos de cizalladura en probetas soldadas de los tres materiales compuestos soldados a solape simple, para conocer las propiedades mecánicas de las uniones soldadas. La Tabla IV.25 muestra los resultados obtenidos en uniones realizadas sobre los diferentes materiales estudiados, Se ensayaron uniones con y sin tratamiento térmico, midiéndose la resistencia respecto al área inicial de solape, que en la mayoría de los casos era superior al área real de mojado.

Material	Solape (mm²)	Carga máx. (kg)	Resistencia (MPa)		
			Sin T.T.	T.T	
AA 6061/Al ₂ O ₃ /10p	42,2	359	85,0	<u></u>	
	42,2	417	98,7		
	42,2	432	102,3		
	42,2	318		75,3	
AA6061/Al ₂ O ₃ /20p	35,5	139		39,3	
AA7005/Al ₂ O ₃ /10p	36,6	370	101,1		
	36,5	235	64,2		
	38,4	134	34,8		
	37,7	628		166,6	

Tabla IV.25. Valores de resistencia de las probetas solapadas

Dichos resultados muestran una importante dispersión en los valores de resistencia determinados (entre 15-20 %), aún realizándose en probetas de un mismo material y soldadas en las mismas condiciones. Esto se debe a que fue dificil conseguir el mismo grado de penetración de aporte a través de la junta, en todas las uniones realizadas. Este problema es especialmente acusado en el caso del material compuesto AA6061/Al₂O₃/20p, en el que la dispersión llega a ser del 50%. Las uniones en las que se conseguía el 100% del área de solape mojada por el aporte y, en las que, por tanto, existía unión en toda la junta, alcanzaron valores de resistencia similares a la resistencia a tracción de la aleación BAISi-4 (σ =180 MPa).

La aplicación de tratamiento térmico de esferoidización produce un aumento de la resistencia de la unión, alcanzándose valores máximos de 166 MPa, en soldaduras tratadas del material AA7005/10p. No obstante, dada la gran dispersión de datos, no es posible determinar el porcentaje de aumento de resistencia.

Los valores de resistencia a cizalladura medios obtenidos se pueden comparar también con los valores de resistencia a tracción de los materiales compuestos, indicados en el apartado IV.1.4, teniendo en cuenta la relación existente entre ambos valores de resistencia:

$$\tau = 0.6 * \sigma_{\rm t}$$
 [32]

Material	σ _ι (MPa)		τ calculada		Porcentaje que supone la τ de las uniones (%)	
	Sin	Con	Con	Sin	Sin T.T.	Con T.T
	T.T.	T.T.	T.T	T.T.		
AA6061/Al ₂ O ₃ /10p	213	269	128	161	74,5	47
AA6061/Al ₂ O ₃ /20p	238	330	143	198	-	20
AA7005/Al ₂ O ₃ /10p	483	344	290	206	23	81

Tabla IV.26 Comparación de la resistencia de las uniones con la de los MMCs

Soldadura de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio...

En el caso de los dos materiales con menor porcentaje de refuerzo, se podría mejorar la resistencia de estas uniones con un diseño adecuado de la unión que permitiera la penetración y el llenado correcto de la junta. El diseño de la unión es importante en el caso de los materiales compuestos, ya que debe compensar el hecho de que la resistencia máxima, que es posible alcanzar, es la del aporte.

El caso del material con un 20% de refuerzo es distinto a los dos anteriores, ya que la escasa mojabilidad limita mucho la penetración del aporte a través de la junta, hecho que ya se observó en uniones en T. Solamente tras el tratamiento térmico, es posible obtener algún valor de resistencia, aunque sigue siendo muy bajo.





Fig. IV.326 Superficie de rotura de un solape soldado sobre AA 6061/Al₂O₃/10p tratado térmicamente

Fig. IV.327 Huecos dúctiles y huellas de arrasre de partículas

Una vez realizados los ensayos mecánicos, se procedió al estudio de las superficies de fractura de las probetas ensayadas, para determinar cuál era el modo preferente de fallo. En la figura IV.326, se muestra el aspecto típico de la superficie de rotura, que es análogo para todas las uniones ensayadas, realizadas sobre los distintos materiales compuestos. En general, se puede decir, que la rotura es interfacial aunque se produce fundamentalmente del lado del aporte, por lo que muestra muchas de sus características microestructurales. Se pueden distinguir claramente dos modos distintos de rotura:

1. Una zona intergranular en la que aparece gran número de detalles de rotura dúctil, así como huellas de arrastre de partículas (Fig. IV.327) Este tipo de fractura es muy similar a la que se ha encontrado en los materiales compuestos base.

402

2. Una zona transgranular frágil en la que la grieta avanza a través de la interpase que se forman las dendritas de fase primaría con el agregado eutéctico (Fig. IV.328) Este modo de rotura se ve favorecido en las zonas en las que se han acumulado gran número de partículas en el espacio interdendrítico. Estas partículas, tras la rotura, quedan depositadas sobre la superficie de rotura, como se puede observar en la figura IV.329)



Fig. IV.328 Dendrita en la superficie de rotura

Fig. IV.329 Partículas acumuladas en el espacio interdendrítico

En el caso de las uniones realizadas sobre los materiales con matriz AA 6061 existe otro factor adicional. En la figura IV.330, se puede observar cómo, sobre las particulas existentes sobre la superficie de rotura, un gran numero de pequeños cristales que, por su morfología, se pueden corresponder con la espinela Al_2MgO_4 . El análisis EDS (Fig. IV.331) permite corroborar que se trata de esta espinela, que se ha generado por reacción de la alúmina con el magnesio existente como aleante en la matriz del material compuesto.



Mg Al 1 2 3 4 Energía/keV

Fig. IV.330 Formación de espinelas sobre la superficie de las partículas

Fig. IV.331 Análisis EDS realizado sobre la superficie de las partículas de la figura anterior

IV.3.3.4.- Conclusiones parciales

- La mojabilidad y la extensión del aporte sobre los materiales compuestos controlan la soldabílidad fuerte de los mismos. Ambas propiedades disminuyen a medida que aumenta el porcentaje en refuerzo del material base debido a la baja mojabilidad del metal, de aporte fundido sobre el cerámico. Por ello, el material AA6061/Al₂O₃/20p utilizado para el presente trabajo de investigación, es el que ha presentado más problemas a la hora realizar su soldadura.
- La mojabilidad de los materiales compuestos por los metales fundidos se favorece con el aumento de temperatura aunque si se supera el punto de fusión incipiente de la aleación base aparecen importantes fenómenos de penetración.
- El uso de aportes Al-Si resulta adecuado para la soldadura fuerte de materiales compuestos con matrices de las series 6xxx y 7xxx. El rango de temperatura en que este aporte presenta mejor mojabilidad es entre 580-590 °C.
- 4. La penetración de los elementos del aporte (Si) a través de los límites de grano de la matriz de los materiales compuestos favorece su fusión parcial, lo que origina la variación en la composición del baño fundido y la incorporación de partículas al mismo.
- La concentración de las partículas de refuerzo en el frente de solidificación dificulta el transporte de masa y de calor, y reduce los fenómenos de microsegregación ("coring").
- 6. La soldabilidad de las aleaciones de matriz AA 7005 reforzadas con alúmina es mayor que la de los materiales compuestos de matriz AA 6061 debido a la difusión
 de Zn hacia el baño fundido que aumenta la fluidez del mismo y permite trabajar a más baja temperatura.

- 7. Se han obtenido valores de resistencia a cizalladura máximos de aproximadamente 100 MPa y 166 MPa, en uniones de solape simple realizadas sobre AA 6061/Al₂O₃/10p y AA 7005/Al₂O₃/10p, lo que supone prácticamente el 100 % de la resistencia a cizalladura del material de aporte.
- 8. La aplicación de tratamientos de postsoldadura (530 °C y 24 horas) al material base favorece la homogeneización de la intercara de soldadura y la esferoidización del agregado eutéctico, lo que se traduce en un aumento de la resistencia,

V.- Conclusiones

V.- Conclusiones finales

I. Se pueden realizar uniones de calidad en materiales compuestos con refuerzos de SiC o de alúmina, tanto por soldadura por difusión como por soldadura heterogénea/soldadura fuerte, aunque es necesario un estricto control de las condiciones para contrarrestar el efecto de la presencia del refuerzo que en todos los casos desfavorece la formación de la unión. Puesto que en los apartados de conclusiones parciales de los capítulos anteriores se han descrito de forma prolija cuáles son los resultados obtenidos durante esta investigación para cada uno de los tipos de soldadura y materiales estudiadas, se expondrán ahora de forma general cuáles son los resultados más destacables del conjunto del trabajo.

V.1.- Soldadura por difusión

- II. La aleación AA 8090 de Al-Li resulta adecuada como intermediario en la soldadura por difusión de los materiales compuestos. Tres son las razones por las que la presencia de Li beneficia la soldadura:
 - Porque contribuye a la ruptura de la capa de alúmina superficial, formando espinelas y óxidos mixtos de Al-Li y favoreciendo la difusión.
 - b. Porque refuerza la intercara matriz-partícula, aumentando la resistencia del material compuesto en las cercanías de la intercara de soldadura.
 - c. Porque endurece la matriz del material compuesto en las zonas adyacentes a la línea de unión, formando precipitados de fase δ' (Al₃Li) cuando el material es envejecido artificialmente.

Los parámetros más adecuados para la soldadura por difusión mediante intermediarios de AA 8090 son 520 °C, 3 MPa y 60 minutos para los materiales compuestos con matriz de la serie 2xxx reforzados con SiC y 530 °C, 6 MPa y 60 minutos para los materiales de matriz de la serie 6xxx con refuerzo de alúmina.

410 Soldadura de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio...

- III. Es posible utilizar Ag como intermediario, aunque se requieren tiempos más largos para conseguir una unión de calidad que en el caso de la aleación AA 8090. Un factor crítico, en este caso, es el espesor de la lámina de Ag, que debe ser suficiente como para que la unión se produzca, pero sin que dé lugar a la formación de una lámina continua de intermetálico. Para ello, es importante encontrar un método que permita la aplicación de láminas del orden de 5 μm de espesor, ya que no resultan adecuadas ni la deposición por vaporización, ni la interposición de laminados de Ag. Los parámetros más adecuados para la realización de esta soldadura son 500 °C-510°C, 3MPa y 120 minutos.
- IV. No es aconsejable la utilización de la aleación Supral 100 como intermediario para la soldadura de materiales compuestos, ya que para la obtención de uniones de una mínima calidad metalúrgica, se requiere la aplicación de temperatura o presión muy elevadas (530°C ó 6 MPa) que producen deformaciones muy acusadas. Incluso con estas condiciones extremas, los resultados de resistencia obtenidos en los ensayos de cizalladura no alcanzan los mínimos exigibles.
- V. En general, la microestructura de las intercaras de unión, y en particular las formadas entre la matriz y el intermediario depende fuertemente de las condiciones de soldadura. Cuanto mayor es la calidad de la unión soldada mayor es el grado de recristalización que se produce a través de la misma, mientras que las intercaras de baja calidad presentan un aspecto mucho más plano y se favorecen los fenómenos de precipitación interfacial.
- VI. El desarrollo y evolución de la interfase matriz-refuerzo durante la soldadura por difusión depende de las condiciones de partida de la misma. Cuando la interfase del material de partida se encuentra libre de productos de oxidación o de capas de reacción el proceso de soldadura no produce ningún tipo de degradación de la interfase y se consiguen interfases limpias. En cambio, cuando el proceso de fabricación favorece la formación de capas continuas de óxido como SiO₂ como ocurre en el caso particular de la aleación AA 2124 reforzada con whiskers de

SiC, los elementos que difunden durante la soldadura reaccionan con ella formando capas de óxido complejas.

- VII. La orientación del refuerzo con respecto a la superficie de soldadura y la forma del refuerzo del que se trate es un factor determinante de la calidad final de la unión en la soldadura por difusión. En el caso de los whiskers si estos se sitúan en dirección perpendicular a la intercara de soldadura, contribuyen muy positivamente a la consecución de la unión, ya que aumentan la resistencia por anclaje mecánico. Por el contrario, cuando los whiskers se orientan paralelamente a la intercara de soldadura, actúan como barrera a la difusión, impidiendo la formación de la unión. Al no producirse unión en la intercara del refuerzo, ésta se convierte en un punto que puede actuar como generador de grietas. En el caso de que el refuerzo sea de partículas no tiene sentido hablar de la orientación del refuerzo en la superficie de unión produce la aparición de interfases matriz/refuerzo cuyo porcentaje y comportamiento determina la calidad de la unión formada.
- VIII. El tamaño del refuerzo afecta decisivamente también a las características del proceso de soldadura por difusión. El tamaño de grano del material compuesto, que se ve influido por el tamaño y distribución del refuerzo, condiciona el segundo paso de la soldadura, que es la difusión a través de los límites de grano. Por otra parte, el refuerzo cerámico actúa como barrera a la difusión, ya que ésta se produce con más dificultad a través de él. Por ello, el refuerzo de whiskers, que, al ser de menor tamaño, está más homogéneamente distribuido, entorpece la difusión en mayor medida que el refuerzo de partículas.
- IX. La calidad de la intercara formada en la soldadura por difusión depende, así mismo, de la propia calidad del material. La presencia de partículas de gran tamaño, de clusters o de un bandeado acusado, es decir de defectos asociados con una distribución irregular del refuerzo, genera porosidad y zonas de unión defectuosas.

412 Soldadura de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio...

- X. La soldadura por difusión con fase líquida transitoria utilizando como aporte BAISi4 (AA 4047) de los materiales compuestos con refuerzo de alúmina y matriz de la serie 6XXX proporciona uniones que presentan una microestructura muy semejante a la del material base, con una alta calidad microestructural.
- XI. La soldadura por difusión TLP presenta algunas ventajas respecto a la soldadura por difusión en estado sólido, cuando se aplica a materiales compuestos son: permite reducir la deformación macroscópica resultante al utilizar presiones más reducidas y favorece la formación de una microestructura muy semejante a la del material compuesto que se está soldando, con lo que se eliminan las zonas débiles que se forman cuando en la soldadura aparece una banda de bajo contenido en refuerzo.

IV.2.- Soldadura fuerte

- XII. Se puede utilizar la soldadura fuerte como método de unión de materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo cerámico aunque presenta problemas de falta de mojabilidad cuando el porcentaje de refuerzo supera el 10%.
- XIII. La mojabilidad de los aportes de soldadura heterogénea sobre los materiales compuestos disminuye a medida que aumenta el porcentaje en refuerzo del material base. Por ello, los materiales con elevado porcentaje de refuerzo presentan más problemas a la hora de llevar a cabo su soldadura. Existen diversos factores que contribuyen a la disminución de la mojabilidad cuando aumenta el porcentaje de refuerzo.
 - a. El refuerzo cerámico no es mojado por los metales líquidos. Por tanto cuanto mayor sea el porcentaje del mismo sobre la superficie de mojado más disminuirá la mojabilidad.

- b. El aumento del porcentaje de refuerzo en el material base supone una reducción de la fluidez del material de aporte, como consecuencia de la incorporación de un mayor porcentaje de partículas de refuerzo al baño fundido, lo que dificulta una buena soldadura de los materiales compuestos.
- c. La mojabilidad de los materiales compuestos por los aportes de soldadura fuerte se ve desfavorecida cuando aparecen fenómenos de penetración intergranular ya que desaparece parcialmente el aporte de la superficie de material. Estos fenómenos de penetración intergranular dependen de los elementos de aleación presentes en la matriz del material compuesto y de las vías existentes para esta penetración, es decir, del número de límites de grano (que aumenta con el porcentaje de refuerzo) y de interfases (p.e. matriz/cerámico) existentes en el material.
- XIV. La presencia de partículas cerámicas (SiC o Al₂O₃) en el baño que son expulsadas durante la solidificación hacía el frente sólido/líquido reduce la microsegregación y la cantidad de fase fundida terminal en los baños formados sobre materiales reforzados.
- XV. La mojabilidad del aporte Zn-3AI sobre los MMCs de aluminio de la serie 2xxx es aceptable para la temperatura de 450 °C. En cambio, la mojabilidad de los aportes Zamak 3 y Zamak 5, para la misma temperatura, no es aconsejable ya que se produce penetración intergranular en el material base llegando a desaparecer, en algunos casos, de la superficie de soldadura. Este comportamiento desaconseja su utilización para la soldadura fuerte del material base 2XXX.
- XVI. La mojabilidad de aportes de Al-Si utilizados para la soldadura fuerte sobre MMC de aluminio de la serie 6xxx y 7XXX es aceptable para temperaturas en el intervalo 580-590°C. Por encima de esa temperatura se produce un importante efecto de erosión en el material base.

414 Soldadura de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio...

XVII. La soldadura fuerte de los materiales compuestos de matriz Al-Zn-Mg (7005) puede realizarse a menor temperatura que cuando la matriz es Al-Mg-Si debido a la difusión de Zn hacia el baño fundido y a la reducción de los fenómenos de penetración en esta aleación.

VI.- Bibliografía

VI.- Bibliografía.

1. M.M. Schwartz. Composite Materials HandBook. McGraw-Hill, Inc. USA (1984).

2. P.M.B. Walker (ed.). *Materials Science and Technology Dictionary*. Chambers Harrap Publishers Ltd. (1993).

3. D.J. Lloyd. Particle Reinforced Aluminium and Magnesium Matrix Composites. International Materials Reviews. Vol. 39 (1), pg. 1-23 (1994).

4. P.Niskanen, W.R. Mohn. Versatile metal-matrix composites. Advanced Materials & Processes inc Metal Progress 3/88, pg. 39-41.

5. J.J. Polmear. Light Alloys. Metalurgy of the Light Metals. 3^a Edición. Edward Arnold, London (1995).

6. M.D. Skibo. Alumina Particulate Reinforced 7000 Series Composites. SAE International Congress and Exposition, Detroit, Michigan, 1-5 March 1993. SAE technical paper series (1993).

7. J.R. Davies (ed.). *Aluminum-Matrix Composites*. In Aluminium and Aluminium Alloys. ASM Specialty Handbook. pg. 160-179. ASM International. Ohio (1994).

8. S.M. Lee. International Enciclopedia of Composites. V.C.M. New York (1990).

9. A.L. Geiger, J.A. Walker. The Processing and Properties of Discontiuosly Reinforced Aluminium Composites. Journal of Metals. Vol. 43, N°8, pg. 8-15 (August 1991).

10. **B. Irving**. What's Being Done to Weld Metal Matrix Composites. Welding Journal, pg. 65-67 (June 1991).

11. M.H. Stacey. Production and Caracterisation of Fibers for Metal Matrix Composites. Materials Science and Technology. Vol.4. pg. 227-230. (March 1988).

12. J. Cook. SiC Whiskers and Applications in Composite Materials. American Ceramics Society Conference on Composites and Advanced Materials. Cocoa Beach (23-25 Jun 1978)

13. M.D. de Castellar, A.M. Manich. Materiales Compuestos o "Composites". Parte I: Generalidades y Técnicas Físicas de Análisis. Investigación e información textil y de tensioactivos. Vol. XXXII, Nº1/2 (1989). 14. **T.W. Clyne, P.J. Withers.** An Introduction to Metal Matrix Composites. Cambridge University Press. Great Britain (1993).

15. R.Y. Lin. Composite Interfacial Reactions. Journal of Metals. pg.20 (March 1993).

 F. Delannay, L. Froyen, A. Deruyterre. Journal of Materials Science, Vol. 22, pg.1-16 (1987).

17. V. Gupta, A.S. Argon, J.A. Cornie. Interface Problems in Metal Matrix Composites. Metal Matrix Composites. pg. 506-517 (19).

 R.Y. Lin. Interface Evolution in Aluminum Matrix Composites During Fabrication Metal matrix Composites. Key Engineering Materials. Vols. 104-107. pg. 507-522. Ed. por G.M. Newaz et al. Trans. Tech. Publications, Switzerland (1995).

19. J.A. DeKock, Y.A. Chang. The Stability of Interfaces in High-Temperature Metal-Matrix Composites. Journal of Metals. pg. 21-23. (March 1993).

20. B.R. Henriksen, T.E. Johnsen. Influence of Microstructure of Fibre/Matrix Interface on Mechanical Properties of Al/SiC Composites. Materials Science and Technoloy, Vol. 6, pg. 857-861, (September 1990).

21. K.K. Sonji, J.M.Chabala, R. Mogilevsky, R. Levi-Setti, M.W. Tseng, D.B. Williams. Ion Microprobe Investigations of Interfacial Phenomena in Composites. Journal of Metals (March 1993).

22. H. Ribes, R. Da Silva, M. Suéry, T. Bretheau. Effect of Interfacial Oxide Layer in the Al-SiC Particle Composites on Bond Strenght and Mechanical Behaviour. Materials Science and Technology. Vol. 6, pg. 621-628 (July 1990).

23. T.J. Warner, W.M. Stobbs. Clean or Dirty Interfaces?. The influence of Interfacial Morfology on the Mechanical Properties of MMCs, in Proc. 7th International Conference on Composite Materials (ICCM7), Guangzou, W.Yunsshu, G.Zhenlong and W.Renjie (eds.), Pergamon, New York, pg. 503-8 (1989).

24. **R.J. Arsenault, R.M. Pande.** Interface in Metal Matrix Composites. Scripta Metallurgica et Materialia. Vol. 17, pg. 1131-1134 (1984).

25. S.R. Nutt, R.W. Carpenter. Materials Science & Engineering, Vol. 76, pg.169-177 (1985).

26. S.R. Nutt. TEM Characterization of Aluminum-Base Composites. Treatise on Materials Science and Technology. Aluminium Alloys-Contemporary Research and

.

Applications. Vol. 31, pg. 389-408 Academic Press, Inc. USA.(1989).

27. X.G. Ning, J.H. Li, J. Pan, H.Q. Ye. HRTEM Investigation of the Relationship Between the Surfaces of Whiskers and Interfacial Structures in Whisker-Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites. Materials Letters Vol. 24. pg. 113-119 (1995).

28. L. Geng, K. Wu, G. K. Yao. SiC-Al Interface Crystallographic Orientation Relationship in a Squeeze-Cast SiCw/Al Composite. Materials Characterization. Vol. 34, pg. 227-229 (1995).

29. L. Geng, C.K. Yao. SiC-Al Interface Structure in Squeeze Cast SiCw/Al Composite .Scripta Metallurgica et Materialia. Vol. 33 (6), pg.949-952 (1995).

30. P.L. Ratnaparkhi, I.M. Howe. Characterization of Diffusion-Bonded Al-Mg Alloy/SiC Interface by High Resolution and Analytical Electron Microscopy. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 25 A, pg. 617-627 (March 1994).

31. C.F. Horng, S.J. Lien, K.S. Liu. Formation of $MgAl_2O_4$ in Al_2O_3 -(Al-4wt.%Mg) Composites. Materials Science and Engineering. A150 pg. 289-294 (1994).

32. D.J. Lloyd, I. Jin, G.C. Weatherly. Controlling the Interface Reaction in Alumina Reinforced Aluminium Composites. Scripta Metallurgica et Materialia. Vol. 31 (4), pg. 393-396 (1994).

33. P. Moldovan, C. Alexandru, N. Painat, G, Popescu, D. Condeiu, C. Balescu, G.V. Ghica. *The Influence of Solidification rate on Structure Parametrs of Aluminium-Matrix Particulate Composites.* Journal de Physique IV. Vol. 3, pg. 1811-1816 (Novembre 1993).

34. **A. Madroñero, J.L. Corbacho.** *Elaboración de Materiales Compuestos de Matriz Metálica con Refuerzo de Fibra Corta.* Química e Industria, Vol. 37 (4), pg. 305-308 (Abril 1991).

35. S. Caron, J. Masounave. A Literature Review on Fabrication Techniques of Particulate Reinforced Metal Matrix Composites. pg. 79-84.

36. A. Madroñero, J.L. Corbacho. Defectos de Fabricación en MAteriales Compuestos de Matriz Metálica (MMC). Rev. Metal., Vol. 27 (2), pg.109-119 (1991).

37. Z. Zhu. A Literature Survey of Fabrication Methods of Cast Reinforced Metal Matrix Composites. Int. Symp. on Advanced in Cast Reinforced Metal Matrix Composites. pg. 93-99. Chicago, Sep. 1988, ASM International (1989). 38. T.F. Klimowicz. The Large-Scale Commercialization of Aluminium Matrix Composites. JOM. pg. 49-53 (November 1994).

39. X. Dumant, E. Beaugnon, G. Pegazzoni. Designing the Microestructure of Squezzecast Al Composites. Journal of Metals, pg. 46-51 (November 1989).

40. P. Rohatgi. Advanced in Cast MMCs. Advanced Materials & Processes Vol. 2/90, pg.39-44 (1990).

41. **T.W.Clyne, J.R.Mason.** *The Squeeze Infiltration Process for Fabrication of MMC*. Metallurgical Transactions. Vol 18A. pg.1519-1530 (August 1987).

42. A.R.E. Singer, S. Ozbek. *Metal Matrix Composites Produced by Spray Codeposition*. Powder Metallurgy. Vol. 28 (2), pg. 72-78 (1985).

43. Y. Wu, E.J. Lavernia. Spray-Atomiced and Codeposited 6061 Al/SiC Composites. Journal of Metals, pg. 6-23 (August 1991).

44. M.J. Koczak, M.K. Premkumar. *Emerging Technologies for the In-Situ Production of MMCs.* JOM. pg. 44-48 (January 1993).

45. S.G. Fishman. In Situ and Near-Net Shape Processing of Composites. Journal of Metals. pg. 26-27 (May 1987).

46. **S.M. Lee (ed.)**. *Powder Metal Composites*. Handbook of Composite Reinforcements. pg. 525-548. VCH. USA (1993).

47. **D.L. Erich**. *Metal-matrix Composites: Problems, Aplications and Potential in the P/M Industry*. International Journal of Powder Metallurgy. Vol 13, N°1, pg. 45-54, 1987.

 J.M. Gallardo, J.A. Rodríguez, E.J. Herrera. Obtención de polvos Composites de Al-5%NAl por un Proceso de Aleado Mecánico. Actas: Materiales Compuestos 95. F. Paris, J. Cañas (ed.). pg. 173-179. AEMAC (1995).

49. J.M. Gallardo, J.A. Rodríguez, E.J. Herrera. Consolidación de Polvos Composites de Al-5%NAI por un Ciclo Doble de Prensado y Sinetrización. Actas: Materiales Compuestos 95. F. Paris, J. Cañas (ed.). pg. 133-144. AEMAC (1995).

50. J. Madonave, F.G. Mainel. Metal, Carbon, Graphite and Ceramic Matrix Composites. Fabrication. Section 13, ASM (1990).

51. S.V. Nair, J.K. Tien, R.C. Bates. SiC-Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites. International Metals Review, Vol. 30 (6), pg. 275-290 (1985).

52. **W.D. Callister, Jr.** *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales.* Ed. Reverté, S.A. Barcelona (1996).

53. C.M. Friend. The Effect of Matrix Propierties on Reinforcement in Short Alumina Fibre-Aluminium Metal Matrix Composites. Journal of Material Science. Vol. 22, pg. 3005-3010 (1987).

54. L. Rubin. Applications of Metal Matrix Composites, the Emerging Structural Materials. SAMPE Journal, Vol 15 (4), pg. 4-10.

55. W.C. Harrigan, Jr. Scaling Up Particulate Reinforced Aluminum Composites for Commercial Production. Journal of Metals. pg. 32-35 (August 1991).

56. T.J. Warner, W.M. Stobbs. Modulus in Yield Stress Anisotropy of Short Fibre Metal Matrix Composites. Acta Mec., Vol. 37, pg. 2873-2882 (1989).

57. S.G. Song, R.U. Vaidya, A.K. Zurek, G.T. Gray III. Stacking Faults in SiC Particles and Their Effect on the Fracture Behavior of a 15 Vol Pct SiC/6061-AI Matrix Composite. Metallurgical and Materials Transactions A. Vol. 27A, pg. 459-465 (February 1996).

58. **D. Lloyd.** Aspect of Particle Fracture in Particulate Reinforced MMCs. Acta Metallurgica et Materialia. Vol. 39, pg. 59-72 (1991).

59. P. Tianyou, P. Weizhou. Studies on Interfacial Reactions and Microstructures of SiC/Al and C/Al + Cu 4% Composites by TEM. Proceeding of Advanced Structural Inorganic Composites. pg. 151-159. Elsevier Science Publishers B.V. P. Vincenzini (Ed.) (1991).

60. S.R. Nutt, J.M. Duva. A Failure Mechanism in Al-SiC Composites. Scripta Metallurgica. Vol. 20, pg. 1055-1058 (1986).

61. S.R. Nutt, A. Needleman. Void Nucleation at Fiber Ends in Al-SiC Composites. Scripta Metallurgica. Vol. 21, pg.705-710 (1987).

62. F.J. Humphreys. Deformation and Analealing Mechanisms in Discontinuosly Reinforced Metal Matrix Composites. ibid, pg. 51-74.

63. G.M. Janowski, B.J. Pletka. The Effect of Particle Size and Volume Fraction on the Aging Behaviour of a Liquid Phase Sintered SiC/Aluminium Composite. Metallurgical and

Materials Transactions A, Vol. 26A, pg. 3027-3035 (November 1995).

64. **R.J. Arsenault, R.M. Fisher**. *Microstructure of Fiber and Particulate SiC in 6061 Al Composites*. Scripta Metallurgica. Vol. 17 pg. 67-71 (1983).

I. Dutta, S.M. Allen, J.L. Hafley. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.
 22A, pg. 2553-2563 (1991).

66. J.T. Wang, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, Y. Ma, T.G. Langdon. *The Age-Hardening Characteristics of an Al-6061/AI*₂0₃ Metal Matrix Composite. Metallurgical and Materials Transactions A. Vol. 26A, pg. 581-587. (March 1995).

67. J.S. Zhang, X.J. Liu, H. Cui, Z.Q. Sun, G.L. Chen. Nanoindentation Characterisation of the Properties around Reinforcements in a Heat Treated Spray Deposited 2014 + 15vol%SiCp Metal Matrix Composite. Scripta Materialia, Vol. 35, N° 9, pg. 1115-1120 (1996).

68. M.B. House, K.C. Meinert, R.B. Bhagat. The Aging Response and Creep of DRA Composites. Journal of Metals. pg. 24-28 (August 1991).

69. K.K. Chawla, M. Metzer. Journal of Materials Science. Vol.7, pg.34 (1972).

70. Y. Wu, E.J. Lavernia. Spray-Atomiced and Codeposited 6061 Al/SiC Composites. Journal of Metals, pg. 16-23 (August 1991).

71. D. Towle, L. Salvo, M. Suery, C. Friend. The Effect of Processing and Reinforcement Parameters on the Age-hardening Response of Liquid Processed 6061-Based Composites. Metal Matrix Composites. Proceedings of the ninth international conference on composite materials (ICCM/9), pp. 755-761 (1993).

72. A. Borrego, J. Ibañez. V. Lopez, M. Lieblich, G. Gonzalez-Doncel. Influence of Extrusion Temperature on the Aging Behavior of 6061 Al-15 vol % SiCw Composites. Scripta Materialia. Vol. 34 (3), pg. 471-478 (1996).

73. A. Borrego, G. González-Doncel. Estudio Calorimétrico de la Cinética de Precipitación en Materiales Compuestos Al(6061)-15%vol SiCw. Tendencias de la Ciencia de Materiales. V Reunión Nacional de Materiales. pg. 365-366. M.Dominguez (ed.). Universidad de Cadiz (1996).

74. D.J. Harris. Developments in Particulate Short Fibre Composites. pg. 4-1, 4-21

75. B. Dubost, J. Bouvaist, M. Reboul. Proc. Int. Conf. on Aluminium Alloys, Charlottsville, VA. Vol.II. pg. 1109-23. (1986).

 I. Dutta, C.P. Harper, G. Dutta. Role of Al₂O₃ Particulate Reinforcements on Precipitation in Al-Matrix Composites. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 25A. pg. 1994-1591 (August 1994).

77. **T. Das, S. Bandyopadhyay, S. Blairs**. On Thermal Studies of SiC and Al_2O_3 Particulate Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites. Metal Matrix Composites. Proceedings of the Ninth International Conference on Composite Materials (ICCM/9). A. Miravete (ed.). University of Zaragoza. Woodhead Publishing Limited (1993)

78. **B. MingIer, H.P. Karnthaler.** *TEM Investigation of Particulate Reinforced Aluminium MMC.* The Processing, Properties and Applications of Metallic and Ceramic Materials (Proc. Conf.). Birmingham, UK. Engineering Materials Advisory Services Ltd. UK. Vol. II, pg. 745-750 (1992).

79. P. Merle, D. Dafir, S.M. Seyed Reyhani. Study of the Influence of the Reinforcement on Precipitation Kinetics in a 6061/SiCp Composite. Metal Matrix Composites. Proceedings of the Ninth International Conference on Composite Materials (ICCM/9). A. Miravete (ed.). University of Zaragoza. Woodhead Publishing Limited. pg. 401-408 (1993).

80. **D.L. McDanels**. *Mechanical Behaviour of Aluminum Matrix Composites Containing* SiC Reinforcement. Metallurgical and Materials Transactions A. Vol. 16, pg.1105-1115 (1985).

81. F. Buch. Composite Promise More Efficient Autos. Modern Metals®/, pg,10-13 (August 1991).

82. P.S. Gilman. Discontinuosly Reinforced Aluminium: Ready for the 1990's. Journal of Metals,, Vol 43 (8) pg.7 (August 1991).

83. W.K.Kinner. Metal-Matrix Composites. Material Engineering. Vol. 91 (1) pg.64-65, USA (1980).

84. A. Brown. Metal Matrix composites on the Road. Materials World. Vol. 1 (1), pg. 20-21 (January 1993)

85. Duralcan, Aluminium Composites. Duralcan, USA (1993).

86. **M.B.D. Ellis**. *Joining of Aluminium Based Metal Matrix Composites*. Internationals Materials Reviews. Vol. 41 (2), pg. 41-58 (1996).

87. **M B D Ellis**. Joining of Metal Matrix Composites - a Review. TWI Internal Report Ref. 7242.01/93/772.3 (8-1994).

88. S.M. Lee (ed.). Joining of Metal Matrix Composites. International Enciclopedia of Composites. Vol.2. pg. 460-509, V.C.M, New York (1990)

89. V.R. Ryabov, Yu.V. Pavlenko. Welding Composite Materials (review). Paton Welding Journal. Vol. 3 (3), pg. 211-219 (1991).

90. C.T. Lane. Welding of Metal Matrix Composites. ASW Welding Handbook. Vol 3. (1994)

91. G.E. Metzger. Joining of metal fiber reinforced composite materials. Fabrication of composite material. Source Book. pg. 171-191. M.M. Schwartz (ed.) ASM (1985).

92. V.R. Ryabov, A.Ya. Ishchenko. *Current Problems of Welding Metallic Composites*. Proceedings: ASM International European Conference on Welding and Joining Science and Technology, pg. 342-359. Madrid, España. ASM International (10-12 Marzo 1997).

93. K.I. Johnson. New Trends in Welding and Joining Technology and its Role in the World. Proceedings of The 5th International Symposium of the Japan Welding Society.pg. 1045-1049 (1990).

94. J.A. Fernie, P.L. Threadgill, M.N. Watson. Progress in Joining of Advanced Materials. Welding & Metal Fabrication. pg. 179-184 (May 1991).

95. C.A. Handwerker, M.D. Vaudin, U.R. Kattner, D.J. Lee. Interface Reactions and *Phase Stability in the Al-SiC System.* Metal-Ceramic Interfaces. Acta Scripta Metallurgica Proceeding Series. Vol. 4, pg. 129-137. M. Rühle, A.G. Evans, M.F. Ashby, J.P. Hirth. Pergamon Press. USA (1990).

96. T.S. Luhman, R.L. Williams, K.B. Das. Development of Joint and Joining Techniques for Metal-matrix Composites. Army Materials and Mechanics Research Center TR 84-85. Watertown, USA (August 1984).

97. A.S. Isaikin, V.M. Chubarov, B.F. Trefilov, V.A. Silaev, Y.A. Gorelor. Met. Sci. Heat Treat. (Rusia), Vol. 22(11-12), pg. 815-817 (1980). 98. T. Iseki, T. Kameda, T. Maruyama. Interfacial Reactions between SiC and Aluminum during Joining. Journal of Materials Science. Vol. 19, pg. 1692-1698 (1984)

99. K.C. Meinert, R.P. Martukanitz, R.B. Bhayat. Laser Processing of Discontinuosly Reinforced Aluminium Composites. Conference proceedings: American Society of Composites. 1992.

100. **R.P Martukanitz et al.** Filler Alloy Development for Welding SiC Reinforced Al Composites. Proc. Advanced Joining Technologies for New Materials II, AWS, Cocoa Beach Fl, USA (March 1994).

101. M.H. McCay, D. McCay, N.B. Dahotre, C.M. Sharp. Effect of Particulate Loading on Heat and Mass Transfer during Laser Welding of Metal Matrix Composites. Journal of Materials Processing & Manufacturing Science. Vol. 2, pg. 261-272 (January 1994).

102. S. Holcomb. Effect of Spinel Formation on Mechanical Propierties of Alumina Particulate Reinforced Aluminium Composites. Symposium Proceedings: Advances in Production and fabrication of light metals and metal matrix composite. pg.: 643-649. ed H.H. Avedesian et al. Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum. Montreal, Quebec (1991).

103. M.B.D. Ellis, M.F. Gittos, P.L. Threadgill. Progress in Joining Aluminium Based Metal Matrix Composites. IIW Pre-Assenbly Symposium "Welding/Joining/Coating and Surface Modification of Advanced Materials", Dalian, Peoples' Republic of China (1-2 September 1994).

104. R.E. Shalin, V.I. Lukin, M.T. Borisov, V.V. Sakharov. Fusion Welding Peculiarities of Aluminium Composites and some Ways for Improving Welds Quality. Pg.962-968

105. **D. Bhattacharyya, M.E. Bowis, J.T. Gregory.** The Influence of Alumina Microsphere Reinforcement on the Mechanical Behaviour and Weldability of a 6061 Aluminium Metal Matrix Composite. Proceeding of the Machining of Composite Materials Symposium. pg. 49-56. ASM Materials Week, Chicago, Illinois (1-5 November 1992).

106. M.G. Nicholas. Ceramic-Metal Interfaces. Proc. Conf. "Surfaces and Interfaces of Ceramic Materials". pg. 393-417 (1989)

107. J.S. Ahearn, C.Cooke, S.G. Fishman. Fusion welding of SiC reinforced Al composites. Metal Construction. Vol. 14 (4), pg. 192-197 (1982).

108. In Pursuit of the Perfect Materials. Canadian Welder & Fabricator. Vol. 82 (7-8), pg. 10-12 (July/August 1991).

109. Duralcan. Arc Welding Guidelines. Duralcan Composites. Alcan Internacional (1991).

110. **T.M. Stanz, D.K. Aidun, D.J. Morrison, T. Diebold, P. Martin, M. Bruskotter.** Proceedings: Machining Composite Materials Symp., pg. 781-785, Materials Park, OH, ASM International (1992).

111. S.H. Lo, S. Dionne, M. Popescu, S. Gedeon, C.T. Lane. Effects of Prior and Post-Weld Heat Treatments on the Properties of SiC/Al-Si Composite Gas Metal Arc Welded Joints. Proc. Advances in Production and Fabrication of Light Metals and MMCs. pg. 575-588. M. Avedesian, L. Larouche, J. Masounave (ed.). Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum (1992).

112. **B. Altshuller, W. Christy, B. Wiskel**. *GMA Welding of Al-Al*₂0₃ *Metal Matrix Composite*. Symposium Proceedings: Weldability of Materials. pg. 305-309, Materials Park, OH, ASM International (1990).

113: K. Das. A Method of Welding Metal Matrix Composites. US patent No743175 MK1⁴ B23K9/23, MK1³ 219/137 (21/6/1988).

114. M.B.D. Ellis, M.F. Gittos, P.L. Threadgill. Joining of Aluminium Based Metal Matrix Composiles: Initial Studies. Members Report 501, TWI, Abington (1994).

115. Boeing Co. US Patent. Nº4.752.537. (1988).

116. M. Bałbi, M. Vedani. Weldability of Al-Al₂O₃ Composites. Proceedings: ASM International European Conference on Welding and Joining Science and Technology, pg. 415-424. Madrid, España. ASM International (10-12 March 1997).

117. **T.J. Lienert, C.T. Lane, J.E. Gould**. Selection and Weldability of Aluminium Metal Matrix Composites. ASM Handbook. Vol. 6: Welding, Brazing and Soldering. pg. 554-559. J.R. Davies K. Ferjutz, N.D. Wheaton, M.S. Woods (ed.). ASM International. Materials Park, Ohio, USA (1993).

118. M.B.D. Ellis, M.F.Gittos, P.L. Threadgill. Joining Aluminium Based Metal Matrix Composites. Materials World. Vol. 2(8), pg. 415-417 (August 1994). 119. Kaiser Aluminum. Welding. Kaiser Aluminum & Chemical Sales, Inc. pg. 3-24 a 3-31 Okcland, CA (1978).

120. J.S. Ahearn, D.C. Cook. The Weldability of SiC/Al Metal Matrix Composites. Report MML-TR 82-15c, Martin Marietta Laboratories, Battimore, MD, (1982).

121. J.S. Ahearn, D.C Cooke, E. Barta, Joining Discontinuous SiC Reinforced Al Composites. Final Report on Naval Surface Weapons Center. Contract #N60921-83-C-0114, Report #NSWC-TR 86-36; Silver Spring, MD (September 1985).

122. M.J. Cola, T.J. Lienert, J.E. Gould, J.P. Hurley. en Weldability of materials, (ed. R.A. Pattenon, K.W. Mahin), pg. 297-303., Materials Park, OH, ASM International (1990).

123. N.B. Dahotre, T.D. McCay, M.H. McCay. Laser Processing of a SiC/AlAlloy Metal Matrix Composite. Journal of Applied Physic. Vol. 65(12), pg. 5072-5077 (1989).

124. N.B. Dahotre, M.H. McCay, T.D. McCay, S. Gopinathan. Pulse Laser Processing of a SiC/Al-Alloy Metal Matrix Composite. Journal of Material Research, Vol. 6(3) pg. 514-529 (1991).

125. N.B. Dahotre, M.H. McCay, T.D. McCay, S. Gopinathon, C.M. Sharp. Laser Joining of Metal Matrix Composite. Proceedings: Machining of Composite Materials Symp., pg. 167-173, Materials Park, OH, ASM International (1992).

126. **R.P. Martukanitz, R.B. Bhagat**. Laser Processing of Discontinuously Reinforced, Aluminum Matrix Composites, The Metal Science of Joining, ASM International, pg. 241-247 (1992).

127. S.M. Kawali, G.L. Viegelahn, R. Scheuerinan. Laser Welding of Alumina Reinforced 6061 Aluminum Alloy Composite. Proc. Laser Materials Processing Symposium, ICALEO '91, Laser Institute of America, Vol. 74. pg. 156-167 (1991).

128. T.J. Lienert, E.D. Brandon, J.C. Lippold, Laser and Electron Beam Welding of SiCp reinforced Aluminium A-356 Metal Matrix Composite, Scripta Metallurgica et Materialia. Vol. 28(11), pg. 1341-1346 (May 1993).

129. A.G. Kramarenko, B. M. Bertzovskii, V.R. Ryabov, I.S. Dykhno. V.I. Zvolinskii. Welding Journal, Vol. 2 (6), pg. 435 438 (1990). 130. J.H. Devletian. SiC/Al Metal Matrix Composite Welding by a Capacitor Discharge Process. Welding Journal. Vol. 66(6), pg. 33-39 (1987).

131. J.H. Deuletian. Composite Metal Matrix Welding. US patent Nº4672164. MKI⁴B23K11/00. MKI³219/96 (8/8/1987).

132. J.C. Bittence. Welding the Advanced Alloys. Advanced Materials & Processes inc. Metal Progress. pg. 35-39 (12/1987)

133. **M.S. Hersh**. *Resistance Welding of Metal Matrix Composite*. Welding Journal Vol. 47(9), pg. 404s-409s (September 1968).

134. **M.S. Hersh.** *Resistance Welding of Metal Matrix Composite*. Welding Journal. Vol. 49(6), pg. 254s-258s (1970).

135. M.S. Hersh. The Versatility of Resistance Welding Machines for Joining Boron/Aluminum Composites. Welding Journal. Vol. 51(9), pg. 626-632 (September 1972).

136. Anon. Design and Fabrication of Boron Aluminum Composite Wing Box Test Specimen. Convair Aerospace Div., General Dinamics Corp. San Diego, CA, Report #CASD-NSC73-005, Contract N6ss69-72C-0414 (1973)..

137. **D.M. Goddard, R.T. Pepper, J.W. Upp, E. G. Kendall.** Feasibility of Brazing and Welding Alurninum Graphite Composites. Welding Journal. Vol. 51(4), pg. 178s-182s (April 1972).

138. J.E. Gould. An Examination of Nugget Developments During Resistance Spot Welding Using Experimental and Analytical Techniques. Welding Journal Research Supplement. Vol. 68 (l), pg. 1s-10s (1987).

139. A. Brenner. Budapesti Muszaki Egyetem, Mechanikai Technologia Tanszek, Hungary. Unpublished Research. (February 1993).

140. D.S. Schwartz, J.H. Devletian, S.J. Chen, J.E. Gould. Capacitor Discharge and Flash Welding of SiC-Reinforced High Temperature Al Alloys. Joining and Adhesion of Inorganic Materials, Proceedings of Materials Research Society, Vol. 314 (Spring 1993).

141. G.H. Reynolds, L. Yang. *Plasma joining of metal matrix composites*. Rep. ARO-22817, 5-MS-S, Army Research Office, Triangle Park, NC, Mar. 1987.

142. G.H. Reynolds, L. Yang. *Plasma joining of metal matrix composites*, Rep. ARO-22817, 6-MS S, Army Research Office, Triangle Park, NC, June 1987.

143. G.H. Reynolds, L. Yang. *Plasma joining of metal matrix composites*, Rep. ARO-22817, 7-MS-S, Army Research Office, Triangle Park, NC, Oct. 1987.

144. G.H. Reynolds, L. Yang. *Plasma joining of metal matrix composites*, Rep. ARO-22817, 8-MS-S, Army Research Office, Triangle Park, NC, Feb. 1988.

145. M.J. Cola. Inertia-Friction Welding of Particulate-Reinforced Aluminum Matrix Composites. Tesis, The Ohio State University, (1992).

146. M.J. Cola, G.S. Martin, C.E. Albright. Inertia-Friction Welding of a 6061- $T6/Al_2O_3/15p$ Metal-Matrix Composite. Research Report MR9108, Edison Welding Institute (June 1991).

147. M.B.D. Ellis. Solid-state Joining of Aluminium Alloys and Aluminium-based Metal Matrix Composites (MMCs). Aluminium Industry. Vol. 11 (5), pg. 27-30 (1992).

148. **O.T. Midling, O. Grong**. Continuous Drive Friction Welding of SiC Particulate Reinforced Aluminium Composites. Proc. 3rd Int. Conf. on "Trends in Welding Research", (Gatlinburg, TN, (ed. S.A. David y J.M. Vitck), pg. 1147-1151,, Materials Park, OH, ASM International (1992).

149. **O.T. Midling, O.Grong.** Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 42 (5), pg. 1595 -1609 (1994).

150. **O.T. Midling, O. Grong**. Acta Metallurgica et Materialia. Vol. 42 (5), pg. 1611-1622 (1994).

151. M.J. Cola, C.D. Albright. Inertia Friction Welding of Particulate-reinforced Aluminium Composite. Proc. 3rd Int. Conf. on "Trends in welding research", Gatlinburg, TN, (ed. S.A. David, J.M. Vitek), pg. 1139 -1146 1992, Materials Park, OH, ASM International (1992).

152. O.T. Midling, O. Grong, M. Camping. A First Report on the Microstructural Integrity and Mechanical Performance of Friction Welded Al-SiC Composites. Proc. 12th Riso Int. Symp, on 'Materials Science', (ed. N. Hansen et al.), 1991, pg. 529-534; Roskilde, Denmark, Riso National Laboratory. 153. **R.W. Messler, Jr.** Joining of Advanced Materials. Butterworth-Heinemann. USA (1993)

154. **M.M. Schwartz**. *Introduction to Brazing and Soldering*. ASM Handbook. Vol. 6: Welding, Brazing and Soldering. pg. 109-113. J.R. Davies, K. Ferjutz, N.D. Wheaton, M.S. Woods (ed.). ASM International. Materials Park, OH, USA (1993).

155. M.M. Schwartz. Brazing: For the Engineering Technologist. Chapman & Hall, London.

156. E.B.G. Trehearne. Brazing. British Welding Research Association, London (1956).

157. **M.M. Schwartz**, *Fundamentals of Brazing*. ASM Metal Handbook. Vol 6: Welding, Brazing and Soldering. pg. 114-125. J.R. Davies, K. Ferjutz, N.D. Wheaton, M,S. Woods (ed.). ASM International. Materials Park, Ohio, USA (1993).

158. **A. Ureña**. *Interfases Metal Cerámica*. 1er Curso de Ciencia y Tecnologia de las Superficies de los Materiales Metálicos. Capítulo 5. Ed. Cintro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM). Madrid, Diciembre 1993-Enero 1994.

159. C.J. Thwaites. Capillary Joining Brazing and Soft Soldering. Research Studies, cop. (1982).

160. N. Eustathopoulos, B. Drevet. Mechanisms of Wetting in Reactive Metal/oxide Systems. Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 314. Joining and Adhesion of Advanced Inorganic Materials. pg. 15-26 (1993).

161. R. Warren, C.H. Anderson. Composites. Vol. 15. pg. 101-111 (1984).

162. W. Kohler. Examination of the Bonding of Al_2O_3 - and SiC Crystals with Aluminum and Aluminum Alloys. Aluminum. Vol. 51, pg. 443-447 (1975).

163. J.L. Brennan, J.A. Pask. Journal of the American Ceramic Society. Vol.51, pg. 569-573 (1968).

164. L. Coududier, J. Adorian, D. Pique, N.Eustathopoulos. Rev. Int. Hautes Temp. Réfract. Vol. 21(2), pg. 81-93 (1984).

165. V. Laurent, D, Chatain, E. Eustathopolous. Journal of Materials Science. Vol. 22, pg. 244-250 (1987).

166. **K.A. Thorsen.** Oxide Layers and Wettability. High Technology Joining BABS 5th International Conference Brighton, England. pg. 7/1-7/9 (1987).

167. R. Brooker, E.V. Beatson. Industrial Brazing. London (1953).

168. W.C. Moshier, J.S. Ahearn, D.C. Cooke. Interaction of Al-Si, Al-Ge and Zn-Al Eutectic Alloys with SiC/Al Discontinuously Reinforced Metal Matrix Composites. Journal of Materials Science, Vol. 22. pg. 115-122 (1987).

169. J.S. Ahearn, W.C. Moshier, D.C. Cooke. *Brazing of SiC/Al Composites*. Final Report on Naval Surface Weapons Center Contract # N60921-83-C-0154, Report # MML-TR-84-53 (1984).

170. T.S. Luhman, L R. Williams, K.B. Das. Development of Improved Metal-Matrix Fabrication Techniques for Aircraft Structure. Convair Aerospace Div., General Dynamics Corp., San Diego, CA, Report # AFML-TR-71-181 (1971).

171. **Y. Sugiyama.** *Brazing of Aluminium Alloys.* Welding International, N° 8, pg. 700-710 (1989).

172. J.R. Terrill, C.N. Cochran, J.J. Stokes, W.E. Haupin. Understanding the Mechanisms of Aluminum Brazing Can Improve Results in Production Operations. Welding Journal. pg. 833-839 (December 1971).

173. M.M. Schwartz. Fabrication of Composite Materials Source Book. ASM (1985).

174. **D. Hauser.** Investigation of the Effects of Brazing on the properties of Fiber Reinforced Aluminium Matrix Composites. Batelle Columbus Labs., Columbus, OH, NASA, CR-145096 (April 1977).

175. R.G. Cheatham, D.F. Bulloch, A.L. Dobyns, et al. Development of Fabrication Techniques for Borisc-Aluminum Aircraft Structures. Boeing Co., Seattle, Report. # AFML-TR-72-25 (1972).

176. **R.A. Happe, A.J. Yeast.** Metal Matrix Composites Annual Report. Space Div., North American Rockwell Corp., Los Angeles, Report # SD 68-971 (1968).

177. P.J. Donohue et al. Composite Box Beam Optimization. Gruman Aeroespace Corporation, Bethpage, NY, Report AFML-TR-74-105 (1974).

178. E.M. Breinan, K.G. Kreider. Braze Bonding and Joining of Aluminum Boron Composites. Metals Engineering Quarterly, Vol. 9(4), pg. 5-15 (November 1969).

179. M.F. Miller, J.L. Christian, W.F. Wennhold, E.E. Spier. Design, Manufacture, Development, Test, and Evaluation of Boron/Aluminum Structual Components for Space Shuttle. Convair Aerospace Div., General Dynamics Corp., San Diego, CA, Report #GDCA-DBG73-006, Contract #NAS8-27738 (1973).

180. M.F. Miller, W.H. Schaefer, M.D. Weisinger, et al. Development of Improved Metal-Matrix Fabrication Techniques for Aircraft Structure, Convair Aerospace Div., General Dynamics Corp., San Diego, CA, Report #AFMLTR-71-181, (1971).

181. **Ş. Hersh**. Fatigue of Boron/Aluminum Composites. Convair Aerospace Div., General Dynamics Corp., San Diego, CA, Report #ZZL-72-006, Contract NAS8-27437, (1972).

182. A.R. Roberson, M.F.Miller, C.R. Maikish, Welding Journal, Vol. 38, pg. 446s (1973).

183. H. Morimoto, T. Tanashi, T.Saito, K. Yamada. *Effects of Brazing Temperature on Joint Properties of SiC Fibre Reinforced Aluminium Alloy Matrices.* Proc. of Advanced in Newer Structural Materials, Publ. Pergamon Press, IIW, pg. 137-142 (1990).

184. V.F. Khorunov, V.S. Kutchuk-Yatsenko, I.S. Dykhno, N.V. Kasatkina. Brazing of Sheet Composite Materials. Proc. of Advanced in Newer Structural Materials, Publ. Pergamon Press, IIW, pg. 143-153 (1990).

185. Duralcan, Brazing Guidelines. Duralcan. Alcan Aluminium Ltd (1991).

186. W.A. Anderson. Metallurgical Studies of the Vacuum Brazing of Aluminium. Welding Journal. pg. 314s-318s (October 1977).

187. K. Suganuma, T. Okamoto. Joining of Alumina Short-fibre Reinforced AA6061 Alloy to AA6061 Alloy and to Itself. Journal of Materials Science Vol. 22, pg. 1583-1584 (1987). 188. **D.V. Dunford, A. Wisbey.** *Diffusion Bonding of Advanced Aerospace Metallics.* Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Joining and adhesion of advanced inorganic materials. Vol. 314, pg. 39-51. Materials Research Society (Abr-93).

189. S.J. Harris. Journal of Materials Science and Technology. Vol. 4, pg. 231 (1988).

190. J.T. Niemann, R.A. Garrett. Eutectic Bonding of Boron-Aluminium Structural Components. Part I- Evaluation of Critical Processing Parameters. Welding Journal, pg. 175s-184s (April 1974).

191. R.A. Morley, J. Caruso. Welding Journal, Vol. 59, pg. 29 (1980).

192. P.G. Partridge, D.V. Dunford. The Role of Interlayers in Diffusion Bonded Joints in a Metal Matrix Composite. Journal of Materials Science, Vol. 26, pg. 2255-2258 (1991).

193. P.G. Partridge, M. Shepherd, D.V. Dunford. Statistical Analysis of Particulate Interface Lengths in Diffusion Bonded Joints in a Metal Matrix Composite. Journal of Materials Science Vol. 26, pg. 4953-4960 (1991).

194. D.V. Dunford, P.G. Partridge. Overview: Diffusión Bonding of Al-Li Alloys. Materials Science and Technology, Vol. 8, pg. 385-398 (May 1992).

195. **P.G. Partridge, A. Wisbey, D.V. Dunford.** Superplasticity in Advanced Materials. pg. 699. Osaka, Japon, The Japan Society of Research on Superplasticity (1991).

196. R.S. Bushby, V.D. Scott, R.L. Trumper. Diffusion Bonding of Fibre Reinforced Aluminium. Proceeding.

197. J. Harvey, P.G, Partridge, A. Lurshay. Journal of Materials Science and Engineering. Vol. 79, pg. 79 (1986).

198. **D.W. Livesey, N. Ridley.** Diffusion Bonding. Proceedings International Conference. Cranfield. March, Elsevier. pg. 83 (1991).

199. **D.V. Dunford, C.J. Gilmore, P.G. Partridge.** Effect of Silver Coating Thickness on the Shear Strength of Diffusion Bonded Clad Al-Zn-Mg (7010) Alloy. (1987).

200. T. Enjo, K. Ikeuchi, Y. Morakami, N. Suzuki. Diffusion Bonding of Al-Mg-Si Series 6063 Alloy Reinforced with Alumina Short Fibres. Transactions of JWRI, Vol.6 (2), pg. 57-64 (1987).
201. T. Enjo, et al. Quarterly Journal Japan Welding Society. Vol. 5, pg. 317 (1987).

202. V.R. Ryabov, Yu. V. Pavlenko, T.V. Bogdanova, I.Ya, Dzykovich, G.P. Bolotov, M.T. Borisov. Diffusion Bonding Fibre-reinforced Composite Materials based on Aluminium. Patton Welding Journal. Vol. 4(9-10), pg.557-560 (1992).

203. V.R. Ryabov, T.V. Bogdanova, I.Ya, Dzykovich, G.P. Bolotov. Diffusion Bonding a Dispersion Hardened Aluminum Alloy. The Patton Welding Journal. Vol. 5 (3), pg. 182-187 (1993).

204. **R.S. Bushby, V.D. Scott, R.L. Trumper.** *Joining Particulate Reinforced Aluminium.* Metal matrix Composites. Proceedings of the Ninth International Conference on composite Materials (ICCM/9). Madrid, 12-16 July 1993. Vol. 1, pg. 271-277. Ed. By Antonio Miravete. Universidad de Zaragoza, Woodhead Publishig Limited.

205. A.A. Shizardi, E.R. Wallach. Isostatic Transient Liquid Phase Diffusion Bonding of Aluminium-based Metal Matrix Composite 8090/SiC. Brazing High Temperature Brazing and Diffusion Welding. 4th Int. Conf. DVS 166, pg. 90-93 (1995).

206. A.A. Shizardi, E.R. Wallach. The use of Isostatic Pressing to Improve the Strengh of TLP Diffusion Bonds in Aluminium Based Composites. Trends in Welding Research, Proceedings of the 4th International Conference, pg. 797-802. Gatlinburg, Tenesse (Junio 1995).

207. P. Shewmon. Diffusion in Solids. 2ª Edition. THS (1989).

208. **D.A. Porter, K.E. Easterling**. *Phase Transformation in Metal Alloys*. Van Nostrand Reinhold. U.K.(1983).

209. N.F. Kazakov(ed.). Diffusion Bonding of Materials. Pergamon Press, UK (1985).

210. P.G. Partridge, C.M. Ward-Close. *Diffusion Bonding of Advanced Materials*. Metals and materials, pg. 334-339 (June 1989).

211. F.A. Calvo, A. Ureña, F. Molleda, J.M. Gómez de Salazar, J.A. Criado. Contribución al estudio de la soldadura por difusión. Revista de Soldadura, Vol. 16(3) (1986)

212. S.B. Dunkerton. *Diffusion Bonding - Process and Applications*. Welding & Metal Fabrication. pg. 132-136 (April 1991).

213. A. Ureña. Soldadura por difusion de materiales heterogeneos. Soldadura en fase sólida. Tesis doctoral. U.C.M. (Dic 1987).

214. Y. Zhou, W.F. Gale, T.H. North. Modelling of Transient Liquid Phase Bonding. International Material Reviews. Vol. 40 (5), pg.181-196 (1995).

215. V. Sabathier, G.R. Edwards, C.E. Cross. Kinetic Study of Low-Temperature Transient Liquid Phase Joining of an Aluminium-SiC. Composite Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 25A, pg. 2705-2714 (December 1994).

216. K. Sudhakar. Joining of Aluminium Based Particulate- Reinforced Metal Matrix Composites. Dissertation. The Ohio State University (1990).

217. J.T. Niemann, R.A. Garrett. Eutectic Bonding of Boron-Aluminium Structural Components. Welding Journal, Vol. 53(4), pg.175s-184s (April 1984).

218. **R.A. Happe, A.J. Yeast.** *Metal Matrix Composites. Annual Report.* Space Div. North American Rockwell Corp. Los Angeles, Report SD 68-971, (1968).

219. **R. Klehn**. Joining of 6061 Aluminum Matrix-Ceramic Particle Reinforced Composites. Massachusetts Institute of Technology M. S. Tesis. Department of Materials Science and Engineering (Septiembre 1991).

220. R. Klehn, T.W. Eagar. Weld. Res.Counc.Bull.pg. 385 (Septiembre 1993).

221. K. Ikeuchi, K. Asano. Development of Intermediate Layer for Diffusion Bonding of Continuous Alumina Fiber Reinforced Aluminium Matrix Composite. Transactions of JWRI. Vol. 22 (1), pg. 77-84 (1993).

222. K. Suganuma, T. Okamoto, N. Suzuki. Joining of Alumina Short Fibre Reinforced AA6061 Alloy to AA6061 Alloy and to Itself. Journal of Material Science pg. 1580-1584 (1987)

223. K. Pietrzak. Nature and Morfology of the Joints of Metal Matrix Composites to Metals. ASM Conference on Welding and Joining Science and Technology. pg.374-379, Madrid (Marzo 1997).

224. A.A. Junai, H. Botter, C.A. Brak. Diffusienlassen van Al-SiC Metaal-Matrix Composieten. Lastechniek Jrg., Vol. 57, pg.20-23 (Januari 1991).

225. V. N. Zamkov, et al. Avt. Svarka. Nº 9, pg.37-41 (1988).

226. W.H. Cublerly et al. (Ed.). Metals Handbook. Vol:2. Properties and Selection. Nonferrous alloys and Pure Metals. Ninth edition. ASM. USA (1979).

227. Duralcan. Duralcan Composites for Wrought Products. Mechanical and Ohysical Property Data SI Units. Duralcan. Alcan Aluminium Ltd (1993).

228. M.J. Starink and P.J. Gregson. A Quantitative Interretation of DSC Experiments on Quenched and Aged SiCp Reinforced 8090 Alloys. Scripta Metallurgica et Materialia. Vol. 33, Nº 6, pg. 893-900 (1995).

229. M.J. Starink, A.J. Hobson and P.J. Gregson. DSC Sample Preparation for Al-based Alloys. Scripta Materialia. Vol. 34, pg. 1711-1716 (1996).

230. J. Quiñones. Soldadura por Difusión de la Aleación Base Al-Li AA8090. Tesis doctoral. UCM, Madrid 1994.

231. T.B. Massalski (ed.). Binary Alloys Phase Diagrams. ASM (1986).

232. D V Dunford, P G Partridge, C.J Gilmore. *Diffusion Bonding of Al-Li 8090 Alloy*.
2nd International Conference on Diffusion Bonding Applications, Cranfield, UK (28-29 Marzo 1990).

233. P.G.Patridge, D.V.Dunford. Journal of Materials Science, Vol. 22 pg. 1597-1608 (1987).

234. **D.W. Livesey, N. Ridley**. *Diffusion Bonding of Superplastic Aluminium Alloys Using a Transient Liquid Phase Interlayer (Zinc)*. Proceedings of Diffusión Bonding Applications. Cranfield Institute of Technology. Cranfield, Bedford UK (28-29 Marzo 1990)

235. G. Carrión. Caracterización de la Soldadura por Difusión a Baja Temperatura de la Aleación Ti-6Al-4V de Calidad Superplástica. Tesis doctoral. U.C.M. (1992).

236. J.J. Martín Santa Cecilia. Caracterización Microestructural Química y Mecánica de la Intercara de Unión en Chapas de AA 8090 Superplásticas Soldadas por Difusión, Memoria de licenciatura. U.C.M. (1994).

237. M.P. Thomas and J.E.King. Effect of Thermal and Mechanical Processing on Tensile Properties of Powder Formed 2124 Aluminium and 2124 Al-SiCp Metal Matrix Composite. Materials Science and Technology. Vol. 9, pg. 742-753 (September 1993).

238. E.P.Hunt, P.J.Gregson, P.D. Pitcher & C.J.Peel. The Effects of Ageing on the *Physical and Mechanical Properties of Particulate Reinforced Aluminium Alloys*. Scripta Metallurgica et Materialia. Vol. 25, pg. 2769-2774 (1991).

239. D.A. Skoog, J.J. Leary. Análisis instrumental. 4ª ed. McGraw/Hill. Méjico (1994).

240. D.L. Keller, M.M. McDonald, C.R. Heilple, C.R. Johns, W.E. Hofmann. *Wettability of Brazing Filler Metals.* Welding Journal. Vol. 69, pg. 31-34. (1990).

241. A. Sakamoto. Wetting in Vacuum-Inert Gas Partial Pressure Atmosphere Brazing. Welding Journal, pg.272s-281s (October 1983).

242. W. Feduska. *High Temperature Brazing Alloy*. Base Metal Wetting Reactions. Welding Journal, Vol. 38 (3), pg. 122s-130s (1959).

243. G. Humpston, D.M. Jacobson. *Principles of Soldering and Brazing*. ASM International. Materials Park. Ohio (1993).

244. S.D. Brandi, S. Liu, J.E. Indacochea, R. Xu. Brazeability and Solderability of Engineering Materials. ASM Metal Handbook. Vol.6: Welding, Brazing and Soldering. Ed. by J.R. Davies et al. ASM International. Materials Park, Ohio, USA (1993).

245. ANSI/AWS C 3.2-82. Standard Method for Evaluating the Strength of Brazed Joints in Shear. American National Standards Institute. (29-7-1982)

246.S.K.Shang, R.O. Ritchie. Metallurgical Transactions A. Vol. 20 A, pg.897 (1989).

247. N. Han, G. Pollard, R. Stevens. Interfacial Structure and Fracture of Aluminium Alloy A356-SiC Particle Metal Matrix Composite. Materials Science and Technology Vol. 8 pg. 184-187 (February 1992).

248. M. Vedani, E. Gariboldi, G.Silva, C. Di Gregorio. Influence of Interface Properties on Mechanical Behaviour of Particle Reinforced Metal Matrix Composite. Materials Science and Technology, Vol. 10, pg. 132-140 (Febrero 1994).

249.**D. Webster**. Effect of Lithium on the Mechanical Properties and Microestructure of SiC Whisker Reinforced Aluminium Alloys. Metallurgical Transactions. Vol. 13A, pg. 1511-1519 (August 1982).

250. A. Ureña, J.M. Gómez de Salazar, J. Quiñones, J.J. Martin. Scripta Matellurgica (1996).

251. M.G. Nicholas. Surfaces and Interfaces in Ceramic. Proc. Conf. Lle de Oliron. France, 4-6 Sept. 1988. Klunm Academic Publisher, pp. 393-417 (1989)

252. D.J. Schmartz. Grain Boundary Penetration During Brazing of Aluminum. Welding Research Journal. pp. 267s-271s (Oct 1983)

438 Soldadura de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio...

253. J.T. Klomp. *Thermodynamics and Chemistry of Ceramic-Metal Interfaces*. Surfaces and Interfaces of Ceramic Materials. Ed. Por L.C. Dufourd et al. Klimwer Academic Publisher. Norwell, M.A. pg. 375-392 (1989).

254. N. Han, G. Pollard, R. Stevens. *Microstructural Characterization of Sand Cast Aluminium Alloy A356-SiC Particle Metal Matrix Composite*. Materials Science and Technology. Vol. 8 pg. 52-56 (January 1992).