

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

Dpto. de Ciencia de los Materiales

e Ingeniería Metalúrgica



**SOLDADURA DE MATERIALES COMPUESTOS DE
MATRIZ DE ALUMINIO CON REFUERZO
DISCONTINUO: SOLDADURA POR DIFUSIÓN Y
SOLDADURA FUERTE.**

M^a Dolores Escalera Rodríguez

Tesis Doctoral

Madrid, Septiembre 1997

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

Dpto. de Ciencia de los Materiales

e Ingeniería Metalúrgica

***SOLDADURA DE MATERIALES COMPUESTOS DE
MATRIZ DE ALUMINIO CON REFUERZO
DISCONTINUO: SOLDADURA POR DIFUSIÓN Y
SOLDADURA FUERTE.***

Memoria que para optar al grado de
Doctora en Ciencias Químicas, presenta
M^a Dolores Escalera Rodríguez

Directores:

Prof. Dr. D. Alejandro Ureña Fernández
Prof. Dr. D. José María Gómez de Salazar y Caso de los Cobos

Madrid, Septiembre 1997

Agradecimientos

Al terminar este trabajo de investigación, quiero agradecer sinceramente su apoyo y ayuda a cuantos lo han hecho posible de una u otra forma.

A los directores de este trabajo, los profesores D. Alejandro Ureña y D. José María Gómez de Salazar, no sólo por su excelente dirección investigadora, sino porque sin su confianza, dedicación, estímulo y amistad, este trabajo no hubiera sido posible.

A CICYT, proyecto MAT 93/0210 por el soporte económico para la realización de este trabajo de investigación.

Al Welding Institute, por haber puesto a mi disposición medios que fueron importantes para la realización de este trabajo.

Al Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica por haber puesto a mi disposición los recursos necesarios para la realización del presente trabajo de investigación.

Al Director y demás profesores del Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica porque durante años me enseñaron cuanto sé y que me prestaron su apoyo y consejo cuando fue necesario.

A mis compañeros y amigos del Departamento, por evitar con su esfuerzo y su buen ánimo que algún obstáculo impidiera la marcha de este trabajo. Por los esfuerzos compartidos en tantos momentos y por su ayuda y colaboración.

A mi familia, que ha eliminado cualquier dificultad para que pudiera dedicarme a trabajar en esta investigación apoyándome y ayudando en todo momento.

A todos los que me han apoyado y animado durante la realización de este trabajo.

*A todos aquellos a
quienes debo lo que soy.*

Indice

I.-	Objetivos	1
II.-	Introducción	7
II.1.-	Materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo discontinuo	9
II.1.1.-	Antecedentes y situación actual	13
II.1.2.-	Refuerzos	14
II.1.2.1.-	Tipos de refuerzo	16
II.1.3.-	Efecto del refuerzo sobre las propiedades. Interfase matriz partícula ..	19
II.1.3.1.-	Termodinámica y cinética de las reacciones interfaciales	22
II.1.4.-	Métodos de fabricación	28
A)	Colada	29
B)	Pulvimetalurgia	35
C)	Procesado secundario	36
II.1.5.-	Propiedades físicas y mecánicas	38
II.1.5.1.-	Propiedades físicas	39
II.1.5.2.-	Propiedades mecánicas	40
II.1.6.-	Tratamientos térmicos	49
II.1.6.1.-	Aleaciones Al-Cu y Al Cu-Mg	53
II.1.6.2.-	Aleaciones Al-Mg-Si	54
II.1.6.3.-	Aleaciones Al-Zn-Mg	55
II.1.7.-	Aplicaciones	55
II.2.-	Soldadura de MMCs	58
II.2.1.-	Procesos de soldadura con fusión	58
II.2.1.1.-	Soldadura por arco.	65
II.2.1.2.-	Soldadura por láser.	73
II.2.1.3.-	Soldadura por haz de electrones	76
II.2.1.4.-	Soldadura por descarga de condensadores	78
II.2.1.5.-	Soldadura por resistencia	79
II.2.1.5.1.-	Soldadura a tope por chisporroteo	83
II.2.1.6.-	Soldadura arco plasma	83

II.2.2.- Soldadura heterogénea y soldadura en estado sólido	84
II.2.2.1.- Soldadura por fricción	84
II.2.2.2.- Soldadura por ultrasonidos	87
II.2.2.3.- Soldadura heterogénea (soldadura fuerte y blanda)	88
II.2.2.3.1.- Mojabilidad y propagación. Ecuación de Young-Dupré	89
II.2.2.3.2.- Influencia del fundente y de la atmósfera en la soldadura fuerte de materiales compuestos.	96
II.2.2.3.3.- Estudios de soldadura fuerte y soldadura blanda de materiales compuestos	98
II.2.2.4.- Soldadura por difusión	106
II.2.2.4.1.- Definición y mecanismos	106
II.2.2.4.2.- Factores controlantes	110
II.2.2.4.2.1.- Estado superficial	110
II.2.2.4.2.2.- Temperatura	113
II.2.2.4.2.3.- Presión	114
II.2.2.4.2.4.- Tiempo	116
II.2.2.4.3.- Soldadura por difusión en materiales compuestos de matriz de aluminio	116
II.2.2.4.3.1.- Soldadura por difusión en estado sólido	116
II.2.2.4.3.2.- Soldadura por difusión con fase líquida transitoria (TLP)	118
III.- Procedimiento experimental	127
III.1.- Materiales base	129
III.2.- Ensayos de caracterización de los materiales de partida	130
III.2.1.- Tratamientos térmicos de solubilización y envejecimiento. Microdurezas	130
III.2.2.- Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	131
III.3.- Ensayos de soldadura por difusión	132
III.3.1.- Intermediarios utilizados	132
III.3.2.- Preparación de las probetas de soldadura	136
III.3.3.- Ensayos de soldadura por difusión.	141
III.3.3.1.- Ciclos de soldadura	143

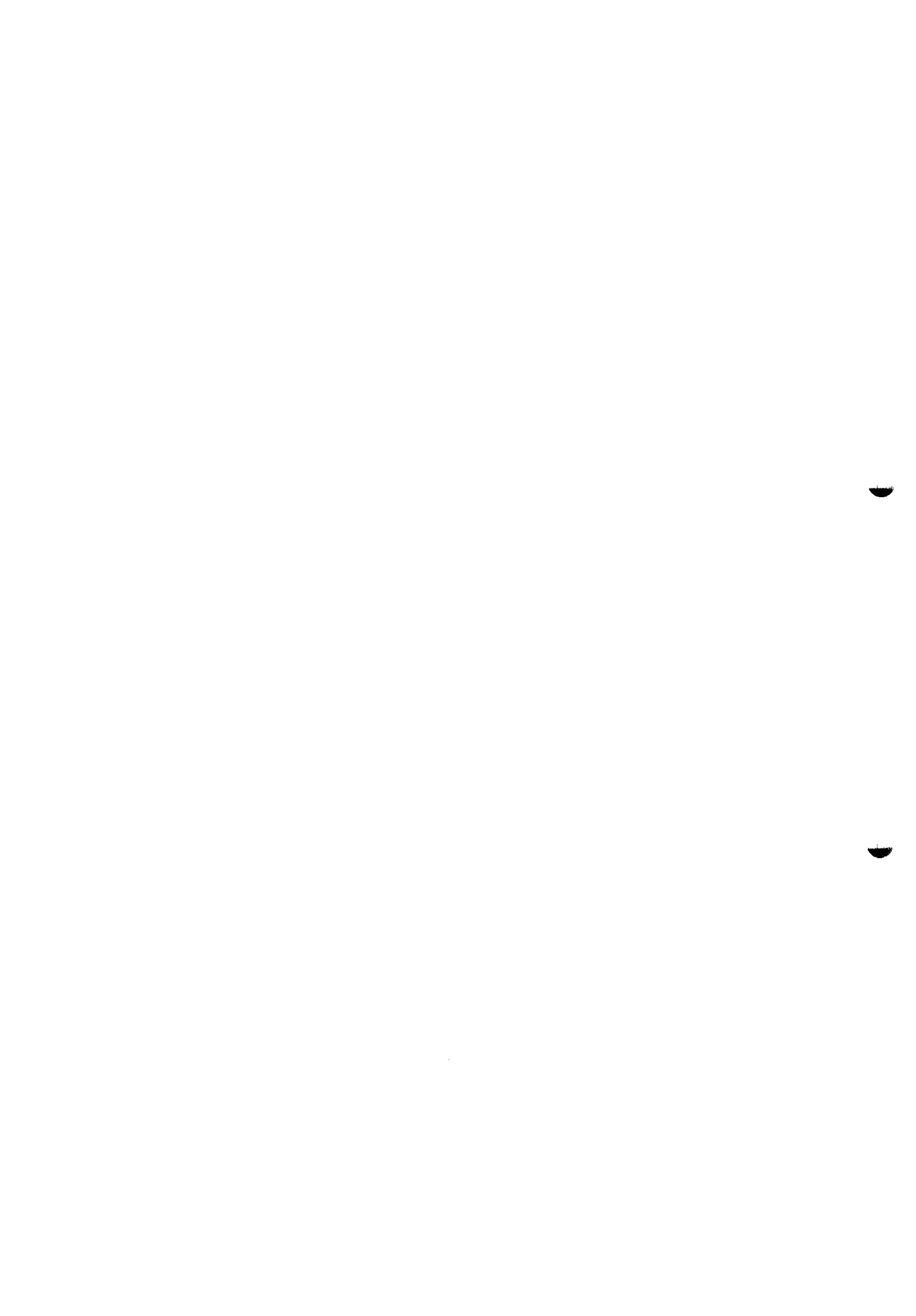
III.3.3.2.- Tratamientos térmicos post-soldadura	145
III.4.- Ensayos de soldadura fuerte	149
III.4.1.- Selección de los aportes.. . . .	149
III.4.1.1.- Ensayos de análisis térmico diferencial (ATD)	150
III.4.2. Fundentes	152
III.4.3. Ensayos de mojabilidad. Soldadura en horno.	153
III.4.4.- Ensayos de soldadura fuerte en T	157
III.4.5.- Tratamientos térmicos postsoldadura.	158
III.4.6.- Ensayos de soldadura fuerte a solape simple	159
III.4.6.1.- Ensayos de solape en horno	160
III.4.6.2.- Ensayos de solape a la llama	161
III.5.- Técnicas de caracterización microestructural	162
III.5.1.- Preparación de las muestras	162
III.5.2.- Microscopía óptica	164
III.5.3.- Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)	165
III.5.4.- Microscopía electronica de transmisión (TEM)	165
III.6.- Técnicas de caracterización mecánica	168
III.6.1.- Caracterización mecánica de los materiales base	168
III.6.2.- Ensayos de cizalladura	169
III.6.3.- Ensayos de dureza y microdureza	171
IV.- Resultados y discusión	173
IV.1.- Caracterización de los MMCs.	175
IV.1.1.- Microestructura de los materiales base	175
IV.1.1.1.- Microestructura de 2124/SiC/12,5w	176
IV.1.1.2.- Microestructura de AA2014/SiC/XXp	180
IV.1.1.3.- Microestructura de AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp	184
IV.1.1.3.1.-Material compuesto A6061/Al ₂ O ₃ /10p	186
IV.1.1.3.2.- Material compuesto AA6061/Al ₂ O ₃ /20p	186
IV.1.1.4.- Microestructura de AA7005/Al ₂ O ₃ /10p	187
IV.1.1.5.- Comparación de las microestructuras	188

IV.1.2.- Determinación de la cinética de precipitación en los MMCs envejecibles	190
IV.1.3.- Estudio de las intercaras matriz partícula. TEM.	195
IV.1.3.1.- AA2124/SiC/12,5w	196
IV.1.3.2.- AA2014/SiC/XXp	202
IV.1.3.3.- AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp	204
IV.1.4.- Caracterización mecánica de los materiales base	207
IV.1.4.1.- Fractografía	208
A) AA2124/SiC/12,5w	209
B) AA2014/SiC/XXp	210
C) AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp	212
D) AA7005/Al ₂ O ₃ /10p	214
IV.1.5.- Conclusiones parciales	216
IV.2.- Soldadura de materiales compuestos de la serie 2XXX con refuerzo de SiC	219
IV.2.1.. Soldadura por difusión	219
IV.2.1.1.-AA2124/SiC/12,5w	
IV.2.1.1.1- Estudio microestructural de la unión.	219
IV.2.1.1.1.1.- Intermediario Supral 100	220
IV.2.1.1.1.2.- Intermediario AA 8090	230
IV.2.1.1.1.3.- Intermediario plata	242
IV.2.1.1.2.- Caracterización mecánica de las uniones soldadas	248
IV.2.1.1.3.- Caracterización de las superficies de fractura	251
IV.2.1.1.3.1.- Intermediario AA 8090	251
IV.2.1.1.3.2.- Intermediario Supral 100	253
IV.2.1.1.3.3.- Intermediario plata	254
IV.2.1.2.- AA2014/SiC/XXp	256
IV.2.1.2.1.- Estudio microestructural de las uniones.	256
IV.2.1.2.1.1.- Intermediario plata	257
IV.2.1.2.1.2.- Intermediario AA 8090	262
IV.2.1.2.2.- Caracterización mecánica de las uniones	267

IV.2.1.2.3.- Caracterización de las superficies de fractura	268
IV.2.1.2.3.1.- Intermediario AA 8090	269
IV.2.1.2.3.2.- Intermediario plata	272
IV.2.1.3.- Conclusiones parciales	272
IV.2.2.- Soldadura heterogénea. AA 2014/SiC/XXp	277
IV.2.2.1.- Selección y caracterización de los materiales de aporte	277
IV.2.2.1.1.- Ensayos de ATD	279
IV.2.2.1.2.- Microestructura de los aportes seleccionados	281
IV.2.2.1.2.1.- Microestructura del material de aporte Zn-3Al	282
IV.2.2.1.2.2.- Microestructura del material de aporte Zamak 3	284
IV.2.2.1.2.3.- Microestructura del material de aporte Zamak 5	286
IV.2.2.2.- Ensayos de mojabilidad	287
IV.2.2.2.1.- Material de aporte Zn-2Al	287
IV.2.2.2.2.- Material de aporte Zamak 5	290
IV.2.2.2.3.- Material de aporte Zamak 3	293
IV.2.2.3.- Microestructura de los ensayos de gota	297
IV.2.2.3.1.- Aporte Zn-3Al	297
IV.2.2.3.2.- Aporte Zamak 5	306
IV.2.2.3.3.- Aporte Zamak 3	310
IV.2.2.4.- Ensayos de soldadura fuerte realizados a la llama	314
IV.2.2.4.1.- Aporte Zn-3Al	315
IV.2.2.4.1.1.- Material sin reforzar AA2014	315
IV.2.2.4.1.2.- Material AA2014/SiC/6P	317
IV.2.2.4.1.3.- Material AA2014/SiC/20P	320
IV.2.2.4.2.- Aporte Zamak 3	323
IV.2.2.4.3 - Aporte Zamak 5	327
IV.2.2.5.- Conclusiones parciales	330
IV.3.- Soldadura de materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo de alúmina	
IV.3.1.- Soldadura por difusión de AA 6061/Al ₂ O ₃ /XXp con AA8090	333
IV.3.1.1.- Rugosidad	333

IV.3.1.2.- Estudio microestructural de las uniones.	335
IV.3.1.2.1.- Uniones heterogéneas	335
IV.3.1.2.1.1.- AA6061/Al ₂ O ₃ /10P	336
IV.3.1.2.1.2.- AA6061/Al ₂ O ₃ /20P	344
IV.3.1.2.1.3.- Perfiles de dureza	347
IV.3.1.2.2.- Soldaduras homogéneas	349
IV.3.1.3.- Resistencia a la cizalladura de las uniones	
ensayos mecánicos. Superficies de fractura	352
IV.3.1.4.- Conclusiones parciales	354
IV.3.2.- Soldadura por difusión TLP de AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp	357
IV.3.2.1.- Estudio de la microestructura de las uniones soldadas	359
IV.3.2.2.- Ensayos mecánicos. Ensayos de cizalladura	366
IV.3.2.3.- Estudio de las superficies de rotura	368
IV.3.2.4.- Conclusiones parciales	369
IV.3.3.- Soldadura fuerte (AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp y AA7005/Al ₂ O ₃ /10p) ..	371
IV.3.3.1.- Selección y caracterización del material de aporte.	371
IV.3.3.1.1.- Ensayos de ATD	371
IV.3.3.1.2.- Microestructura del material de	
aporte BalSi-4 (AA4047)	373
IV.3.3.2.- Ensayos en horno	374
IV.3.3.2.1.- Ensayos de gota (mojabilidad).	374
IV.3.3.2.1.1.- Estudio de la microestructura de los	
ensayos de gota	379
IV.3.3.2.2.- Ensayos en T	391
IV.3.3.2.2.1.- Tratamiento térmico postsoldadura.	
Microdureza	396
IV.3.3.3.- Ensayos mecánicos. Fractografía	400
IV.3.3.4.- Conclusiones parciales	404
V.- Conclusiones finales	407
VI.- Bibliografía	415

I.- Objetivos



I.- Objetivos

Los materiales compuestos de matriz metálica (MMCs) han despertado en los últimos años un gran interés desde el punto de vista científico y tecnológico debido a que, por sus especiales características, pueden sustituir ventajosamente a otros materiales en industrias tales como las del transporte (aeronaves, automoción, etc.), química y petroquímica, material deportivo, etc. En este tipo de industrias, existe la necesidad de utilizar materiales que presenten unas elevadas propiedades en cuanto a su relación resistencia-peso, con los que se puedan construir estructuras ligeras que permitan el ahorro de combustible, lo que supone reducción de los costos. Los materiales compuestos resultan, en principio, especialmente adecuados para estas aplicaciones ya que la combinación del refuerzo cerámico, capaz de soportar cargas elevadas, con una matriz ligera como el aluminio, les proporciona las propiedades mecánicas adecuadas.

Estos materiales poseen, además, otras propiedades que resultan de interés para muchas aplicaciones, como una relación de resistencia al desgaste-peso elevada.

Su enorme potencial como material estructural fue, por tanto, la razón de que se eligieran como objeto de estudio de esta tesis doctoral. Dentro del amplio campo que abarcan estos materiales, se consideraron de gran interés los materiales compuestos de matriz de aluminio y más particularmente los de refuerzo discontinuo. Esta clase de materiales que presentan una combinación de buenas propiedades con un costo de fabricación más reducido que los reforzados de forma continua, debido a que son relativamente fáciles de fabricar, son los que han experimentado un mayor desarrollo. Tienen además la ventaja de que pueden ser sometidos a las técnicas tradicionales de procesado secundario.

Una de las dificultades mayores que presentan los MMCs para su aplicación industrial es la soldadura. Los materiales compuestos presentan serios problemas en cuanto a su unión con los métodos tradicionales que implican fusión debido a sus especiales características. La alteración de la microestructura que llevan aparejados los procesos de soldadura en fase líquida es perjudicial para las propiedades del material y se pueden producir reacciones del

refuerzo con la matriz que lo consuman y produzcan la aparición de fases no deseables. En el caso concreto de matrices de aluminio, se trata de un metal muy reactivo que es capaz de reducir a muchos óxidos y carburos, por lo que reaccionará con la mayor parte de los materiales empleados como refuerzo.

Por esta razón, se ha considerado el estudio de la soldadura de estos materiales por distintas técnicas que no produzcan la fusión de la matriz metálica y que, por tanto, limiten este tipo de reacciones. Las técnicas elegidas han sido la soldadura por difusión, tanto en estado sólido como en fase líquida transitoria (TLP), y la soldadura fuerte.

En los materiales compuestos con matriz de aluminio, las dificultades en la soldadura se incrementan debido a la existencia sobre el material de una capa de alúmina adherente, dura, resistente y que no desaparece a las temperaturas de soldadura. Dicha capa actúa como barrera a la difusión y al mojado, y se debe evitar su formación durante el proceso de soldadura.

El objetivo primordial, por tanto, de esta tesis doctoral es el estudio de la soldabilidad de los materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados de forma discontinua con cerámicos, utilizando para ello técnicas de soldadura que no originen la fusión del material soldado, como es el caso de los procesos de soldadura por difusión (en estado sólido y en fase líquida transitoria) y los procesos de soldadura heterogénea (soldadura fuerte y soldadura blanda). Para ello se establecieron cuatro objetivos básicos:

1. **Analizar la respuesta frente a las técnicas de soldadura indicadas de diferentes materiales compuestos. Comparar la soldabilidad entre sí y con las aleaciones sin reforzar.**

Para ello, se seleccionaron distintos tipos de materiales compuestos entre los que actualmente existen en el mercado, con el objeto de evaluar la influencia de los distintos tipos de matriz (aleaciones de aluminio de las series 2XXX, 6XXX y

7XXX), de la naturaleza (alúmina y carburo de silicio), forma (whiskers y partículas) y porcentaje de refuerzo, sobre la soldabilidad de estos materiales.

2. **Establecer cuáles son las condiciones óptimas para cada uno de estos tipos de soldadura en las cuales se produce la mejor unión.**

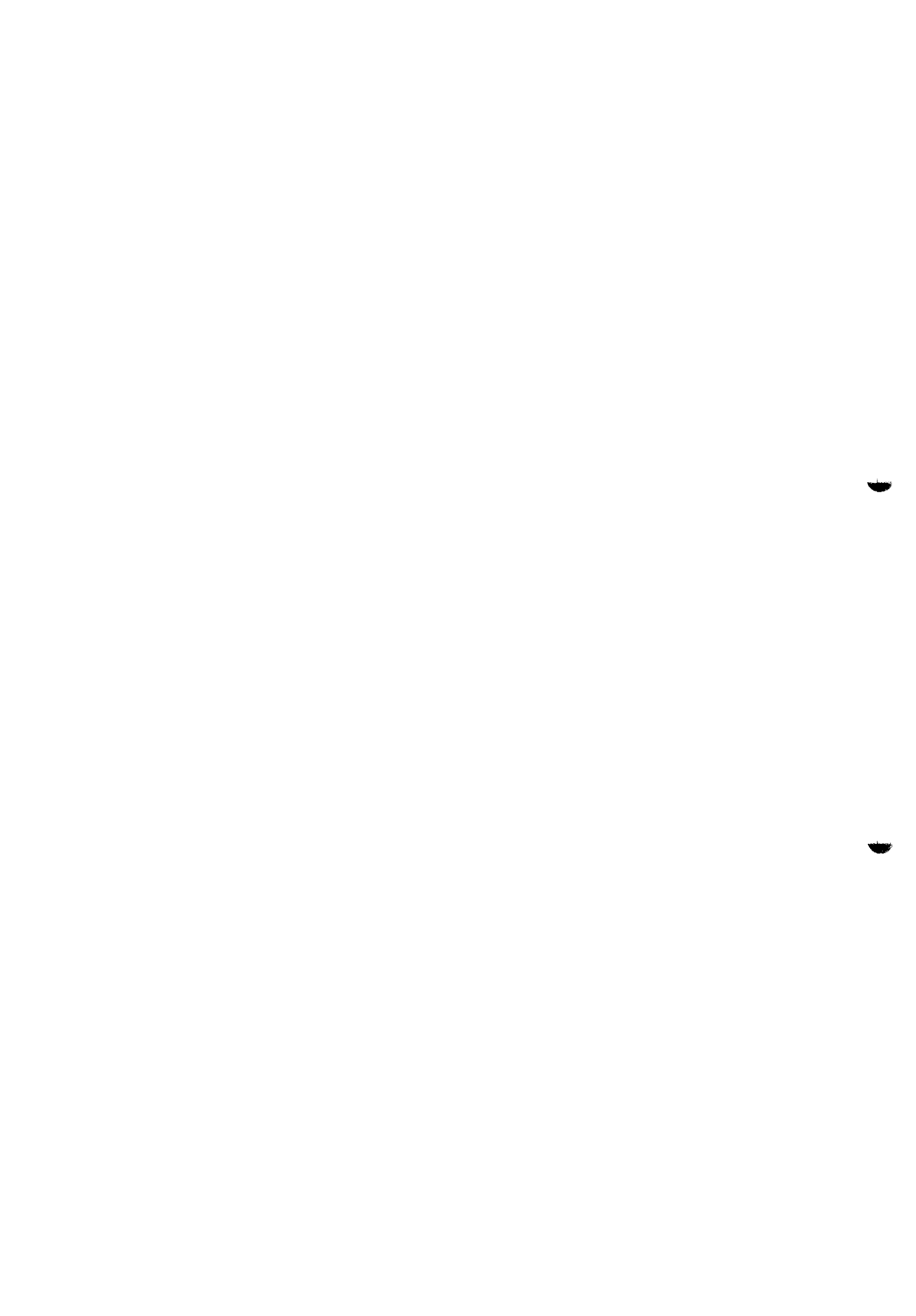
Se trata de seleccionar las condiciones de soldadura con las cuales se obtienen uniones resistentes, así como de encontrar el intermediario o material de aporte adecuado en cada caso. En el caso de la soldadura por difusión las variables que hay que establecer son el tiempo, la temperatura, la presión aplicada, etc... mientras que en el caso de la soldadura fuerte son determinantes los procesos de mojado y cómo éstos se ven afectados por la presencia de un refuerzo cerámico.

3. **Analizar el comportamiento de las intercaras de soldadura formadas.**

Este análisis debe realizarse tanto desde el punto de vista microestructural como de propiedades mecánicas.

4. **Estudiar el efecto que, sobre la interfase matriz-partícula, tienen los distintos tipos de soldadura estudiados.**

Este último punto es muy importante ya que esta interfase actúa como transmisora de los esfuerzos desde la matriz a la partícula, condicionando las propiedades mecánicas del material. Por tanto, es fundamental conocer cuál es la evolución que sufre durante el proceso de soldadura, qué tipo de reacciones se producen, cómo afecta a esta intercara el aporte de nuevos elementos que provienen de los intermediarios o aportes y cómo pueden afectar todos estos factores a su resistencia.



II.- Introducción



II.- Introducción

Resulta complejo definir lo que es un *material compuesto* ya que, dentro de esta denominación común, se incluyen materiales muy diversos con propiedades, características y composición muy distintas. Se pueden encontrar una gran variedad de estas definiciones en la bibliografía (1). De forma general, se puede decir que *un material compuesto es aquél formado por dos o más fases que son química y/o físicamente distintas entre sí, con una intercara clara de separación entre ellas*. Esta definición es excesivamente amplia y podrían incluirse en ella materiales que realmente no son materiales compuestos, como es el caso de las aleaciones reforzadas por precipitación.

Otra definición algo más específica es la que los considera como *materiales estructurales fabricados a partir de dos o más componentes diferentes* (2). Los componentes pueden ser materiales de naturaleza orgánica, inorgánica o metálica. En general, se puede decir que los materiales compuestos están formados por una fase **matriz**, que es continua y que rodea a la fase **reforzante**. Esta combinación proporciona al material resultante unas propiedades únicas, mejores que las de cualquiera de sus componentes por separado y que se pueden adaptar a las necesidades del consumidor.

II.1.- Materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo discontinuo

Dentro del gran grupo que constituyen los materiales compuestos se encuentran los de matriz metálica (MMCs) que abarcan una amplia gama de materiales con gran variedad de escalas y de microestructuras. Como rasgo general, se puede indicar que están constituidos por una matriz metálica continua y el refuerzo que usualmente es un cerámico (p.e. alúmina, carburo de silicio) aunque en ocasiones se han utilizado metales refractarios al efecto (p.e. W, etc...). El refuerzo, que puede constituir del 10 al 70 % del volumen total del material, puede ser continuo (fibra larga), o discontinuo (fibra corta, whiskers o partículas).

En los materiales compuestos de refuerzo discontinuo, la matriz proporciona la baja densidad, buena ductilidad y resistencia a la fractura, mientras que el refuerzo actúa

elevando el módulo elástico del material, e incluso puede aumentar la resistencia y mejorar el comportamiento a fricción. Este tipo de refuerzo proporciona una menor mejora en las propiedades que las fibras, pero tiene la ventaja de que con él, pueden diseñarse MMCs con un comportamiento tanto isotrópico como anisotrópico y, además, son mucho más baratos y versátiles.

Dentro de los materiales compuestos de matriz metálica, los que más interés comercial han despertado se basan en matrices de aleaciones de aluminio. Esto es debido a la combinación de reducida densidad (Tabla II.1), elevada resistencia a la corrosión, buenas propiedades mecánicas (Tabla II.2) y bajo coste que poseen las aleaciones de aluminio. La temperatura de fusión del aluminio es suficientemente alta para satisfacer los requerimientos de la mayoría de las aplicaciones sin que el proceso de fabricación se vea encarecido. Además, el aluminio es capaz de acomodar a un gran número de refuerzos cerámicos o metálicos, aunque los más utilizados en la fabricación de MMCs son SiC y Al₂O₃.

Tabla II.1 Propiedades físicas de algunas aleaciones de aluminio

Aleación y T.T.	ρ (Kg/m ³)	T _f (K)	CTE ($\mu\epsilon$ /K)	C.T. (W/mK)
Al (1100)	27	933	23,6	230
Al-Cu 2014 (T6)				
2124 (T6)	28	915	23,6	190
Al-Mg-Si 6061	27	925	23,6	180
Al-Zn. 7075	28	925	22,0	130
Al-Li 8090	25,5	930		

ρ = Densidad, T_f = Temp. de fusión; CTE = Coef. de expansión térmica (α); C.T. = Conductividad térmica.

Entre las aleaciones de aluminio más utilizadas para la fabricación de materiales compuestos, cabe destacar las aleaciones de forja de las series 2XXX, 6XXX y 7XXX, así como algunas aleaciones de aluminio-litio como la 8090 y algunas aleaciones de moldeo Al-Si.

Tabla II.2 Propiedades mecánicas de algunas aleaciones de aluminio (3)

Aleación y T.T.		$\sigma_{0,2}$ (MNm^{-2})	σ_{rotura} (MNm^{-2})	%e	E (GPa)	ν
Al	(1100)		170		70	0,33
Al-Cu	2014 (T6)	475	524	13	73	0,33
	2124 (T6)	325	470	12	73	0,33
Al-Mg-Si	6061 (T6)	275	380	20	70	0,33
Al-Zn.	7075 (T6)	505	570	10	72	0,33
Al-Li	8090 (T6)	415	485	7	80	0,33

σ_r = Carga de rotura; E = Modulo de Young; ν = Módulo de Poisson

Una de las características básicas de las matrices de aleación de aluminio es que son esencialmente homogéneas y pueden presentar una estructura de grano fino una vez deformadas y recristalizadas. Por ello, el material resultante, si el refuerzo está bien distribuido, es a su vez muy homogéneo. Las limitaciones de anisotropía, normalmente asociadas a metales hexagonales compactos como magnesio, titanio y berilio, no aparecen debido a que la estructura cristalográfica de aluminio es cúbica centrada en las caras (4).

Entre las aleaciones antes citadas, las de la serie 2000 (Al-Cu) se consideran de alta resistencia debido a que son endurecibles por precipitación y se pueden mejorar sus características, combinando el envejecimiento con la deformación en frío. La presencia de cobre en estas aleaciones reduce su resistencia a la corrosión.

Las aleaciones de la serie 6000 (Al-Mg-Si) suelen ser muy empleadas como aleaciones estructurales de media resistencia, presentando, además, una serie de ventajas adicionales como son: buena soldabilidad, elevada resistencia a la corrosión siendo inmunes al agrietamiento por corrosión bajo tensión. Dentro de esta familia de aleaciones, cabe destacar un grupo cuya composición se caracteriza por poseer unas cantidades de Mg y Si, que cumplen la relación $\text{Mg}:\text{Si} \approx 1.73:1$, la cual se corresponde a la estequiometría para formar la fase Mg_2Si ; caracterizándose, además, porque la suma $\text{Mg}+\text{Si}$ supera el 1.4% en peso. Dentro de este grupo, la más empleada es la 6061 (Al-1Mg-0.6Si) a la cual se le

añade 0.25% en Cu para mejorar sus propiedades mecánicas y 0.2% Cr para contrarrestar la reducción de resistencia a la corrosión por la adición de Cu.

Este tipo de aleación ha sido empleado como matriz en la fabricación de MMC. Por ejemplo, se puede aumentar su baja rigidez y dureza adicionando partículas de un material cerámico con un gran módulo como es el caso de la Al_2O_3 . Los MMC de esta aleación poseen una resistencia intermedia, una buena resistencia a la corrosión y una soldabilidad aceptable desde el punto de vista del comportamiento metalúrgico de la matriz.

Dentro de las aleaciones de alta-media resistencia Al-Zn-Mg, la 7005 es de las más empleadas. Se trata de una aleación soldable (al no contener Cu), con contenido medio en Mg inferior a 1.5% en peso. Posee una resistencia y dureza intermedia. Puede extruirse y no es sensible al temple. Puede soldarse sin necesidad de completar el tratamiento de recocido (5).

Estos materiales son sensibles a agrietamientos por corrosión bajo tensión (6). Esta sensibilidad es de la misma magnitud que la de la matriz sin reforzar y posiblemente función de la química de la matriz. La corrosión está relacionada con la proporción de Mg-Zn, así como con el contenido total de estos dos elementos en la aleación. También afectan los parámetros de extrusión y el tratamiento térmico que hacen variar el tamaño de grano y la segregación local.

A lo largo de este trabajo de investigación, se utilizará para identificar los materiales compuestos una nomenclatura desarrollada por la Aluminium Association (USA) (7) que ha sido adoptada por el American National Standard Institute (ANSI 35.5-1992). Según ésta, el nombre de un MMC consta de cuatro partes: designación de la aleación matriz, material reforzante, porcentaje en volumen de refuerzo y morfología del mismo:

matriz/refuerzo/% en volumen forma (w=Whiskers, p=partícula, f=fibra)

Por ejemplo AA 2124/SiC/12,5w describe la aleación de aluminio de denominación AA 2124 (aluminio-cobre) reforzada con un 12,5% en volumen de carburo de silicio en forma de whiskers utilizada en esta investigación.

II.1.1.- Antecedentes y situación actual

Aunque el concepto de material compuesto es relativamente moderno, se pueden encontrar ejemplos de materiales compuestos de matriz metálica incluso en las más antiguas civilizaciones (8). A modo de ejemplo, se puede citar el hallazgo en Cayonu (Turquía) de leznas de cobre que datan aproximadamente del año 7000 A.C. fabricadas por un proceso de laminación y forja sucesiva que genera una microestructura constituida por un elevado número de inclusiones no metálicas alargadas.

Sin embargo, el concepto moderno de material compuesto surgió más recientemente. En primer lugar se desarrollaron los materiales compuestos de matriz polimérica, coincidiendo con el gran impulso de los materiales plásticos durante los años 20 y 30. Como respuesta a una demanda de materiales más ligeros y resistentes para industrias como la aeroespacial, la del transporte, la de la energía y la de construcción civil, en los años 50 y 60, se comenzó a experimentar con otro tipo de matrices, entre ellas las metálicas. En primer lugar, se desarrolló la tecnología del endurecimiento por dispersión que trata, al igual que el endurecimiento por precipitación, de impedir el movimiento de las dislocaciones mediante la incorporación a la matriz de una segunda fase de muy pequeño tamaño.

En los años 60, surgió un gran interés por los materiales compuestos reforzados con fibras resistentes en matrices de cobre y aluminio, principalmente. El primer MMC (Metal Matrix Composite) que se desarrolló fue el sistema Al-B de refuerzo continuo. Fue también el primero que se aplicó en el ámbito industrial, concretamente en la lanzadera espacial estadounidense (Space Shuttle). La estructura principal del fuselaje central de este vehículo espacial está formada por 243 tubos de sección circular realizados de compuesto Al/B, lográndose con ello una reducción en peso del 44% respecto al diseño original basado en elementos extruidos de aluminio (9). El interés en los materiales compuestos de refuerzo

continuo decayó durante los años 70 debido, sobre todo, a su elevado coste y a las limitaciones de fabricación.

Posteriormente, a finales de los años sesenta, surgió el concepto de material compuesto de refuerzo discontinuo. Se demuestra entonces que MMCs tales como el Al/SiC/XXw pueden ser competitivos en cuanto a propiedades con sus competidores de fibra larga. En ese momento, el elevado precio de los whiskers de SiC frenó su aplicación, pero la puesta a punto de un proceso de fabricación de whiskers de carburo de silicio por pirolisis de la cascara de arroz hizo que fuera posible fabricarlo a escala industrial. Este abaratamiento impulsó la investigación sobre este tipo de MMCs.

A principios de los 80, las aleaciones de aluminio con refuerzo de SiC fueron objeto de muchos programas de desarrollo por parte tanto de la industria como de los gobiernos, sobre todo en relación con sus aplicaciones aeroespaciales. En 1985, se consiguió optimizar las propiedades, superando a las que poseían otros materiales utilizados para estas aplicaciones en aquel momento. En 1986 se comercializaron por primera vez y actualmente existe ya en el mercado una amplia gama de composiciones y porcentajes de refuerzo adecuados para distintas aplicaciones.

II.1.2.- Refuerzos

Los refuerzos más utilizados para la fabricación de MMCs con matriz de aluminio son de naturaleza cerámica, ya que son baratos y con elevada resistencia mecánica y rigidez. Su principal defecto es que son frágiles. Cualquier defecto sirve para iniciar una grieta, por lo que casi nunca alcanzan su resistencia teórica. Cuando se encuentran en forma de fibra o de partícula, es menos probable que contengan defectos (por probabilidad estadística). Entre los cerámicos más utilizados, destacan el carburo de silicio y la alúmina, que son los existentes en los materiales ensayados en este trabajo de investigación. En la tabla II.3 se indican algunas propiedades de estos dos cerámicos.

El SiC tiene buenas propiedades mecánicas y presenta ciertas ventajas como refuerzo frente a otros tipos de materiales como boro, grafito y alúmina:

- * Excelente conductividad térmica y resistencia a la corrosión.
- * Bajo coste.
- * Elevada maquinabilidad y facilidad de trabajado del material compuesto resultante.

La soldabilidad del sistema Al/SiC tiene la particularidad de ser menor que la de Al/Al₂O₃, ya que hay que mantener la temperatura de operación baja para evitar la formación del carburo de aluminio, Al₄C₃ (10).

Tabla II.3 Propiedades de los refuerzos

Refuerzo	d (µm)	σ _r (GPa)	E (GPa)	ν	ρ (Kg/m ³)	T _f (K)	CTE (µε/K)	C.T. (W/mK)	C.E. (J/KgK)
Al ₂ O ₃ p	1-50		430	0,24	38	2313	7	~100	1050
SiCp	1-50		420-450	0,17	32	3373	4,0	~100	840
SiCw (11)	0,1-1	3,1; <21,0	450-480; <700	0,17	32,1	3373	4,0	>16	

d = diámetro; σ_r = Resistencia a rotura; E = Módulo de Young; ν = Módulo de Poisson; T_f = Temperatura de fusión; ρ = Densidad, CTE = Coeficiente de expansión térmica (α); C.E. = Calor específico; C.T. = Conductividad térmica.

El carburo de silicio puede fabricarse en forma de fibra (diámetro > 1 µm), de whiskers (diámetro < 1 µm) o de partícula, por pirolisis de la cascarilla de arroz (12). Este procedimiento fue desarrollado por las universidades de Utah y Exxon en los años 70 y su principal interés es que abarata el coste de los whiskers. El procesado y tratamiento térmico que sufren los whiskers son muy importantes, ya que condicionan en gran medida las propiedades del MMC, sobre todo en lo que se refiere a su ductilidad.

Las fibras cortas se fabrican por deposición química del vapor (CVD). Es el mismo procedimiento empleado para la fabricación de fibras continuas de SiC. En un horno

tubular, se expone un sustrato de carbón pirolítico en forma de filamento, frente a silano e hidrógeno. La reacción subsiguiente forma β -SiC sobre el sustrato.

La Al_2O_3 puede ser de distintos tipos:

- $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: posee una estructura hexagonal y suele utilizarse en forma de partículas. Se obtiene por calcinación.
- $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$: se emplea para la fabricación de fibras. Las fibras de $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ tienen un diámetro de $3\ \mu\text{m}$ y una relación de aspecto de 50:1.

II.1.2.1.- Morfología del refuerzo

La morfología del refuerzo empleado se elige en función de las propiedades requeridas y del coste. Tanto las partículas como los whiskers proporcionan materiales más isotrópicos que las fibras, por lo que son útiles cuando se aplican esfuerzos en dos o tres dimensiones.

Fibras(f): Poseen relaciones de aspecto (longitud/diámetro) muy elevadas. Se utilizan como refuerzo continuo en productos como chapas y tubos. El material compuesto resultante es muy anisótropo, lo que se debe tener en cuenta a la hora de diseñar la pieza. Se puede disminuir el grado de anisotropía alternando capas con distinta orientación de las fibras. A pesar de las excepcionales propiedades que se obtienen, este tipo de materiales compuestos presenta como principales limitaciones el alto coste de las fibras y la dificultad de aplicación de los procesos de trabajado secundario tradicionales (soldadura, conformado, etc...).

La fibra corta (c) posee menores relaciones de aspecto. Con ella se fabrican preformas en las que las fibras están aleatoriamente orientadas para su utilización en procesos de colada. Aunque las propiedades de los materiales resultantes son más isotropas y su costo es menor, los procesos de fabricación secundarios que se pueden aplicar siguen siendo limitados.

Whiskers(w): Son materiales monocristalinos con una elevada relación de aspecto (50 a 100), lo que los dota de las propiedades características de las fibras. Su pequeño tamaño permite una amplia variedad de procesos de fabricación de los MMCs, aunque los más aplicados son los pulvimetalúrgicos. Los materiales reforzados con whiskers se utilizan sobre todo en forma de extrusiones, forjados y chapa laminada. Las propiedades de estos materiales varían entre isotrópicas y ligeramente anisotrópicas. Su coste es de moderado a alto, al igual que sus propiedades físicas y mecánicas. Los cristales simples, por estar teóricamente libres de defectos, tienen normalmente unas propiedades mucho mejores que los otros tipos de refuerzo, por lo que se utilizan para obtener materiales compuestos de elevada calidad.

Las elevadas prestaciones de los whiskers se pueden explicar en función de la transferencia de carga entre los whiskers y la matriz. Según la regla de las mezclas:

$$\sigma_c = \sigma_w f_w \left(1 - \frac{l_c}{2l}\right) + \sigma_m (1 - f_w) \quad [1]$$

- siendo:
- σ_c = Resistencia del material compuesto.
 - σ_w = Resistencia de los whiskers.
 - f_w = Fracción en volumen de whiskers.
 - l = Longitud media de los whiskers.
 - σ_m = Resistencia de la matriz.
 - l_c = Longitud crítica de los whiskers. Es la longitud mínima de fibra capaz de soportar su carga de rotura. Se puede calcular como:

$$l_c = d_w \left(\frac{\sigma_w}{\sigma_y}\right) \quad [2]$$

- donde:
- d_w = Diámetro de los whiskers.
 - σ_y = Resistencia al flujo de la matriz (límite elástico de la matriz)

Los whiskers de carburo de silicio fueron descubiertos en 1952 por Herreng y Galt (13). Son cristales de β SiC con una estructura cristalina cúbica centrada en las caras. Esta

estructura tiene una dirección de crecimiento [111], por lo que su hábito suele parecer hexagonal y presentan caras planas. La forma β del SiC es menos frágil que la forma α por lo que los whiskers se hacen menos susceptibles al daño. Tienen muchas veces una apariencia superficial rugosa y contienen faltas de crecimiento lo que favorece la resistencia del material al producirse un anclaje por efecto mecánico. Sus dimensiones oscilan entre 0,2 y 1,0 μm de diámetro y 10 y 80 de longitud. Junto con ellos, pueden aparecer otras formas de SiC e incluso otro tipo de materiales cerámicos. La distribución de estas impurezas a lo largo de la matriz puede variar significativamente las propiedades del material compuesto. Los whiskers de SiC tienen un elevado módulo específico, elevada resistencia mecánica y buena resistencia térmica.

Partículas(p): Representan el extremo más bajo de los refuerzos en muchos aspectos. Su baja relación de aspecto (≈ 1 a 5) abarca un gran número de formas (esféricas, poligonales, laminares) y microestructuras (monocristalinas o policristalinas). Tienen la ventaja de ser relativamente baratos, fáciles de manejar durante la fabricación y dar como resultado unas buenas propiedades. Las propiedades de los materiales resultantes son isotrópicas y suponen una mejora sustancial sobre las de los metales sin reforzar. Las partículas actúan como una segunda fase dispersa, ayudando a mantener una estructura de grano fina incluso a elevadas temperaturas. Como están uniformemente distribuidas en la microestructura, inhiben el crecimiento de grano evitando el movimiento de los límites de grano. Además, pinzan las dislocaciones y causan apilamientos de las mismas, aumentando de forma efectiva la resistencia a la fluencia. Su disponibilidad ha hecho que se les dedique un gran esfuerzo investigador. Como dato más destacable, estos materiales compuestos pueden fabricarse por la mayoría de los procesos de trabajado estándar.

Las partículas de SiC son generalmente del tipo fase α SiC que, como ya se ha comentado, es más frágil que la fase β . Su forma es irregular, con una relación l/d menor de 2/1 y su tamaño, que condiciona muchas de las propiedades del material compuesto resultante, oscila entre 3 y 40 μm , dependiendo sobre todo del método de fabricación utilizado. En procesos pulvimetalúrgicos, se suele utilizar SiC con una relación l/d menor de 5/1 y un tamaño entre 3-20 μm . Para los procesos en los que interviene aluminio fundido, se utilizan partículas

entre 10 y 20 μm , ya que las partículas gruesas son más fáciles de incorporar al fundido, aunque un gran tamaño podría producir una gran segregación por gravedad.

II.1.3.- Efecto del refuerzo sobre las propiedades. Interfase matriz/partícula.

Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos dependen del porcentaje, forma, tamaño y distribución de la fase dispersa (refuerzo). En el caso de los MMCs reforzados con fibra, éste es el constituyente principal y la matriz actúa como un vehículo para transmitir la carga al refuerzo. Los que incorporan refuerzo discontinuo contienen una segunda fase distribuida en la matriz al azar, formando una estructura pseudodispersa y se sitúan en cuanto a sus propiedades y características microestructurales entre los metales reforzados por dispersión y los materiales compuestos de refuerzo continuo.

Se distinguen de las aleaciones reforzadas por dispersión, de los que son una extensión natural, en que, a causa del mayor tamaño del refuerzo ($\approx 1-100 \mu\text{m}$), la contribución de éste al endurecimiento por efecto Orowan es despreciable. Además, como el porcentaje en volumen de refuerzo es elevado (5-10%), la transferencia de carga de la matriz al refuerzo representa un papel importante en las propiedades mecánicas, como ocurre en los materiales reforzados con fibras. Sin embargo, y al contrario de lo que ocurre en los sistemas de refuerzo continuo, la matriz también contribuye a soportar la carga mediante endurecimiento por precipitación y por deformación (dislocaciones). La resistencia de los materiales compuestos que contienen partículas duras aumenta con el porcentaje en volumen de refuerzo. Sin embargo, la ductilidad disminuye si la comparamos con la matriz sin reforzar, presumiblemente por descohesión en la intercara producida a baja carga, lo que se ve indicado por los dientes de sierra que aparecen en el diagrama tensión deformación.

El concepto de transferencia de carga (14) entre la matriz y el refuerzo es fundamental para entender el comportamiento mecánico de los materiales compuestos. En el equilibrio, la suma de las cargas soportadas por cada uno de los constituyentes individuales debe ser igual a la carga externa aplicada.

$$(1-f) \overline{\sigma}_M + f \overline{\sigma}_i = \sigma^A \quad [3]$$

siendo: f = Fracción de refuerzo
 σ_M = Carga soportada por la matriz
 σ_i = Carga soportada por el refuerzo
 σ^A = Carga aplicada

Suponiendo que la respuesta del material se encuentra dentro del campo elástico, esta proporción permanece constante y es una de las características fundamentales del material. Depende de la fracción en volumen, de la forma y orientación del refuerzo y de las propiedades elásticas de los constituyentes. El refuerzo actúa correctamente cuando soporta una fracción relativamente alta de la carga. Los materiales compuestos tienen una mayor resistencia y rigidez ya que el refuerzo, que es un cerámico, es más resistente y duro que la matriz. Para unas condiciones de carga dadas, la fracción de carga soportada por el refuerzo es directamente proporcional a su relación de aspecto.

La resistencia a fractura de los materiales compuestos de refuerzo discontinuo es baja y disminuye con el porcentaje en volumen. Una interfase débil tiende a producir grietas a baja carga y un valor de resistencia a fractura bajo indica una fácil propagación.

Del concepto de transferencia de carga se deduce que la interfase es una región determinante para las propiedades mecánicas y la fractura del material compuesto. En ella tienen lugar fenómenos muy importantes como la delaminación interfacial, desviación de las grietas, anclaje de los límites de grano, etc. por lo que se han realizado amplios estudios para caracterizar estas interfases (15). Existen dos factores importantes que afectan al comportamiento de la intercara: la **existencia de tensiones interfaciales y las reacciones en la intercara**.

Así, por ejemplo, **las reacciones interfaciales** entre la matriz y el refuerzo pueden cambiar drásticamente el comportamiento de la interfase. Están producidas no sólo por procesos de

corrosión ambiental, sino por la reacción mutua de los propios constituyentes, que se puede producir durante los procesos de fabricación, en los procesos secundarios y los tratamientos posteriores (entre los que se encuentra la soldadura) o en servicio. El comportamiento de las interfaces se haya marcado frecuentemente por la presencia de irregularidades como partículas de una segunda fase, zonas libres de precipitados o enriquecimiento-empobrecimiento en aleantes que se producen debido a las reacciones químicas, la nucleación heterogénea y la difusión interfacial.

Las **tensiones interfaciales** provienen de la diferencia en los coeficientes de dilatación térmica que existen entre el cerámico, que constituye el refuerzo, y la matriz y de la aplicación de cargas externas. Durante el esfuerzo mecánico (cuando el material se encuentra sometido a una carga), las diferentes propiedades mecánicas del refuerzo respecto de la matriz producen también tensiones de cizalladura en la interfase. La transferencia de carga a la fase dispersa depende de la magnitud de esta tensión de cizalladura. Si sobrepasan la resistencia de la intercara puede producirse despegue y generarse una grieta. Los procesos inelásticos que se pueden generar se representan esquemáticamente en la figura II.1.

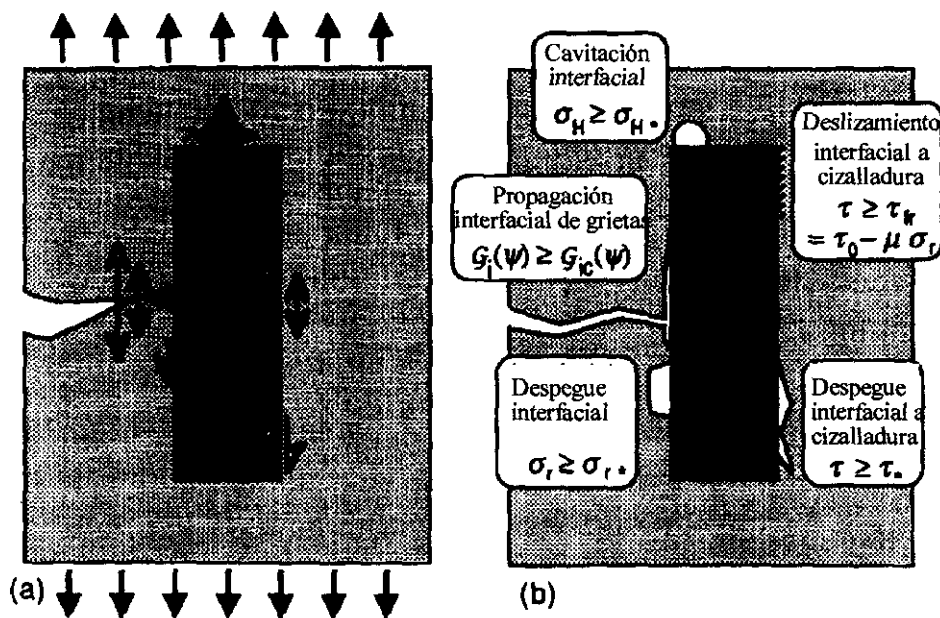


Fig. II.1 Tensiones interfaciales (a) y procesos inelásticos que generan (b)

Teniendo en cuenta que el objetivo de esta investigación es el estudio de la soldabilidad en estado sólido de los materiales compuestos, resulta de gran interés saber cómo afectan estos procesos a la interfase. Por ello, vamos ahora a detenernos en estudiar cuáles son los posibles fenómenos que se pueden presentar.

II.1.3.1.- Termodinámica y cinética de las reacciones interfaciales

La compatibilidad química entre refuerzo y matriz es esencial en su zona de contacto: la superficie del refuerzo. Deben establecerse enlaces químicos para que actúen conjuntamente, por lo que la aparición de nuevos compuestos puede favorecer la resistencia del material. Un factor primordial para que se produzca adherencia es que la matriz, en su forma fluida, sea capaz de mojar al refuerzo. Los cerámicos no son mojados por los metales fundidos, tal y como se puede demostrar termodinámicamente (16); de ahí, la necesidad que surge algunas veces de tratarlas superficialmente. Las condiciones en las cuales se produce un buen mojado del refuerzo y una buena adherencia se encuentran frecuentemente en conflicto con las condiciones para limitar el daño por reacción (17). Durante la fabricación, las formas de evitar la reacción son (18):

- Modificación superficial del refuerzo.
- Alteración de la composición de la matriz.
- Control de los parámetros de procesado.

Se pueden presentar tres tipos de situaciones en la interfase que se pueden estudiar mediante el diagrama de fases correspondiente (19):

- El refuerzo y la matriz son mutuamente no reactivos e insolubles. Puede aparecer recristalización en la periferia del refuerzo.
- El refuerzo y la matriz son mutuamente no reactivos pero poseen solubilidad mutua.

- El refuerzo y la matriz son reactivos y forman al menos un nuevo compuesto en la interfase

En la tabla II.4 se muestran los datos termodinámicos de las reacciones químicas que pueden tener lugar en la intercara para distintos sistemas refuerzo-matriz. Dependiendo del proceso de fabricación y de la cinética de la reacción, es posible fabricar materiales compuestos con constituyentes que forman sistemas termodinámicamente inestables.

Tabla II.4 Reacciones en la interfase

Reacciones	ΔG a 900 °K (kJ mol ⁻¹)	Q (kJ mol ⁻¹)
$4 \text{ Al} + 3\text{SiC} \rightleftharpoons \text{Al}_4\text{C}_3 + 3\text{Si}$	-88,5	-
$4/3 \text{ Al} + \text{C} \rightleftharpoons 1/3 \text{ Al}_4\text{C}_3$	-24	-
$4/3 \text{ Al} + \text{SiO}_2 \rightleftharpoons 2/3 \text{ Al}_2\text{O}_3 + \text{Si}$	-210	-
$3/4 \text{ Mg} + \text{Al}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons 3/4 \text{ MgAl}_2\text{O}_4 + 1/2 \text{ Al} *$	-13	103
$\text{Al}_2\text{O}_3 + 3 \text{ Mg} \rightleftharpoons 3 \text{ MgO} + 2 \text{ Al}$	-	-
$2 \text{ Mg} + \text{SiC} \rightleftharpoons \text{Mg}_2\text{Si} + 1/2 \text{ Al}$	-7	-
$2 \text{ Mg} + \text{Li} + \text{SiC} \rightleftharpoons \text{Mg}_2\text{Si} + 1/2 \text{ Li}_2\text{C}_2$	-18	-
$\text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons \text{MgAl}_2\text{O}_4$	-28	-
$4 \text{ Mg} + \text{SiO}_2 \rightleftharpoons 2 \text{ MgO} + \text{Mg}_2\text{Si}$	-131	-
$\text{Al} + 1/2 \text{ Mg} + \text{SiO}_2 \rightleftharpoons 1/2 \text{ MgAl}_2\text{O}_4 + \text{Si} *$	-219	-

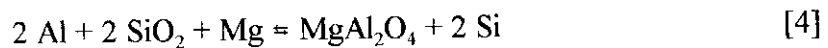
* Se ha observado que la formación de la espinela sigue una ley lineal de crecimiento, con un periodo previo de incubación.

El aluminio es un metal altamente reactivo que puede reducir a la mayoría de los óxidos y carburos y que, por tanto, es capaz de reaccionar con la mayoría de los refuerzos. Sin embargo, la mayoría de estas reacciones son relativamente lentas, debido a la presencia de una capa protectora (normalmente alúmina). Por tanto, la reacción entre el refuerzo y la matriz suele estar limitada por cinéticas lentas a las temperaturas de fabricación y de servicio.

En el caso de los materiales compuestos de aluminio reforzados con SiC, es necesario un control estricto de la temperatura durante la fabricación, ya que una exposición prolongada del SiC al aluminio fundido produce la formación del carburo de aluminio. Este carburo es higroscópico y degrada las propiedades frente a la corrosión del material. Para que esta reacción se produzca, es necesario que la temperatura sea mayor de 650°C. Esta reacción puede evitarse aumentando el porcentaje de Si en la aleación, ya que la desplaza hacia la izquierda al aumentar la actividad del silicio en el fundido y aumenta la temperatura a partir de la cual la reacción es posible. Por ejemplo, en una aleación con un contenido menor del 7% en Si la temperatura aumenta hasta 800 °C.

Otros elementos que pueden estar presentes en la aleación y producir reacciones con el refuerzo son el Mg y el Li.

- El **magnesio** se utiliza frecuentemente como elemento de aleación en los materiales compuestos, ya que facilita el mojado entre el refuerzo y la matriz y se segrega en la interfase fibra/matriz, favoreciendo la formación de una buena unión por reacción química (20). Las reacciones con el SiC no se encuentran muy favorecidas termodinámicamente. Sin embargo, el magnesio tiene una gran tendencia a reaccionar con los óxidos formando MgO o espinelas como MgAl₂O₄, que se han encontrado en interfase Al/SiC de materiales que contienen Mg. Esta reacción es particularmente importante en el caso de la sílice (SiO₂) que suele estar presente como aditivo, impureza o capa de reacción sobre la superficie del refuerzo. La reacción que se produce es:



Además el magnesio puede difundir en la alumina a alta temperatura durante el proceso de fabricación (infiltración). Se ha observado (21) por TEM y RX que puede existir reacción entre la alumina y las matrices de aluminio cuando estas contienen magnesio, formándose MgO o la espinela MgAl₂O₄. Además, al contrario de lo que ocurre con la reacción del aluminio con el SiC para formar carburo de

aluminio, que deja de ser favorable por debajo de la temperatura de solidus, la reacción con la Al_2O_3 puede continuar en estado sólido.

- El litio (como el calcio) se utiliza para mejorar la mojabilidad de las aleaciones de aluminio sobre los refuerzos cerámicos.

Una de las soluciones que se ha aportado al problema de la reactividad de los refuerzos cerámicos con las aleaciones matriz es la interposición de barreras de difusión, es decir, de recubrimientos, sobre el refuerzo. Estos recubrimientos pueden ser cerámicos (SiC) o metálicos (níquel, cobre, plata). Esta técnica se utiliza sobre todo en materiales compuestos de refuerzo continuo (fibra larga), aunque a veces también se aplica sobre refuerzo discontinuo.

Las reacciones interfaciales pueden ser beneficiosas o no para el comportamiento mecánico del material, dependiendo de su extensión y de las características del producto de reacción formado. La aparición de nuevas fases en la interfase condiciona la resistencia de la misma.

Generalmente, es deseable que la interfase tenga una unión fuerte aunque, en ciertos casos, la existencia de procesos inelásticos puede ser beneficiosa. En los materiales compuestos con refuerzo de fibras o whiskers, las interfases no deben ser demasiado resistentes para aumentar la resistencia a la fractura del material, aumentando la energía necesaria para que se produzca el "pull out" o arranque de las fibras de la matriz. En los materiales reforzados por partículas, en cambio, una unión con una elevada resistencia aumenta el endurecimiento de la matriz por mecanismos como la presencia de tensiones residuales y el aumento de la densidad de dislocaciones. En algunos casos (22), incluso cuando se desea aumentar la ductilidad del material, se utilizan para su fabricación refuerzos oxidados superficialmente (SiC oxidado con SiO_2), lo que produce descohesión en la interfase y evita que el material se comporte frágilmente.

Si la interfase es excesivamente buena y el acoplamiento del refuerzo a través de ella es total, puede ocurrir que la resistencia del material sea menor de lo esperado, debido a que

pequeños daños en el refuerzo se transmiten rápidamente a las fibras adyacentes. Si las capas interfaciales son frágiles o se encuentran débilmente unidas, la transferencia de carga entre el refuerzo y la matriz no será correcta y se pueden producir despegues en la interfase, reduciéndose la resistencia del material.

Aunque éste es un punto que aún suscita controversia, existen evidencias de que las reacciones químicas interfaciales, cuando se limitan a la formación de una capa fina de productos de reacción, pueden favorecer el contacto interfacial íntimo, aumentando así la resistencia de la misma. Esto ocurre en materiales compuestos de matriz de aluminio donde la reacción que se produce es muy limitada. Se ha demostrado que en los materiales compuestos de Al-Mg/SiC tratados térmicamente, la aparición de una pequeña capa de Al_4C_3 evita el deslizamiento interfacial (23) y aumenta el módulo elástico.

Las características de la interfase dependen del proceso de fabricación. Arsenault et al. (24) encontraron que, en los materiales compuestos Al/SiC fabricados por pulvimetalurgia, existe una capa difusional de Al (25-50 nm) en la superficie del SiC que aumenta el grado de unión química del refuerzo. No se encuentra, en cambio, evidencia de que el Si o el C difundan hacia la matriz. El tratamiento térmico a elevada temperatura durante largos periodos de tiempo facilita el desarrollo de esta capa por la interdifusión de los elementos aleantes en las partículas de refuerzo. La existencia de una capa de oxidación sobre el mismo puede facilitar los mecanismos difusionales.

Nutt y Carpenter (25) estudiaron el material AA 2124/SiC/XXw y encontraron pequeños precipitados de MgO en la interfase (10 nm). En los materiales fabricados por pulvimetalurgia se incorporan partículas de óxido debido a la capa oxidada que presentan las partículas a partir de las cuales se fabrica la aleación, que generalmente consiste en Al_2O_3 amorfa. En las aleaciones que contienen Mg, el óxido predominante es el MgO, que se forma por reacción del Mg con la alúmina. En aleaciones AA 6061/SiC/XXw, se ha encontrado sobre la superficie de los whiskers una capa de espesor variable (2-3 nm). Nutt (26) postula que está formada por una mezcla de Mg_2Si cristalina y Al_2O_3 amorfa. Ning et al. (27) identifican esta capa como SiO_2 amorfa.

En materiales AA 6061/SiCw fabricados por colada, si el proceso de fabricación es correcto, no existe reacción entre la matriz y el SiC, ni difusión mutua del Al y el Si en la interfase. Geng et al. (28) (29) encontraron que, debido a que tanto las aleaciones de aluminio como los whiskers de SiC poseen una estructura cristalina FCC con un parámetro de red semejante, existe una relación entre la orientación cristalográfica de SiCw y Al, siendo la más probable $(01\bar{1})_{SiC} // (001)_{Al}$, $[211]_{SiC} // [100]_{Al}$. La existencia de esta relación se debe a que, cuando el material compuesto se fabrica por colada, el aluminio cristaliza sobre la superficie de refuerzo. Se forma, de esta manera, una interfase semicoherente (Fig II.2) de elevada resistencia. En este estudio, también se encontró que alrededor del 30% de las intercaras no presentaba ninguna relación cristalográfica, siendo su unión puramente mecánica.

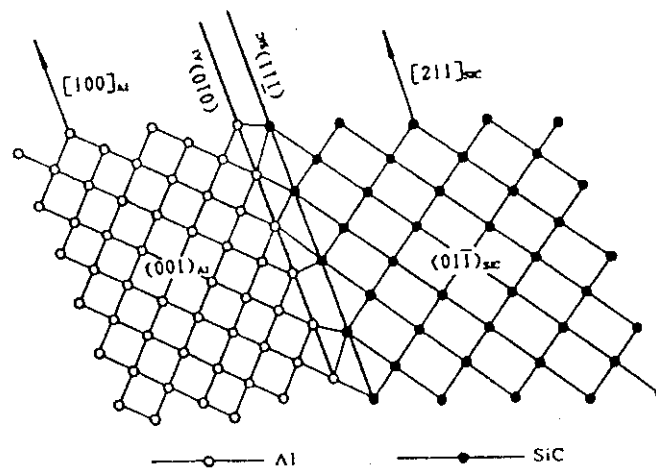


Fig II.2 Modelo atómico de la intercara SiC-Al

Ratnaparkhi et al (30) estudiaron la interfase SiC/Al-4,55Mg fabricada mediante soldadura por difusión, y encontraron que se producía segregación de Mg que provocaba la formación de fases como MgO, Al_2MgO_4 y Mg_2Si (monoclínica) que llega a ser, incluso, la fase más abundante. Sin embargo, no observaron la formación de ninguna fase amorfa.

Los materiales reforzados con alúmina han sido mucho menos estudiados en cuanto al comportamiento que presenta la interfase, ya que no existe el peligro de la reacción de formación del carburo de aluminio. Sin embargo, en los materiales que contengan magnesio, existe la posibilidad de que el refuerzo reaccione con este elemento formando

MgO o la espinela $MgAl_2O_4$, por lo que es necesario conocer cuando se producen este tipo de reacciones.

Hornig et al. (31) estudiaron la formación de esta espinela en materiales fabricados por colada, encontrando que, cuando se mantiene la temperatura entre $700-850^\circ$, en primer lugar, se forman cristales finos y uniformemente distribuidos que luego crecen con hábito piramidal. Skibo (6) establece que el contenido en Mg tiene una gran influencia en la forma de crecimiento de la espinela. A bajos niveles de Mg, por debajo del 2,2%, crece mucho formando una capa de grano grueso. La formación de esta capa supone un consumo importante de Mg. Cuando el contenido en Mg se aproxima al 3%, disminuye la velocidad de crecimiento de la espinela y la capa se hace más delgada y de grano más fino. Lloyd et al. (32) proponen la formación de una barrera de espinela durante la fabricación que impida un posterior crecimiento, suministrando para ello suficiente Mg en la aleación, inicialmente.

Una capa de reacción continua en la interfase puede afectar a la resistencia del material de formas distintas, dependiendo del espesor y resistencia de esta capa y de la resistencia de su unión. Una capa de reacción resistente, con un espesor menor que un cierto valor crítico y que se encuentre fuertemente unida, produce un material compuesto de elevada resistencia. El espesor crítico en el caso de fibras es normalmente inferior a un 0,5% del diámetro.

Los procesos de interdifusión y reacción que tienen lugar en las interfases matriz partícula pueden incrementar, además, la rugosidad superficial y favorecer la concentración local de tensiones, que afecta a las propiedades finales del material.

II.1.4.- Métodos de fabricación

Es muy importante conocer la "historia" de un material compuesto, ya que la microestructura y las propiedades dependerán en gran medida de cómo haya sido

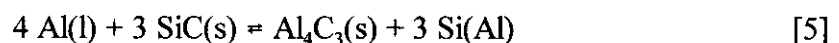
Los materiales compuestos de matriz de aluminio han sido fabricados por una gran variedad de técnicas (34) (35). En general, los procesos de fabricación pueden clasificarse en dos grandes grupos: procesos en estado sólido y procesos de colada (fase líquida). Si se comparan ambos tipos de técnicas, en las primeras el control de las reacciones interfaciales es más sencillo, mientras que las segundas poseen la ventaja de su bajo coste. A continuación se expone una somera descripción de los métodos de fabricación que se han desarrollado para materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo discontinuo.

A) Colada (36) (37)

Existen diversos métodos de fabricación por colada, ya que hay que soslayar una serie de dificultades como que, por su baja densidad, el refuerzo tiende a flotar en el metal fundido por lo que el caldo tendrá una elevada viscosidad. Todos los métodos de fabricación de aleaciones convencionales sin reforzar se han ensayado para fabricar materiales compuestos, aunque deben realizarse una serie de modificaciones en los procesos (38).

Los procesos de **colada directa** con agitación de la mezcla de la aleación fundida con el refuerzo son semejantes a los que se utilizan para las aleaciones de aluminio convencionales, aunque con algunas diferencias destacables:

* Se requiere un *control estricto de la temperatura* del fundido para evitar la formación de productos de reacción y, en especial, de carburo de aluminio en el caso de que el refuerzo sea SiC. Un sobrecalentamiento de la mezcla fundida produce, como ya hemos comentado, la siguiente reacción en la intercara matriz-partícula:



Esta reacción transcurre muy lentamente a temperaturas cercanas a los 750°C, pero se acelera de forma importante cuando la temperatura sobrepasa lo 780-800°C. El Al₄C₃ precipita en forma de cristales que disminuyen la fluidez del caldo y debilitan el material. El crecimiento de cristales frágiles de carburo de aluminio debilita la intercara de unión,

Esta reacción transcurre muy lentamente a temperaturas cercanas a los 750°C, pero se acelera de forma importante cuando la temperatura sobrepasa lo 780-800°C. El Al_4C_3 precipita en forma de cristales que disminuyen la fluidez del caldo y debilitan el material. El crecimiento de cristales frágiles de carburo de aluminio debilita la intercara de unión, dificultando la transferencia de carga y puede generar puntos de iniciación de fractura (39). Esta misma reacción, como posteriormente se expone, aparece durante los procesos de soldadura con fusión y debilita la zona soldada. Una manera de evitar su aparición es utilizar matrices que contengan Si, lo que disminuye la constante de reacción (K). Además, hay que cuidar que no exista Al_2O_3 , ya que su presencia puede catalizar la formación del carburo de aluminio y otros productos interfaciales en el sistema Al/SiC.

- ▶ Es necesario mantener una *agitación constante* del fundido para mantener una dispersión constante del refuerzo ya que, al ser éste más denso que la aleación fundida (densidad (Al) $\approx 2,7 \text{ g/cm}^3$, densidad (SiC) $\approx 3,2 \text{ g/cm}^3$), tiende a depositarse en el fondo del crisol.
- ▶ Se deben evitar las turbulencias durante la colada para que no quede gas atrapado.

Durante la solidificación, aunque las partículas cerámicas sean mojadas por el aluminio, son rechazadas por la fase primaria y se segregan en las zonas eutécticas. La estructura de colada debe romperse por trabajado posterior.

Una variante de este proceso es el **Rheocasting o Compcasting** (Fig. II.3), que consiste en la adición del refuerzo a la aleación cuando ésta se encuentra a una temperatura entre el *solidus* y el *liquidus*. Debido al estado pastoso del material metálico, la mezcla ha de conseguirse gracias a una intensa agitación mecánica. La alta viscosidad del semifundido evita que el refuerzo flote, se segregue o se aglomere. La utilización de este proceso es restringida, debido a que es necesario un elevado gasto de energía para la agitación del semifundido.

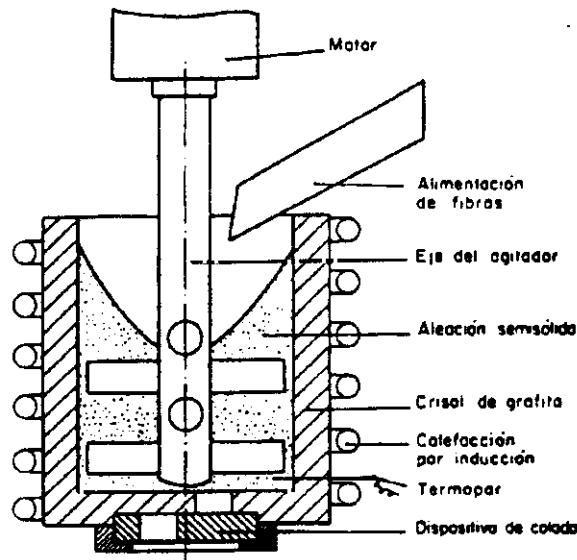


Fig. II.3 Proceso de Compcasting

En el **Squeeze Casting** o colada a presión (Fig II.4) (40), se forma con el refuerzo un "esqueleto" o preforma porosa de lo que ha de ser la pieza. La impregnación de esta preforma, colocada en el interior del molde, se consigue inyectando el caldo por aplicación de una presión. La presión aplicada y el contacto instantáneo de la superficie del molde con el metal fundido provoca que la transferencia de calor sea muy rápida, lo que produce una estructura libre de poros y de grano muy fino.

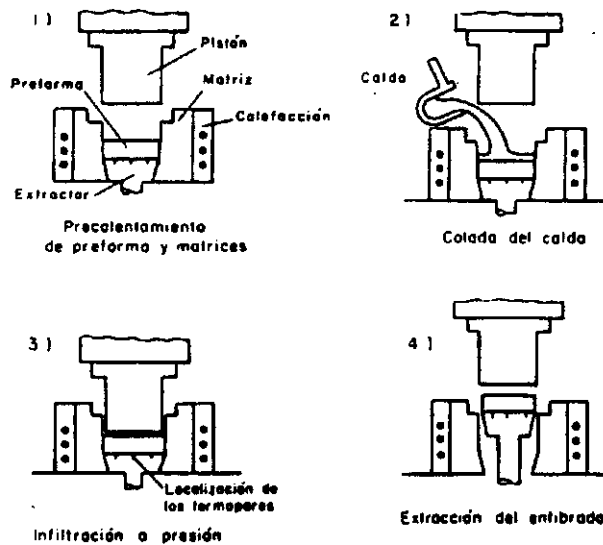


Fig. II.4 Proceso de colada

Este proceso ha sido objeto de gran atención ya que minimiza la cantidad de material y de energía necesarias, produce piezas acabadas y ofrece la posibilidad de reforzar selectivamente la pieza.

Infiltración de metal fundido (41). Existen dos tipos de procesos de infiltración: La infiltración a vacío y la infiltración sin presión. La primera consiste en preparar una preforma con el refuerzo en un molde e infiltrar a vacío (por succión) el metal que constituirá la matriz en estado líquido. Se ayuda al llenado por capilaridad. Al igual que en el caso anterior, la principal ventaja de este proceso es que consta solamente de una etapa. Por este proceso se pueden producir piezas reforzadas de forma selectiva en aquellas zonas que reciban mayores esfuerzos.

Primex (7) ha desarrollado un proceso de infiltración sin presión o vacío para materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo discontinuo. El porcentaje de refuerzo se controla mediante la densidad del material que se infiltra. La preforma tiene un grado de porosidad adecuado de forma que el metal líquido se infiltra espontáneamente. Para que esto ocurra es necesario trabajar en atmósfera de nitrógeno y que la aleación posea un cierto contenido en magnesio. En estas condiciones, se produce una infiltración espontánea. Durante el calentamiento hasta la temperatura de infiltración ($\approx 750^{\circ}\text{C}$), el magnesio reacciona con el nitrógeno de la atmósfera formando Mg_3N_2 . Este compuesto favorece la infiltración ya que reacciona con el aluminio formando AlN . El nitruro de aluminio forma pequeños precipitados que forman una fina capa sobre la superficie de la fase reforzante.

Deposición por Pulverización (Spray Deposition)

El metal se funde, normalmente, por inducción y se le hace chocar con un chorro de gas (N_2) a elevada presión (0,355 MPa), formando un chorro de metal semisólido atomizado que se deposita en un substrato frío (42). Si introducimos en el chorro de metal fundido partículas cerámicas, podemos conseguir fabricar un material compuesto por codeposición. El tamaño de grano que se consigue es muy fino y disminuye al aumentar el porcentaje de

SiC (43). La pieza obtenida tiene una segregación mínima. En la figura II.5 se puede observar un esquema del proceso.

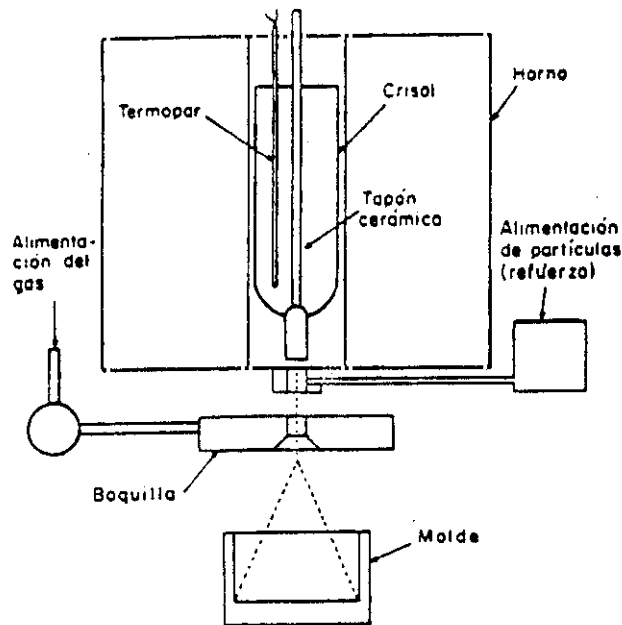


Fig. II.5 Deposición Spray

Posteriormente, los lingotes deben procesarse por extrusión, forja, laminación, etc. Este proceso es muy útil para sistemas en los que el refuerzo sea soluble en la matriz o cuando los constituyentes tienen densidades o tamaños muy distintos.

En los MMCs fabricados por esta técnica, la unión matriz-partícula es puramente mecánica, debido a que, en el corto tiempo de solidificación, no es posible que se produzcan reacciones en la intercara. En el caso de que el refuerzo se encuentre en forma de partícula, se favorece el anclaje mecánico debido a que tienen una superficie muy rugosa por su proceso de fabricación. El hecho de que no intervenga ningún tipo de unión química puede suponer una debilitación del material con respecto a uno similar fabricado con una tecnología que favorezca la formación esta unión.

El proceso de deposición *spray* tiene algunas ventajas sobre el proceso pulvimetalúrgico convencional: consta de un menor número de etapas, evita el manejo de polvos y el MMC es producido directamente desde el fundido.

Técnicas de fabricación *in situ*

Se basan en la formación y precipitación *in situ* de la fase reforzante cerámica en la aleación matriz durante el proceso de fabricación producida por una reacción entre los distintos componentes añadidos al caldo (44) (45). La ventaja de este proceso es que el sistema refuerzo matriz formado es termodinámicamente estable, una vez fabricado el material. El proceso consiste en la mezcla de dos componentes que reaccionan formando el cerámico (TiC, TaC, B₄C, SiC, Si₃N₄, TiAl, NiTi). Dentro de este grupo de procesos existen toda una serie de tecnologías de fabricación, dependiendo de las distintas formas que puede adoptar la reacción de formación del cerámico:

- **Reacciones líquido-gas.** Se inyecta un gas en el metal líquido (Al, Cu, Mg, Ni o Ti) (Fig. II.6).

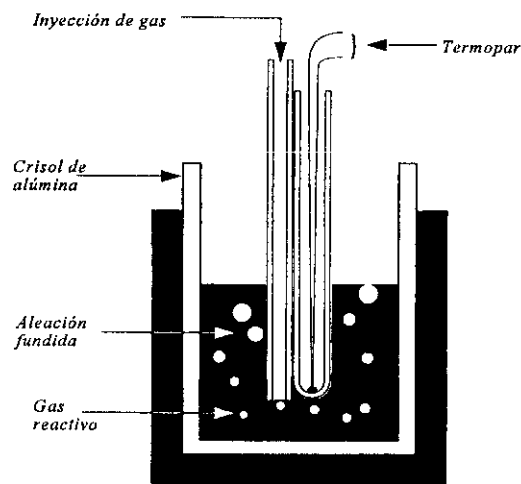


Fig. II.6 Reacción líquido-gas

- **Reacciones líquido-sólido.** Se mezclan dos aleaciones cuyos elementos de aleación sean reactivos entre sí y se produce la precipitación del cerámico (p.e.: Al/B + Al/Ti = Al + TiB₂) por difusión.
- **Reacción con sales mixtas.**
- **Nitruración/oxidación directa** del metal. Consiste en exponer el metal fundido a una atmósfera oxidante a temperaturas relativamente altas (>900°C) oxidándolo para formar el cerámico (Al₂O₃, TiO₂, ZrO₂).

- **Deposición por pulverización reactiva**
- **Reacciones líquido-líquido.** Consisten en poner en contacto dos corrientes de metal fundido reactivas para formar las partículas de cerámico. La mezcla resultante puede colarse o someterse a solidificación rápida.

B) Pulvimetalurgia (46) (47)

Es el método más adecuado cuando se usan combinaciones reactivas de refuerzo y matriz. Se utiliza, sobre todo, con refuerzos de SiC en forma de whiskers cuyas mejores propiedades justifican el encarecimiento que supone la utilización de esta técnica, aunque también se han empleado otro tipo de refuerzos (48) (49). Con este método, es posible obtener piezas en las que es innecesario el mecanizado, y en las que se puede variar la concentración o la naturaleza del refuerzo y la matriz. Además, permite añadir elevadas cantidades de refuerzo. El proceso a seguir consta de los siguientes pasos (Fig. II.7):

- * Mezcla de la matriz de aluminio prealeada en forma de polvo (atomizada) con el refuerzo. Un importante factor a considerar es la adecuada distribución del refuerzo.
- * Compactación en frío hasta una densidad del 80%. Para evitar la oxidación superficial de los polvos y eliminar los posibles contaminantes volátiles, existe un paso de desgasificación a vacío previo a la compactación en caliente.
- * Compactación en caliente, forja, extrusión o laminación hasta la máxima densidad.

La vía pulvimetalúrgica tiene la ventaja de que es bastante segura y la desventaja de que tiene limitaciones en cuanto a la forma y dimensiones de las piezas que se pueden fabricar, debido a la capacidad de las prensas disponibles.

Una técnica para la fabricación de las aleaciones en polvo que se utilizan en la sinterización es la solidificación rápida. En ella, las velocidades de enfriamiento son superiores al millón

de grados centígrados, por lo que es posible retener en solución combinaciones de elementos insolubles entre sí a temperatura ambiente.

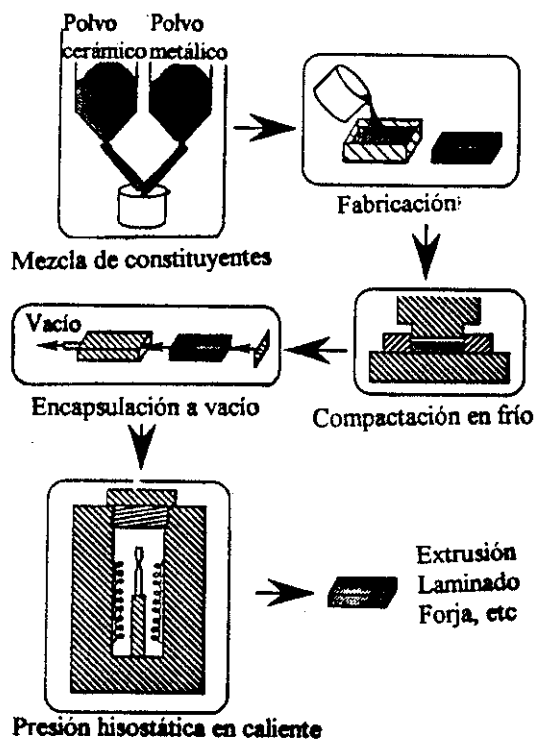


Fig. II.7 Proceso pulvimetalúrgico

C) Procesado secundario

Una de las principales ventajas de los MMCs reforzados de forma discontinua es que pueden procesarse por casi todos los métodos tradicionales tales como extrusión, laminación, forja y conformado superplástico con ligeras modificaciones para considerar las distintas propiedades de estos materiales (Fig. II.8). En el caso de los materiales fabricados por pulvimetalurgia, es esencial, para conseguir la consolidación de material, someterlos a uno de estos procesos. Otros sistemas de fabricación producen MMCs totalmente consolidados, pero los procesos de trabajado secundario pueden mejorar la aleación cambiando la orientación del refuerzo.

Con estos procesos de trabajado, se puede orientar el refuerzo en una determinada dirección y eliminar algunos defectos de fabricación (50). Las condiciones en que se realicen se deben controlar cuidadosamente para evitar la degradación del refuerzo, aunque

es imposible evitar que una porción de ellos se rompa. En algunos casos, la relación longitud-diámetro de los whiskers se reduce de 100 a 4. La extrusión puede provocar, además, la formación de bandas ricas en SiC en la dirección de trabajado (51). Estas bandas se pueden romper, realizando posteriormente una laminación en caliente en dirección perpendicular o paralela a la de extrusión. Aunque los materiales compuestos con refuerzo discontinuo se comportan de manera semejante a los materiales sin reforzar, durante la extrusión existen diferencias significativas. Debido a la presencia del refuerzo, las presiones necesarias para la extrusión son más elevadas y frecuentemente es necesario extruir a una temperatura mayor para facilitar la fluencia, lo que aumenta el riesgo de generación de grietas.

El mecanizado de estas piezas presenta ciertas dificultades, ya que las partículas de SiC actúan como abrasivos, lo que hace que aumenten la T y el desgaste de las herramientas de corte. Esto se puede evitar modificando los parámetros de mecanización, para hacer que el área de contacto entre la pieza y la herramienta sea lo menor posible o utilizando herramientas especiales.

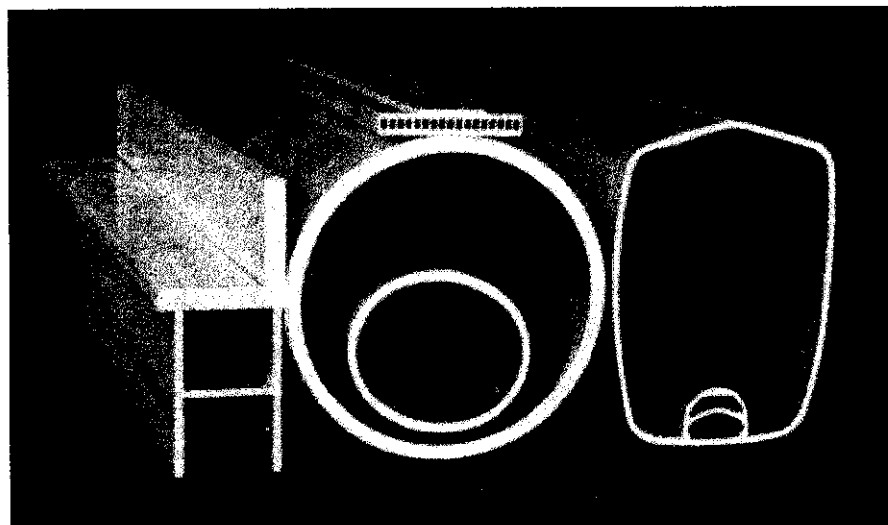


Fig. IV.8 Piezas fabricadas por extrusión (Duralcan)

II.1.5.- Propiedades físicas y mecánicas

Las propiedades de los MMC dependen de la naturaleza de la matriz y de la forma, tamaño y distribución del refuerzo, es decir, de su microestructura. Además, la presencia del refuerzo condiciona la microestructura de la matriz. Así, por ejemplo, el tamaño de grano del material compuesto resultante disminuye al aumentar el porcentaje de refuerzo, y al disminuir el tamaño de este.

Las mejores propiedades se obtienen cuando los componentes del sistema son física y químicamente compatibles, ya que entonces mejoran los mecanismos de transferencia de carga y la intercara M-P (matriz-partícula). Debido a que las propiedades de los materiales compuestos son función de sus dos componentes, muchas de ellas (como la capacidad calorífica y la densidad) se pueden predecir con bastante aproximación a partir de la Regla de las Mezclas (ROM) (52) que establece:

$$P_c = P_m f_m + P_r f_r \quad [6]$$

donde:

P_c = Propiedad del MMC

P_m = Propiedad de la aleación matriz

f_m = Fracción en volumen de fase matriz

P_r = Propiedad del refuerzo

f_r = Fracción en volumen de fase reforzante

siendo:

$$f_r = 1 - f_m \quad [7]$$

Esta ecuación sufre ciertas modificaciones según la forma y orientación del refuerzo (53) y la propiedad de que se trate. Los MMC de refuerzo continuo cumplen esta regla de forma bastante aproximada, pero, al disminuir la longitud de la fibra, disminuye también la mejora en las propiedades, debido a que la transferencia de carga entre la fibra y la matriz se realiza de forma menos eficiente.

Las principales características del refuerzo que influyen en las propiedades son:

- ◆ Morfología de la partícula
- ◆ Tamaño de partícula
- ◆ Química superficial de la partícula (Compatibilidad con la matriz e interfase formada)
- ◆ Proporción de refuerzo
- ◆ Distribución

Además de todos estos factores, hay que considerar la sensibilidad de estos materiales al proceso de fabricación, que puede producir importantes variaciones en los valores de sus propiedades.

II.1.5.1.- Propiedades físicas

Como se ha establecido anteriormente, muchas propiedades físicas de los MMC se describen a través de ecuaciones que solamente son función de las propiedades de la matriz y de la fase refuerzo de forma independiente. Se pueden predecir por una simple Regla de las Mezclas (ROM). Existen numerosos modelos para predecir la conductividad térmica y eléctrica de estos materiales. La conductividad térmica de los MMC está en función de la fracción de volumen de refuerzo tal y como se muestra en la figura II.9. para las aleaciones 2009/SiC/XXp y 2009/SiC/XXw.

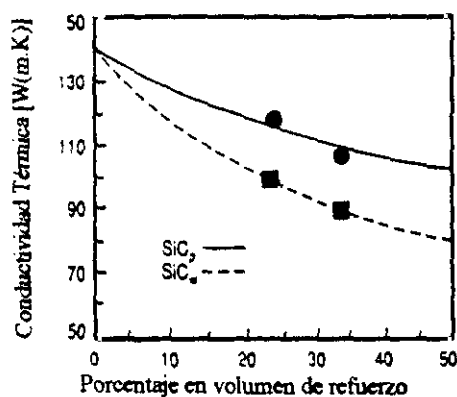


Fig. II.9 Conductividad térmica de 2009/SiC/XX-T6

Tanto la densidad como la capacidad calorífica se pueden predecir también aplicando la Regla de las Mezclas, según se ha comprobado experimentalmente.

Coefficiente de expansión térmica

El coeficiente de dilatación lineal α de la mayoría de los refuerzos cerámicos, bien en forma de fibra o de partícula es distinto al de las matrices de aluminio. El valor de α en las fibras cortas de δ - Al_2O_3 es un cuarto del del aluminio, mientras que la diferencia entre los valores de dicho coeficiente en el caso de α -SiC y aluminio es mayor (Tabla II.3), por lo que los procesos de enfriamiento (después de un tratamiento térmico o de procesos de trabajo en caliente como la extrusión o el laminado) favorecen la aparición de tensiones internas en el MMC. A temperaturas superiores a 200°C , estas tensiones se absorben en parte por la deformación plástica de la matriz, que hace que aumente la densidad de dislocaciones que nuclean de forma heterogénea sobre el refuerzo. Por debajo de 200°C , aunque también se puede producir algo de deformación plástica, la mayoría del esfuerzo se retiene como tensión elástica, de forma que el refuerzo permanece sometido a compresión, mientras que la matriz lo está a tracción. Las tensiones residuales generadas de esta forma son equiaxiales cuando el refuerzo es de partículas, mientras que cuando son whiskers tiene una componente anisotrópica.

El coeficiente de expansión térmica del material compuesto resultante disminuye al aumentar el porcentaje de refuerzo. Ésta es una propiedad importante para la fabricación de instrumentos de precisión, que es una de las aplicaciones de estos materiales. En el caso de fibras cortas o whiskers la alineación no influye en los valores.

II.1.5.2.- Propiedades mecánicas

Las curvas de tracción son similares a las de los metales puros tal y como se muestra en el ejemplo de la figura II.10. En la tabla II.5 podemos ver un resumen de algunos datos obtenidos experimentalmente (54).

Tabla II.5 Propiedades mecánicas

MMC		σ_{rotura} (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	%e	E (GPa)	Fabricante
AA2124/SiC/ 15w T6	Longitud.	718	573	5,3	114	
	Transver.	559	386	8,5	95	
AA 2124/SiC/25p T4 (55)		630-738	490-496	2-5	117	BP
AA 2014/SiC/15p T6 (3)		493	466	2,0	100	Cospray
AA6061/Al ₂ O ₃ /10p T6 (3)		338	296	7,5	81	Duralcan
AA 6061/Al ₂ O ₃ /20p T6 (3)		379	359	2,1	98	Duralcan
AA 7005/Al ₂ O ₃ /10p (6)		379	337	8	80	Duralcan
AA 7005/Al ₂ O ₃ /20p (6)		380	352	3,0	98	Duralcan

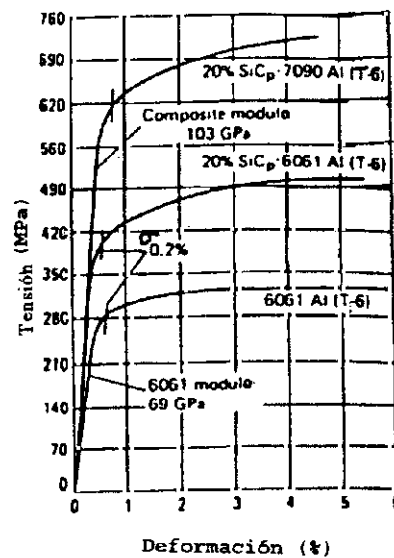


Fig. II.10 Curva de tracción para 6061/SiC/20p, 7090/SiC/20p y 6061.

Módulo de Young (E)

El módulo elástico crece conforme aumenta la proporción de refuerzo, ya que los refuerzos cerámicos de partículas y whiskers de alto módulo hacen aumentar la rigidez de los MMCs. El refuerzo de tipo discontinuo puede elevar de modo muy significativo el módulo de la matriz (un 20% en volumen de SiC eleva el módulo en un 30%), sin aumento de la densidad. En el caso concreto de los whiskers y fibras cortas, cuando se encuentran

orientados dentro del material compuesto, pueden favorecer el aumento de la rigidez en la dirección del alineamiento.

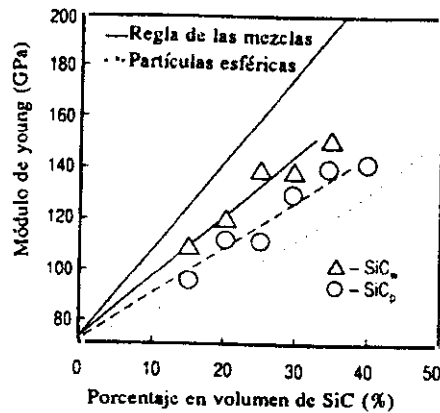


Fig. II.11 Variación del módulo de Young con el % en volumen de SiC

Aunque se han desarrollado muchas expresiones para tratar de predecir el valor de esta propiedad (56), ninguna de ellas es completamente exacta, ya que E no varía de forma lineal con el porcentaje de refuerzo como ocurre en los materiales compuestos de refuerzo continuo. Los valores experimentalmente obtenidos se encuentran contenidos entre los que señalan dos modelos extremos, que se encuentran representados en la figura II.11 (9). El límite superior (lineal) lo marca la Regla de las Mezclas:

$$E_{MMC} = \frac{E_m f_m + E_r f_r}{f_m + f_r} \quad [8]$$

E_{MMC} = Módulo elástico del material compuesto.

E_m = Módulo elástico de la matriz

E_r = Módulo elástico del refuerzo

f_m = Porcentaje en volumen de fase matriz

f_r = Porcentaje en volumen de refuerzo

mientras que el límite inferior (no lineal) viene dado por una expresión más compleja, que supone partículas de forma esférica y que se simplifica suponiendo que el coeficiente de Poisson es una constante universal de valor $0,2^{0,18}$, obteniéndose la ecuación [9].

$$E_{MMC} = \frac{E_m f_m + E_r (f_r + 1)}{E_r f_m + E_m (f_r + 1)} \quad [9]$$

La forma del refuerzo tiene gran influencia en el valor de E. Para sistemas Al/SiCw, el módulo medido en la dirección de los whiskers tiene un valor intermedio entre las dos ecuaciones anteriores, y cae cerca del límite inferior si lo medimos en dirección perpendicular. Si el refuerzo es de partículas, el valor del módulo es ligeramente superior al límite inferior.

Resistencia mecánica.

El establecimiento de expresiones que predigan los valores de propiedades como la resistencia es complicado, ya que hay que tener en cuenta factores como el procesado y la microestructura y es difícil calcular el efecto del refuerzo en la micromecánica de deformación. Aún así, podemos encontrar una gran variedad de ellas en la bibliografía (9,53), la mayoría basadas en la Regla de las Mezclas, aunque ninguna de ellas es capaz de proporcionar valores exactos. Los mecanismos que afectan al endurecimiento son:

- Endurecimiento Orowan. No suele influir en gran medida, ya que el tamaño de partícula normalmente es mayor de 5 μm .
- Endurecimiento por estructura de grano y de subgrano. El tamaño de grano de los MMC disminuye al aumentar el tamaño del refuerzo y al aumentar el % en volumen del mismo.
- Endurecimiento por temple, debido a las dislocaciones generadas por la diferencia del coeficiente de expansión térmica de la matriz y del refuerzo.
- Endurecimiento por trabajado, debido a la diferencia entre la matriz plástica y el refuerzo elástico.
- Endurecimiento por tratamiento térmico de solubilización y precipitación.

Como en muchas otras propiedades, hay que considerar la dirección en que se realiza la medida, ya que, mientras los MMCs de refuerzo de partículas suelen ser isotrópicos, el

alineamiento de los whiskers lleva a un aumento de la resistencia en la dirección paralela al eje de las fibras.

A) Límite elástico

El límite elástico ($\sigma_{0.2}$) es una función de la aleación matriz y de la cantidad de refuerzo. El mayor aumento se observa cuando el % en volumen se incrementa de 5 a 20. A partir del 25%, el aumento es menos significativo. El aumento en esta propiedad es más importante cuanto menor sea el tamaño de refuerzo y más baja la resistencia de la matriz.

B) Tensión de rotura

Depende del tipo, porcentaje, relación l/d y distribución del refuerzo, del tipo de aleación, del tratamiento térmico aplicado y de la intercara matriz partícula. Para whiskers alineados en la dirección de la carga, la resistencia se puede hallar según la Regla de las Mezclas modificada:

$$\sigma_c = \sigma_r \left(1 - \frac{l_c}{2l}\right) f_r + \sigma_m f_m \quad [10]$$

siendo:

σ_c = resistencia del material compuesto.

σ_r = resistencia del refuerzo.

l_c = longitud mínima de la fibra capaz de soportar su carga de rotura. Puede definirse como:

$$l_c = d_{wr} \left(\frac{\sigma_{wr}}{\sigma_y}\right) \quad [11]$$

d_r = diámetro de la fibra.

σ_y = resistencia al flujo de la matriz

σ_m = carga de la matriz en el momento del fallo.

l = longitud media de las fibras.

Si la longitud de los whiskers es diez veces d , la resistencia a rotura del material compuesto es mayor del 90% de la carga de rotura de un material similar reforzado con fibras continuas, lo que demuestra las buenas propiedades que se pueden alcanzar de materiales con este tipo de refuerzo discontinuo.

El carburo de silicio en forma de whiskers (SiCw), orientado unidireccionalmente por extrusión, proporciona una resistencia a rotura doble que el SiCp, ya que con los whiskers se obtiene una mejora en la propiedad del cincuenta por ciento, frente a la aleación sin reforzar, mientras que con partículas la mejora es solamente del veinticinco por ciento. Una variable importante es el tamaño de partícula, ya que la resistencia mejora en gran manera al disminuir éste.

Ductilidad y fractura.

Los materiales compuestos tienen un comportamiento plástico aunque una de sus mayores limitaciones es su escasa ductilidad. Los valores de alargamiento a rotura se reducen mucho en los materiales compuestos al aumentar el porcentaje de volumen. En el ejemplo de la figura II.12, pasan desde valores superiores a un 10% para la matriz sin reforzar a valores inferiores a un 3%.

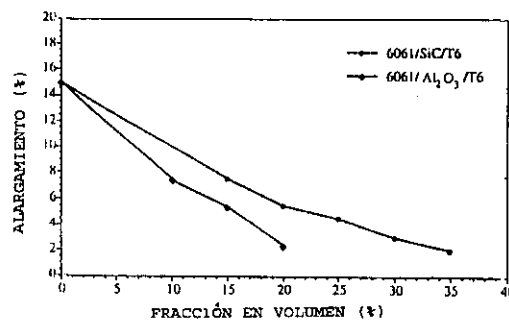


Fig. II.12 Variación del alargamiento a rotura con el % de refuerzo.

El mecanismo de fractura en los materiales compuestos de refuerzo discontinuo es complejo. Se cree que el fallo se produce principalmente por la nucleación y coalescencia de huecos en la matriz. El examen de las superficies de fractura muestra evidencias de

roturas dúctiles en la matriz, descohesión y nucleación de huecos en intercara matriz-partícula y fractura frágil del refuerzo.

La etapa controlante del mecanismo de fractura en los materiales compuestos es la nucleación de defectos, mientras que el crecimiento y coalescencia de huecos no requiere una gran energía adicional. Por tanto, los factores que más influyen en la fractura son los relacionados con la nucleación. Es importante considerar los mecanismos que pueden iniciar el daño a escala microscópica:

Rotura del refuerzo. Si el refuerzo contiene defectos, las zonas dañadas actúan como nucleadoras de grietas (57). Una fractura producida por ruptura del refuerzo tiene un aspecto relativamente plano y no existen grietas en la intercara. La ductilidad y el tipo de fractura dependen del tamaño y de la forma del refuerzo. La probabilidad de que el cerámico se rompa es mayor en los refuerzos gruesos (20 μm) que en los finos (3-10 μm), ya que tienen mayor probabilidad de contener fallos y los efectos de borde son mayores. Para sistemas Al/SiCp, Lloyd (58) observó que la rotura de las partículas es un mecanismo importante de fallo para materiales compuestos que contengan partículas de tamaño superior a 20 μm . En cuanto a la forma, las partículas con una elevada relación de aspecto frecuentemente se fracturan internamente, mientras que las partículas equiáxicas tienden a formar huecos por descohesión interfacial.

Formación de huecos en la matriz y descohesión interfacial. La nucleación de huecos normalmente tiene lugar en la inmediata proximidad del refuerzo debido al alto nivel de tensiones de esta zona. La intercara matriz-partícula es muy importante en el comportamiento a fractura del material, porque es la zona que más esfuerzos sufre en el proceso de deformación. En el caso de una interfase fuerte, la formación de los huecos se producirá en la matriz, en las proximidades del refuerzo, lo que requiere superar una cierta tensión triaxial crítica típica de la matriz.

En cambio, cualquier defecto en esta intercara puede provocar delaminación (la formación de una cavidad alrededor de la partícula). Se ha demostrado que pueden existir pequeños

precipitados de óxido sobre la superficie del refuerzo. Si estos precipitados son continuos, se produce descohesión y la fractura se inicia en ese punto. La presencia de una intercara débilmente unida produce la rotura por “pull-out” (59). En cambio, la presencia sobre la superficie del refuerzo de una cierta rugosidad, lo inhibe. Otro punto de iniciación de grietas son las puntas del refuerzo (60) (61), ya que son lugares de elevado flujo plástico, incluso a bajos niveles macroscópicos de tensión. La alta densidad de dislocaciones existente en esta zona puede actuar como lugar de nucleación de grietas. Una vez que la grieta se inicia en este punto, se propaga rápidamente a través de las dislocaciones que se generan alrededor del refuerzo.

Los factores que influyen en la formación de huecos son:

- Gran tamaño de refuerzo
- Acumulación de tensiones residuales
- Localización del refuerzo en los límites de grano
- Formación de clusters. Son lugares preferentes de fallo, ya que en estas regiones se generan elevadas tensiones triaxiales a las que son muy sensibles los mecanismos de nucleación y crecimiento de grietas. Se observa que la tendencia a formar clusters aumenta al disminuir su tamaño, por lo que por debajo de $0,7 \mu\text{m}$ la ductilidad disminuye rápidamente.
- Bajo trabajo de adhesión
- Gran superficie de partícula orientada perpendicularmente a la carga.
- Microestructura de la matriz. Un pequeño tamaño de grano favorece la formación de huecos. En aleaciones tratables térmicamente, otra variable es el tamaño y distribución del precipitado.

La aproximación más prometedora a la predicción de la ductilidad en los materiales compuestos es el proceso de coalescencia de huecos (Fig. II.13). Los huecos se forman en zonas de alta tensión y después se van uniendo. Al observar superficies de fractura de este tipo de materiales, se aprecian dos tipos de copas, unas mayores, asociadas a las partículas y otras menores, en las zonas de matriz. Esto se justifica observando grietas en piezas que

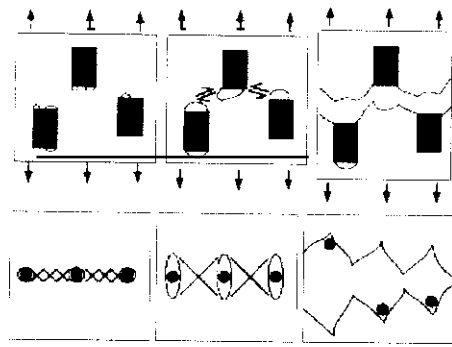


Fig. II.13 Rotura a tracción en MMCs de refuerzo discontinuo (14)

aún no han terminado de romper, donde podemos encontrar microgrietas que se alejan de la grieta principal y que se asocian con los clusters de partículas. Las grietas se propagan debido a la coalescencia de microgrietas, lo que explica el aspecto en copas de la fractura. La ductilidad y la resistencia se pueden mejorar con partículas pequeñas y finamente distribuidas, ya que así se consigue que la grieta se desvíe. Considerando todos estos factores, el tamaño ideal de partícula se sitúa en 2-4 μm .

Comportamiento a alta temperatura.

La presencia de partículas o de whiskers mejora el módulo elástico a alta temperatura. La variación de la resistencia a rotura y del límite elástico con la temperatura es semejante a la de la aleación matriz, pero se mantienen valores elevados hasta temperaturas más altas (Fig. II.14).

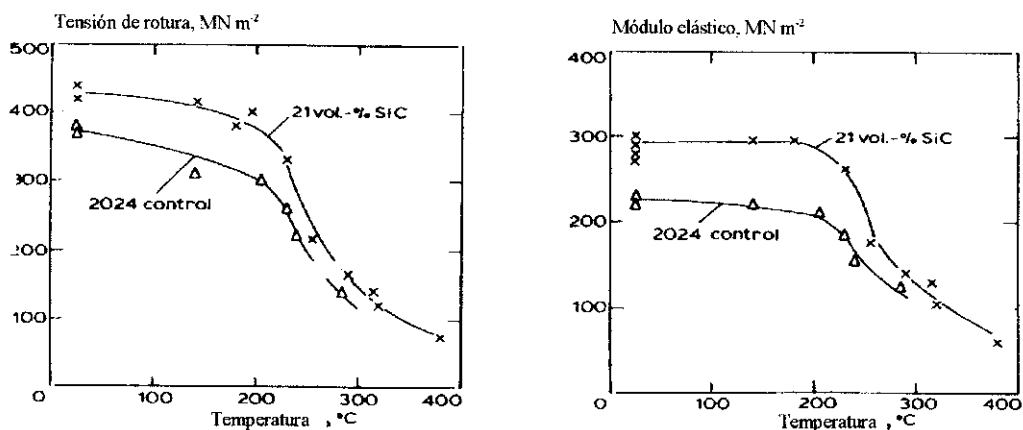


Fig. II.14 Variación del módulo elástico y la tensión de rotura con la temperatura de una AA 2024 y AA2024/SiC/21.

Al someter al material compuesto a un ciclo térmico, se observa una cierta inestabilidad dimensional. Humphreys (62) sugiere que existe una transición en el comportamiento de los materiales compuestos de matriz de aluminio entre 200 y 300 °C. Por debajo de esta temperatura, tienen una elevada resistencia al flujo, elevado grado de endurecimiento por deformación en frío y baja ductilidad. Por encima, disminuye el endurecimiento por deformación en frío y aumenta la ductilidad. La razón de esta transición es la relajación de las tensiones internas alrededor de las partículas, debido a la elevación de la temperatura.

II.1.6.- Tratamientos térmicos

Es muy importante para conseguir unas buenas propiedades en los MMC de refuerzo discontinuo, que sean capaces de recibir tratamiento térmico de endurecimiento por precipitación. Los materiales compuestos responden al tratamiento térmico de forma similar a como lo hacen los materiales matriz, pero presentan ciertas diferencias ya que:

- Pueden aparecer problemas tales como la fusión parcial en los límites de grano o que no se disuelvan completamente los precipitados existentes durante el proceso de solubilización. En ambos casos el resultado es un debilitamiento del MMC en los límites de grano de la matriz.
- La cinética de precipitación es más rápida en los MMCs y las durezas alcanzadas son siempre mayores que las del material base sin reforzar (Fig. II. 15). Esto se debe fundamentalmente a la variación que se produce en la densidad de vacantes y de dislocaciones como consecuencia de la presencia del refuerzo.

En algunos trabajos recientes, se ha demostrado que existe un volumen crítico de refuerzo por debajo del cual no se produce variación en la cinética de envejecimiento (63). Este volumen crítico es función del tipo y tamaño de refuerzo y la composición de la matriz, en cuanto esta marca cuál es la secuencia de precipitación. Un refuerzo pequeño y un elevado porcentaje en volumen alteran en mayor medida la cinética de precipitación.

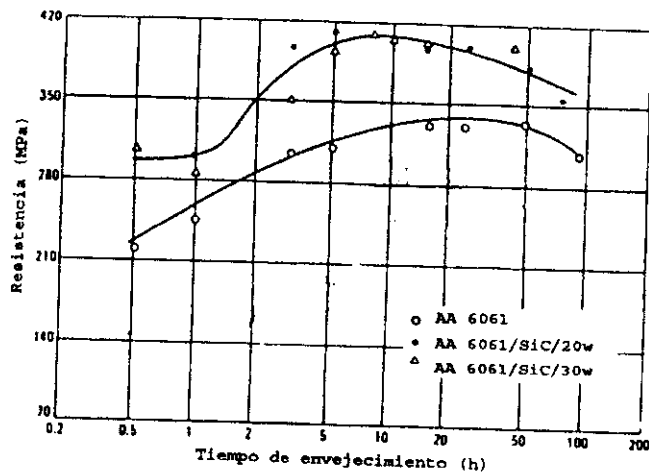


Fig. II.15 Curva de envejecimiento

El tratamiento térmico, normalmente, incluye una etapa de solubilización a $\sim 500^{\circ}\text{C}$ seguida de temple. En esta etapa, para reducir las tensiones residuales introducidas en el material como consecuencia de los diferentes coeficientes de dilatación entre el SiC o la Al_2O_3 y la matriz, se forman un gran número de dislocaciones que quedan pinzadas por el refuerzo (64). Estas tensiones pueden generar del orden de 10^{12} - 10^{14} dislocaciones/ m^2 en la aleación reforzada, mientras que en la matriz sin reforzar existen menos de 10^5 dislocaciones/ m^2 . El aumento en la densidad de dislocaciones produce un aumento de la resistencia y de la dureza en estado templado (65) (66).

La densidad de dislocaciones aumenta de forma proporcional a como lo hace el porcentaje de refuerzo. Puesto que las dislocaciones se generan debido a la diferencia en los coeficientes de dilatación, el tipo de refuerzo (alúmina o carburo de silicio) influye sobre la densidad de dislocaciones y, por tanto, sobre la cinética de precipitación. La distribución de estas dislocaciones se ha demostrado que no es homogénea y que es mayor en los alrededores del refuerzo (67). Así mismo, la densidad de dislocaciones depende también de la forma del refuerzo (66). Por ello, los materiales compuestos reforzados con whiskers muestran un endurecimiento inicial mucho mayor que los reforzados con partículas (68).

Por otra parte, tanto si el refuerzo es de partículas como de whiskers, se produce una disminución en el número de vacantes al aumentar el porcentaje de refuerzo, ya que tanto

las intercaras matriz-partícula como el mayor número de límites de grano y dislocaciones existentes actúan como sumideros de los mismos.

Estos dos factores alteran la cinética de precipitación de los materiales compuestos dependiendo de la distinta forma que tienen de nuclear los precipitados. En el caso de que nucleen sobre vacantes, su precipitación se verá retrasada, mientras que si lo hacen sobre dislocaciones, como ocurre con los precipitados endurecedores de las aleaciones matriz más comunes, se acelerará su cinética de formación (nucleación), así como su velocidad de crecimiento, debido a que las dislocaciones favorecen el aumento de la difusión en estado sólido. El efecto de las dislocaciones sobre la velocidad de nucleación de los precipitados se puede estimar como (69):

$$J = Z \beta^* N \exp(-\Delta G^*/kT) \quad [12]$$

donde: β^* = Velocidad de adición de los átomos al núcleo crítico

Z = Factor de no-equilibrio de Zeldovich

$$N = \frac{\rho_d}{a} \quad [13]$$

N = Lugares de nucleación por unidad de volumen

a = Constante de red

Por lo tanto, la velocidad de nucleación aumenta con la densidad de dislocaciones y la existencia de una subestructura de dislocaciones hace disminuir la barrera de energía libre necesaria para la nucleación. Esta disminución es debida a la disminución efectiva de la energía de deformación en volumen necesaria para la formación de un núcleo crítico.

Además, se puede producir la precipitación a baja temperatura de formas intermedias que aparecen a temperaturas más altas en las aleaciones sin reforzar y puede originarse la exclusión de alguna fase intermedia. Se ha sugerido que este efecto puede deberse a que el campo de distorsión generado por las dislocaciones de borde puede disminuir de manera

efectiva la barrera de energía necesaria para la formación de las fases semicoherentes, acelerando así la cinética de precipitación (70).

Pueden aparecer, así mismo, zonas libres de precipitados, ya que las interfases matriz-partícula actúan como sumideros de vacantes y porque se produce nucleación heterogénea preferente en las interfases y difusión de los elementos aleantes hacia el refuerzo que los consume.

Se observa, además, que la dureza alcanzada en los materiales compuestos es mayor que la de la matriz sin reforzar y que el valor de este máximo de dureza aumenta conforme lo hace el porcentaje de refuerzo. Este hecho se atribuye al aumento de la densidad de dislocaciones conforme aumenta el porcentaje de refuerzo, lo que produce una mayor homogeneidad en la distribución de los precipitados y favorece una precipitación más fina. Esta dureza depende también del tipo de refuerzo (68); es mayor en el caso de los materiales reforzados con whiskers que en los reforzados con partículas, porque la densidad de dislocaciones en los primeros es mayor, y porque su tamaño de grano es menor.

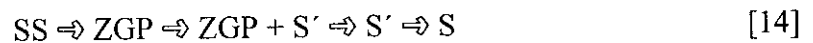
Algunas investigaciones sugieren que el proceso de fabricación del material tiene cierta influencia en su comportamiento frente a los tratamientos térmicos (71). Las aleaciones fabricadas por pulvimetalurgia tienen una cinética de precipitación más rápida que los materiales preparados por colada. Se sugiere que esto puede ser debido a la mayor presencia de inclusiones de óxido en los materiales fabricados por PM. El procesado secundario también influye de forma importante en la cinética de precipitación. Cuando las aleaciones son trabajadas en frío, se introducen dislocaciones que hay que considerar. En otros trabajos, además, se estudia el efecto de la temperatura de extrusión (72) (73), encontrando que se produce una aceleración de la cinética en los materiales compuestos al aumentar la temperatura de extrusión. Esto se justifica ya que, al aumentar esta temperatura, la fragmentación del refuerzo durante el proceso se reduce y aumenta el "volumen efectivo" capaz de generar dislocaciones.

Las aleaciones matriz envejecibles más comunes son las aleaciones Al-Si-Mg como la AA 6061, las Al-Cu y Al-Cu-Mg como la AA2014 y AA 2124 y las Al-Zn-Mg (serie 7XXX).

II.1.6.1.- Aleaciones Al-Cu y Al-Cu-Mg

Las aleaciones Al-Cu-Mg son muy sensibles a las variaciones en el procedimiento experimental, tales como velocidades de temple, tamaño de la muestra, etc., por lo que se encuentran muchas contradicciones en la bibliografía en cuanto a la secuencia de precipitación y el efecto de la presencia del refuerzo sobre el envejecimiento.

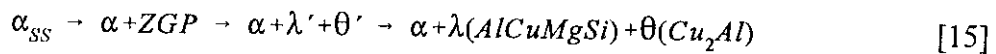
La secuencia de precipitación de la aleación 2124 es (46) (74):



La fase S' (Al₂MgCu) nuclea en las dislocaciones por lo que su cinética se ve acelerada, como acabamos de comentar. En los materiales con refuerzo de whiskers, las puntas de los mismos generan una acumulación de dislocaciones que favorece una mayor precipitación de la fase S' en estas zonas. También se encuentran evidencias de precipitación en la intercara matriz-partícula que actúa como un límite de grano de gran ángulo. Pueden aparecer zonas libres de precipitados cuando existe reacción entre la matriz y el refuerzo. La disminución en el número de vacantes provoca que se retrase la aparición de las zonas GP y de los precipitados intermedios. Se puede conseguir mejorar su formación utilizando el templado para retener las vacantes.

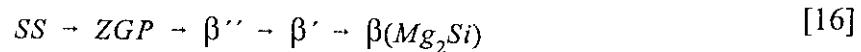
La secuencia de precipitación en las aleaciones Al-Cu-Mg-Si sin reforzar, como la AA 2014, se conoce relativamente bien. Dubost et al. (75) encontraron que los compuestos endurecedores en estas aleaciones son la fase θ' (CuAl₂ metaestable) y la fase cuaternaria λ' metaestable (Al₅Cu₂Mg₈Si₅) que precipita en forma de agujas hexagonales y que sustituye en las aleaciones que contienen una cantidad significativa de Si a la fase S

(Al₂CuMg). Posteriormente Dutta et al. (76) establecieron que la secuencia de precipitación es:



II.1.6.2.- Aleaciones Al-Mg-Si

Se ha observado mediante estudios de DSC (77) y TEM (78) (66) que la secuencia de precipitación en la aleación AA 6061 reforzada es la misma que la de la aleación sin reforzar:



con la diferencia de que se produce una aceleración en la precipitación de la fase coherente β'' y de la semicoherente β' . La formación de la fase de equilibrio β no se ve alterada por la presencia de refuerzo (SiC, Al₂O₃) en la matriz.

Wu y Lavernia (46) observaron que durante los primeros estadios de la precipitación, la dureza alcanzada es menor en el material compuesto que en la matriz sin reforzar para tiempos iguales, aunque posteriormente esta tendencia se invierte y el tiempo necesario para alcanzar la máxima dureza es menor en los MMCs.

La explicación de este fenómeno se basa otra vez en la diferencia existente en la concentración de vacantes y dislocaciones entre ambos materiales. La mayor cantidad de dislocaciones en el material favorece la formación de la fase β' , mientras que tiene un efecto indirecto sobre la formación de las zonas GP. Al favorecerse la difusión hacia las dislocaciones de los átomos de Si, la concentración de éstos disminuye en las zonas de formación de ZGP, que son los que contribuyen al endurecimiento durante la primera etapa.

Merle et al. (79) determinaron la temperatura crítica por debajo de la cual las dislocaciones debidas al refuerzo se crean en la matriz, cuyo valor es alrededor de 310°C. Esta temperatura es mucho más baja que la temperatura de homogeneización.

II.1.6.3.- Aleaciones Al-Zn-Mg

Se han encontrado algunas dificultades para obtener la máxima dureza en las aleaciones de la serie 7XXX (Al-Zn-Mg-Cu) (80). La precipitación homogénea de la fase η' (Mg_2Zn) se produce asociada a la precipitación de la fase de equilibrio η (Mg_2Zn) en las intercaras matriz partícula. La disminución de la concentración de vacantes inhibe la precipitación de la fase intermedia η' (Mg_2Zn) y favorece en cambio la precipitación en la interfase.

II.1.7.- Aplicaciones

La metalurgia actual tiende a producir materiales metálicos de características mecánicas más elevadas, con el fin de que, al ser necesario menos material para fabricar una determinada pieza, se pueda conseguir un ahorro de costes y de peso. Por ello, la tecnología de fabricación de materiales compuestos de matriz metálica se está extendiendo gradualmente a la aplicación industrial. Las partículas de refuerzo son especialmente interesantes para la industria. De todos modos, para que la industria acepte estos nuevos materiales por completo, tienen que cumplir una serie de requisitos en cuanto a **eficacia, calidad y coste**. Algunas de las aplicaciones que tienen actualmente este tipo de materiales se describen a continuación. Esta lista no es completa, ya que cada día se amplían los campos en que es útil su uso.

* **Estructuras aeroespaciales y aeronáuticas.** La principal ventaja en este tipo de aplicaciones es la reducción del peso, que permite mayor capacidad de carga o ahorro de combustible. Esto es muy importante en la industria aeroespacial, donde se dice que un kilo de material puesto en órbita vale su peso en oro. El aluminio reforzado con fibras de boro (Al/B) fue el primer MMC que se desarrolló a finales de los años 60 y fue el primer MMC empleado en una aplicación industrial, concretamente en la *lanzadera espacial*

estadounidense "Space Shuttle". Del compuesto Al/C, existe un elemento operativo en el *telescopio espacial* "Hubbel". El original era de epoxi/C, lográndose con el Al/C una reducción de peso del 70% y manteniendo la misma estabilidad térmica.

Este ahorro de peso también es importante en la industria aeronáutica. En 1980, el 55% de los costes directos de explotación de una compañía aérea se debían al combustible, lo que subraya la importancia que puede tener este ahorro. Para este tipo aplicaciones, se suele utilizar refuerzo de whiskers, debido a sus mayores prestaciones.

Algunos ejemplos concretos son las aeronaves transatmoféricas (Orient Express) y supersónicas, aún en diseño, previstas por la OST (Oficina de Ciencia y Tecnología (EE.UU.)). Estos aviones utilizarán Al/SiC en las partes más frías como el tren de aterrizaje o los depósitos de combustible.

* **Aplicaciones de precisión.** Sistemas de guía de misiles, donde los componentes deben tener un reducido bajo peso, ser estables dimensionalmente y de CTE compatible con otras piezas, ya que son elementos de precisión. En este caso, se suelen utilizar refuerzos de partículas.

* **Óptica.** Espejos ópticos metálicos para sistemas de detección de infrarrojos y sistemas de láser. Los MMCs proporcionan estructuras de bajo peso y alta estabilidad dimensional. Algunas de estas estructuras como el espejo de infrarrojos del Tanque Táctico o el Telescopio Espacial Ultraligero (OLW) deben funcionar en condiciones extremas físicas y mecánicas.

En un principio, los MMCs de refuerzo discontinuo se diseñaron para aplicaciones, como las anteriormente mencionadas, en las que el coste del producto no era un factor determinante; pero su abaratamiento ha permitido que actualmente hayan desbordado estos campos y se comienzan a aplicar en sectores más comerciales, como la industria del automóvil (81) o los equipos de deporte (82) (cuadros de bicicleta y mástiles para barcos de competición). La dificultad que presentan actualmente es que los componentes deben ser fabricados en una sola pieza y con su forma final, ya que aún está por desarrollar una técnica de soldadura adecuada. De ahí el interés que pueda tener la presente investigación.

propiedades tales como la alta resistencia a rotura, elevados límite elástico y módulo elástico, excelentes resistencias a la fatiga y al desgaste, bajo coeficiente de expansión térmica y buena conductividad eléctrica, resultan muy útiles en este campo. En 1982 Toyota realizó la primera aplicación comercial en este campo, al incluir un pistón reforzado con alúmina en sus motores diesel. En estos momentos, hay varias compañías, como Ford, Honda (en el bloque de cilindros de su Prelude Si), GKN, etc..., que están desarrollando investigaciones o han aplicado los materiales compuestos de matriz de aluminio a pistones, cilindros, ejes y válvulas (84).

En el campo militar, la marina de los Estados Unidos ha desarrollado aleaciones de aluminio/SiC de las series 2000, 6000 y 7000, para su aplicación en la fabricación de barcos (armazones y cubiertas), aplicaciones submarinas y estructurales (torpedos y minas).

* **Equipos deportivos.** Las principales aplicaciones en este campo son los cuadros y suspensiones de las bicicletas (85). Muchas compañías que fabrican materiales compuestos, como Duralcan y DWA Composite Specialties, Inc. Chatsworth, Calif. tienen un gran interés en esta aplicación. Por ejemplo, Duralcan es el suministrador del cuadro de la bicicleta Stumpjumper M2, fabricada por Specialized Bicycle Components, Inc, Morgan Hill, Calif.. Esta bicicleta ha alcanzado un gran éxito en el mercado, ya que pesa la mitad que una similar con el cuadro de acero.

* **Aplicaciones de alta temperatura.** Como ya se ha comentado, los materiales compuestos de matriz de aluminio mantienen sus propiedades hasta temperaturas más elevadas que las que resisten las aleaciones matriz sin reforzar, lo que las hace útiles para aplicaciones a temperaturas relativamente elevadas. Por ejemplo, Allied-Signal (USA) está fabricando por pulvimetalurgia, dentro del programa Air Force Title II, una aleación 8009/SiC/11p con este propósito.

II.2.- Soldadura de MMCs

Las especiales características de estos materiales hacen que sean difíciles de soldar, aunque se han realizado investigaciones sobre prácticamente todas las técnicas existentes, tanto de fusión, como de estado sólido (86) (87). La soldadura de materiales compuestos no es aún una tecnología completamente desarrollada, y existen muchos detalles que deben ser objeto de investigaciones más profundas. A pesar del interés del tema, se han publicado relativamente pocos trabajos (88) (89) (90) (91) (92). Además, muchas de las investigaciones realizadas no son accesibles, por tratarse de patentes de invención o haber sido declaradas secretas. Otro punto que requiere una más amplia investigación es el desarrollo de los tratamientos térmicos post-soldadura. Puesto que muchos de los materiales compuestos desarrollados poseen matrices endurecibles, se hace necesaria su aplicación para recuperar todas las propiedades mecánicas que generalmente se degradan durante las operaciones de soldadura. Como se comentó en la primera parte de esta introducción, el comportamiento de los materiales compuestos frente al envejecimiento no es igual al que presentan las aleaciones de aluminio sin reforzar.

A continuación se realiza un repaso de los trabajos publicados sobre los distintos métodos de soldadura empleados en materiales compuestos de matriz de aluminio, haciendo especial hincapié en los procesos en los que el material base no funde, ya que son considerados por muchos autores los más prometedores (93) (94). El control de la temperatura es uno de los factores clave para poder conservar la microestructura original del material compuesto. Es por esto por lo que son preferibles los procesos de soldadura en estado sólido o semisólido, tales como la soldadura por difusión, la soldadura fuerte o la soldadura por fricción.

II.2.1.- Procesos de soldadura con fusión

Los principales problemas que aparecen en la soldadura de estos materiales están causados por las diferentes propiedades físicas y químicas de las dos fases que constituyen el material. Entre estas limitaciones cabe destacar las siguientes:

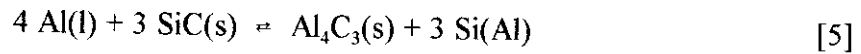
- Los puntos de fusión del refuerzo (hasta 2500 °C) y de la matriz son muy diferentes. La presencia de una fase sólida en el baño fundido hace que este presente una **viscosidad** mucho más elevada que cuando funde una aleación sin reforzar. Esta fluidez puede verse aún más reducida por la presencia de algunos de los productos de reacción que se pueden producir. En estas condiciones, el baño fundido no fluye ni moja tan fácilmente como en el caso de las aleaciones sin reforzar. Puesto que el baño se encuentra sólo parcialmente fundido es más susceptible de atrapar gases, originando porosidad, y se reduce la penetración de la soldadura, lo que aumenta los defectos de fusión (faltas de fusión, faltas de penetración, mordeduras, etc...).

La transferencia de masa en el baño se limita debido a su naturaleza viscosa, por lo que se dificulta la mezcla del metal de aporte con el material base. El flujo de calor por convección en el baño se ve significativamente reducido por la presencia de una fase sólida. Por ello, el papel que juega la transferencia de calor por conducción, a través de la matriz de aluminio, en el gradiente de temperatura y en la velocidad de enfriamiento se hace más importante que en los materiales sin reforzar. Por eso las microestructuras resultantes pueden ser muy diferentes.

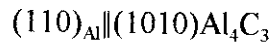
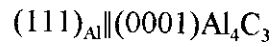
Estas desventajas se ven compensadas de alguna forma por la más baja conductividad eléctrica y térmica de la mayoría de los materiales compuestos. Para una potencia dada, la soldadura se hace con mayor penetración o mayor velocidad de avance que en las aleaciones convencionales.

- Otro factor que hay que considerar es la **interacción química entre las dos fases** en el baño fundido. Como ya se ha comentado, el refuerzo y la matriz pueden ser mutuamente reactivos, sobre todo en el caso de los MMCs fabricados por procesos de estado sólido.

En el **sistema Al/SiC**, cuando el SiC se expone al aluminio fundido con suficiente tiempo y temperatura, la reacción ya comentada de formación del carburo de aluminio consume el refuerzo:



Existe una relación de orientación en la precipitación del carburo de aluminio sobre la matriz de Al (95).



Esta reacción no reversible ocurre bastante rápidamente. No sólo se consume parcialmente el refuerzo de SiC, sino que la fase de carburo de aluminio precipita en forma de plaquetas (Fig. II.16), por lo que su apariencia es acicular. Su forma y el hecho de que sea un compuesto frágil hace que produzca una reducción de las propiedades mecánicas. Más aún, reacciona en medios acuosos, incluso en aire húmedo (96) para dar acetileno, por lo que las uniones soldadas se hacen muy susceptibles a la corrosión. Por esto, los procesos de soldadura con fusión no son

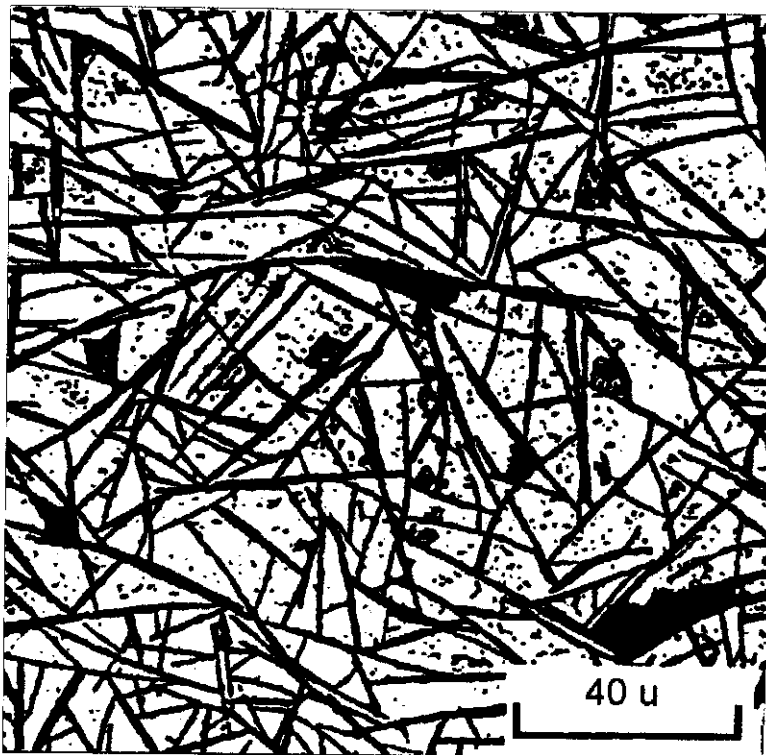


Fig. II.17 Formación de Al_4C_3 en una soldadura por haz de electrones de AA6061/SiC

recomendables generalmente para los MMCs de Al/SiC, a no ser que se mantenga baja la temperatura del baño fundido o se pueda alterar la química del mismo. La energía libre de esta reacción (ΔG°) es una función de la temperatura y de la actividad del silicio en el aluminio líquido según la ecuación (97) [17].

$$\Delta G \text{ (J mol}^{-1}\text{)} = 113.900 - 12,06 \ln T + 8,92 \cdot 10^{-3} T^2 + 7,53 \cdot 10^{-4} T^{-1} + 21,5 T + 3RT \ln a_{\text{[Si]}} \quad [17]$$

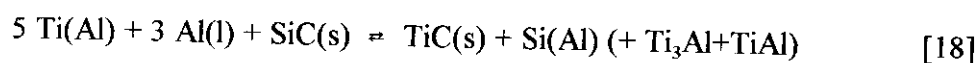
Donde $a_{\text{[Si]}}$ = actividad del SiC en el fundido.

R = Constante de los gases.

T = Temperatura absoluta.

De acuerdo con la ecuación [18], la reacción no se produce por debajo de 727°C. Este ΔG° se hace más negativo al aumentar la temperatura y disminuir la actividad de silicio, por lo que la forma de limitarla es, como ya hemos mencionado, mantener baja la temperatura del baño, limitando el aporte de calor o aumentar la actividad del silicio mediante adiciones de este elemento (98). Se requiere al menos un 7% en peso de silicio para inhibir la reacción. Es preferible tener esta composición en la aleación matriz, aunque usar un material de aporte que contenga silicio (como el 4043 o 4045) también puede ser efectivo. El añadir silicio a la matriz puede tener efectos indeseables como disminuir la resistencia del material.

Otra opción es usar un aporte que contenga bastante porcentaje de un metal activo como el titanio. Como la reacción del carburo de titanio es termodinámicamente más favorable que la reacción del carburo de aluminio, el carburo de silicio disociado puede ser sustituido por carburo de titanio, igualmente efectivo como refuerzo. El exceso de titanio se mantendrá en solución con el aluminio o reprecipitará como fase intermetálica fina de Ti_3Al o TiAl (99). Aunque se han logrado algunos progresos (100), no se ha desarrollado aún ningún aporte de este tipo.



Otra posibilidad para evitar este efecto es un control muy cuidadoso de la temperatura de operación, del tiempo y del aporte de calor (10). Se puede realizar la soldadura mediante pasadas rápidas, utilizando procesos de bajo aporte de calor para mantener frío el carburo de silicio, presente en el baño, y evitar su descomposición y la formación del carburo de aluminio.

En soldaduras de alta energía, se ha detectado (101) la reacción del SiC para dar otros carburos como el $\text{Al}_4\text{C}_2\text{Si}_5$, además del Al_4C_3 . Este precipitado tiene también forma de plaquetas.

El carburo de aluminio también se forma espontáneamente en **materiales Al/C** según la reacción siguiente.



El **sistema Al/Al₂O₃** presenta un mejor comportamiento frente a las reacciones matriz-refuerzo aunque no deja de tener ciertos problemas. Los óxidos de aluminio en aleaciones aluminio-magnesio (por ejemplo, series 6xxx) se ven sometidos a una reacción autolimitada que forma una capa superficial de espinelas. Esta capa de espinelas no afecta a las propiedades del material compuesto (102). Sin embargo, la eliminación del magnesio de la matriz resultante puede disminuir significativamente la resistencia a tracción del MMC.



La formación de estas espinelas favorece el mojado del refuerzo por el aluminio fundido, por lo que la utilización de aportes con un contenido en magnesio mayor del 3,5% (p.e.: ER5356 con un 5% Mg) evita que las partículas de refuerzo se adhieran unas a otras en el baño fundido (87). Se ha encontrado una reacción similar de formación de una espinela de cobre (CuAl_2O_4) en aleaciones aluminio-cobre reforzadas con alúmina.

Normalmente, en la fabricación de materiales compuestos, se utiliza como refuerzo una forma de alúmina hidratada. En procesos de alta energía esta alúmina puede descomponerse, expulsando el vapor formado al material fundido de la unión (103).

- La **fusión y resolidificación** del MMC pueden alterar drásticamente su estructura y propiedades. La redistribución de refuerzo en la unión solidificada puede dar como resultado la aparición de defectos. La **segregación** del cerámico durante la solidificación puede dar como resultado concentraciones locales muy altas de refuerzo que se comportan como inclusiones en la soldadura o zonas de baja concentración de refuerzo. El refuerzo de partículas de Al_2O_3 tiene una gran tendencia a flotar en el fundido.

Una consecuencia de la segregación es que se produce un enriquecimiento en aleante alrededor del refuerzo. En la figura II.17 (87) se observa el enriquecimiento en Cu y Mg producido alrededor de las partículas en una unión de 2080/SiCp. Además, cuando se utilizan aportes no reforzados, el cordón se comporta como una zona débil de propiedades muy inferiores a las del material compuesto.



Fig. II.17 Soldadura autógena de 2080/SiC. Imagen de electrones retrodifundidos.

A partir de una cierta velocidad de solidificación, el refuerzo discontinuo se segrega en el frente de solidificación, lo que apantalla parcialmente el flujo de calor y el transporte de masa. Se produce una disminución de la segregación y disminuye la cantidad de fase(s) terminal(es) que se forma(n). Además, la modificación de la cantidad y distribución de esta(s) fase(s) parece aumentar la resistencia de algunos

MMCs al agrietamiento durante la solidificación. Esta modificación de la microsegregación también ocurre en los materiales de refuerzo continuo, cuando la solidificación ocurre a través de los pequeños capilares formados entre las fibras.

Cuando el refuerzo es continuo, el problema se agrava (104), ya que la resistencia en estos materiales es todavía más dependiente de la distribución del refuerzo y de las propiedades de la intercara entre éste y la matriz.

- En la soldadura por fusión de materiales compuestos, suele aparecer **porosidad**. Aparte de la causada por la posible contaminación por hidrogeno propia de la matriz de aluminio, esta porosidad puede tener dos fuentes. En primer lugar, el refuerzo puede retener debido a fuerzas de tensión superficial, el gas de protección que se disuelva en el baño durante el proceso (105). El gas se ve de esta forma atrapado y no puede eliminarse del baño antes de que se produzca la solidificación. Este tipo de porosidad aparece asociada al refuerzo. El otro tipo de porosidad se genera fundamentalmente en los materiales compuestos fabricados por pulvimetalurgia. Esta porosidad se forma por disociación de los óxidos de aluminio hidratados presentes en el material y formación de hidrógeno, que se desprende durante la soldadura. Estos óxidos se producen durante la fabricación por reacción del aluminio en polvo con el agua presente en la atmósfera. Para resolver este problema, se puede aplicar desgasificación previa a la soldadura. Sin embargo, en la actualidad, la mayoría de los fabricantes de MMCs con base de aluminio en polvo han modificado sus métodos de producción para eliminar este problema.
- La diferencia en los coeficientes de expansión lineal produce una acumulación de tensiones residuales al calentar.
- El mojado del refuerzo y las condiciones de solidificación de la soldadura se ven afectados por la distinta conductividad térmica (p.e.: Al(A356) = 15909 J/m² s K, SiC = 31819 J/m² s K) y capacidad calorífica de matriz y refuerzo. En la soldadura de aluminio sin reforzar, se juega con el coeficiente de dilatación para que las dos

partes que se unen, se aproximen entre sí en el frente de soldadura, lo que no se puede conseguir cuando se sueldan materiales compuestos.

- Además de todos estos factores, hay que considerar los **problemas propios de la matriz de aluminio**, como es la presencia de la capa de óxido superficial, alúmina, que desaparece sólo por encima de, aproximadamente, 950 °C (106) y la posible aparición de defectos propios de la soldadura por fusión de las aleaciones de aluminio, como es el agrietamiento durante la solidificación y la porosidad provocada por contaminación con hidrógeno. La aparición de este tipo de defectos dependerá exclusivamente de la composición de la matriz, aunque puede verse exacerbada por la presencia del refuerzo. Para evitarlos es importante una limpieza adecuada antes de la soldadura y protección durante el proceso.

Otro problema que presentan las matrices de aluminio es que algunos de sus aleantes (p.e.: Zn y Mg) tienen una elevada presión de vapor, por lo que pueden causar graves problemas en procesos que se realicen a vacío como la soldadura por haz de electrones. Los materiales basados en aleaciones de la serie 7xxx resultan muy difíciles de soldar mediante este proceso, debido a que el desprendimiento de Zn produce porosidad y salpicaduras y puede incluso desestabilizar el haz.

Una dificultad añadida que se presenta en la soldadura por fusión es la falta de aportes comerciales especialmente desarrollados para los materiales compuestos. A pesar de todos estos problemas los procesos de soldadura con fusión han despertado interés, debido a que pueden proporcionar una elevada productividad.

II.2.1.1.- Soldadura por arco.

Los primeros estudios sobre soldabilidad **TIG (GTAW)** y **MIG (GMAW)** de materiales compuestos de refuerzo discontinuo realizados por Ahearn et al. (107) sobre AA6061/SiC/15-20 w-p revelaron toda una serie de problemas. En primer lugar están los ya mencionados de baja fluidez del baño debido a la presencia de sólidos, que dificulta el

mojado y produce un cordón de aspecto rugoso, y de formación de Al_4C_3 y de eutéctico Al-Si. También puede aparecer delaminación en la matriz, en la zona cercana al cordón de soldadura. Además, puede aparecer porosidad por las razones que hemos comentado. Parte de estos defectos se resolvieron mediante el control de las condiciones de soldadura consiguiéndose finalmente las propiedades reflejadas en la tabla II.6.

Otra dificultad añadida a estos tipos de soldadura es que el efecto del arco, al fundir la matriz, cambia la orientación del refuerzo y el aporte excesivo de calor modifica las propiedades del material. Además, la velocidad de enfriamiento del baño es generalmente mucho más lenta que la del proceso de fabricación original, lo que puede provocar que parte de los elementos aleantes no se retengan en disolución y se segreguen. Los materiales fabricados por colada presentan menores problemas, ya que su microestructura se ha diseñado para poderla fundir. A pesar de todas estas dificultades, se siguen realizando investigaciones en este campo (108), ya que estos dos tipos de soldaduras pueden permitir una gran productividad.

Un repaso a las investigaciones realizadas hasta este momento y que se reflejan en la tabla II.6 indican que los resultados obtenidos dependen en gran medida de las características de la matriz y del aporte que constituyan el material. Gran parte de las investigaciones se han realizado con materiales de matriz de la serie 6XXX, que es una aleación muy soldable y que permite el tratamiento térmico posterior a la soldadura, ya que es envejecible. Las soldaduras realizadas con materiales de estas características han tenido más éxito que las realizadas en otros materiales. Duralcan (109) ha ensayado la soldadura de aleaciones endurecibles de aluminio reforzadas con alúmina mediante TIG y MIG con aporte ER5356 (5% Mg), obteniendo buenos resultados en materiales con matriz de AA 6061 y algo peores en 2024 y 2219. También otros autores han conseguido buenos resultados en la soldadura TIG/MIG de AA6061/ Al_2O_3 /25p (Comral-85) (105). En este estudio, los mejores resultados se obtuvieron en la soldadura TIG con corriente continua utilizando el aporte 5356. Aún en el mejor de los casos, se detectaba porosidad residual debida a que el gas de protección se veía atrapado por la alúmina porosa, por efecto de la tensión superficial y la fractura se producía por el cordón de soldadura durante los ensayos mecánicos.

Otro factor que hay que considerar es el refuerzo. Dejando aparte los materiales de fibra continua, que presentan graves problemas para preservar la integridad de las fibras, la soldabilidad de los materiales compuestos por procesos de arco depende mucho del tipo de refuerzo que tengan. Se obtienen mejores resultados cuando el refuerzo es de alúmina (que no sufre una reacción degradativa) que cuando es carburo de silicio. En el caso del SiC es importante el control del aporte de calor por las razones que se han indicado y normalmente no se logra eliminar la formación de carburo de aluminio.

También se ha estudiado la soldabilidad de materiales con otro tipo de refuerzos discontinuos como partículas de B_4C . Stantz et al. (110) estudiaron la soldabilidad mediante TIG y MIG de una aleación AA6061/ B_4C /25p, utilizando el aporte ER4043 para TIG y el ER5356 para MIG. Los mejores resultados se obtuvieron con MIG, aunque no se evitó la formación de porosidad. Los resultados obtenidos en el proceso TIG no fueron buenos debido a la elevada viscosidad del baño.

El equipo y los consumibles que se utilizan son básicamente los mismos que los utilizados para la soldadura de aluminio sin reforzar, aunque los procedimientos a seguir varían de forma importante. Como gas de protección, se suele utilizar argón, excepto en los casos habituales en que se mezcla o se reemplaza por helio en la soldadura de aluminio sin reforzar.

Los materiales de aporte, habitualmente, se eligen de forma semejante a como se hace para las aleaciones de aluminio, en función de la composición de la matriz y de los requerimientos de servicio. Por ejemplo, la aleación AA 6061 normalmente se suelda con ER4043 o ER5356. En el caso de Al/ Al_2O_3 , se elegirá un aporte ER5356 que, por su contenido en magnesio, ayuda al mojado del refuerzo y evita su aglomeración. En el caso de Al/SiC, se elegirá un aporte ER 4043 que, por su contenido en silicio, disminuye la formación de carburo de aluminio. Respecto a la utilización de aportes con una composición más cercana al eutéctico Al-Si (como ER4045 y ER 4047), no existe acuerdo ya que, mientras unos lo recomiendan (10), otros lo rechazan alegando que la fase silicio del eutéctico es acicular y engrosa durante los tratamientos térmicos (111). La utilización

de estos aportes no representa ningún problema en materiales fabricados por colada, como A356/SiCp que ya tienen una estructura eutéctica de partida.

El silicio primario sólo precipita en cantidades apreciables si el contenido en silicio del fundido es superior al 12,6% o si la velocidad de enfriamiento es lo bastante rápida como para evitar la reacción eutéctica. Ninguno de estos dos supuestos se suele dar en la soldadura. El silicio primario mejora las propiedades si se encuentra finamente distribuido.

La dilución del material base en el aporte produce que el porcentaje de partícula en el cordón de soldadura sea menor que en el material base (112). La transición entre la zona de alto contenido en partículas y la de bajo se produce en la interfase baño fundido/ZAC. Por tanto, la resistencia del cordón de soldadura será menor que la del material base, lo que disminuirá la eficacia de la unión. Este es un parámetro que hay que considerar en el diseño.

Para mejorar la eficacia de la unión, se pueden aportar al baño fundido partículas de refuerzo con un electrodo consumible formado por una capa externa de la aleación matriz y un núcleo de una mezcla de matriz en polvo y partículas o whiskers de refuerzo. Este método está descrito en una patente norteamericana (113) en la que se utilizan fibras de B, Al_2O_3 , SiC y Si_3N_4 con matrices de aluminio y magnesio, así como de titanio y hierro como aporte para la soldadura TIG. La aleación que se utiliza en el aporte como matriz tiene la misma composición que el material que se quiere soldar. En esta misma patente, se describe otra forma de aportar refuerzo al cordón de soldadura, consistente en colocar de forma previa una mezcla de las mismas con un ligante (que puede contener aditivos que favorezcan el mojado) sobre la junta. Los ensayos fueron realizados por soldadura MIG. Sin embargo, la utilización de aportes reforzados supone un aumento muy importante de la viscosidad del baño, por lo que se hace muy difícil su manejo (114). Por ello, este tipo de aportes está poco desarrollado y no se utilizan. Otra patente (115) describe la introducción de fibras en el baño fundido mediante un sistema de alimentación separado, mientras que el resto del proceso TIG no varía. Según estos autores, se pueden alcanzar resistencias análogas a las del material base.

En una investigación muy reciente de soldadura TIG de 7005/Al₂O₃/10p (116), se utilizó, como aporte, este mismo material. Aunque disminuyó la fluidez del baño y el aspecto externo de la soldadura no era muy bueno, la integridad microestructural de las uniones era alta con una buena distribución del refuerzo.

Una característica de la soldadura realizada en materiales compuestos mediante estos procesos, cuando se compara con soldaduras realizadas en las mismas condiciones en el material sin reforzar, es que el tamaño del baño fundido es mayor en el MMC (105). Esto se debe a que la menor conductividad térmica de éste hace que el calor se disipe más lentamente desde el baño fundido, permitiendo que funda una mayor cantidad de material base. Además, debido a que actúa como aislante y reduce la velocidad de enfriamiento del baño, éste puede presentar una estructura celular asociada al refuerzo. La ZAC se hace también más ancha por las mismas razones.

El diseño de la unión debe hacerse tomando como base las normas existentes para aluminio, con ligeras modificaciones que consideren que el baño fundido en los materiales compuestos es mucho menos fluido.

TIG. Se suele utilizar con corriente alterna, tal y como suele hacerse con aluminio sin reforzar, y ajustando el arco tanto para limpieza como para penetración. El ajuste para limpieza reduce las reacciones matriz-refuerzo ya que disminuye el aporte de calor. Sin embargo, la dilución del material base en el aporte es difícil debido a la elevada viscosidad, de lo que resultan microestructuras poco homogéneas que no tienen las mismas propiedades del material de partida. Además, la capa de óxido superficial en los materiales compuestos se encuentra estabilizada por la presencia de partículas cerámicas que tienden a quedar sobre la superficie del fundido, por lo que el arco oscila a lo largo de la unión. La formación y el avance de la soldadura se hace difícil.

Se suele preferir, por tanto, la utilización de un arco penetrante más enfocado, que fuerza al calor a penetrar en el baño y en la unión, más que fundir el material adyacente. El aumento del calor específico facilita la alimentación del aporte y mejora el cordón.

Otro efecto de la estabilización de la capa de alúmina es que el baño fundido no tiene un aspecto brillante, por lo que su formación es difícil de distinguir. Se complica aún más por el hecho de que el área de soldadura no está bien iluminada ya que se reduce la luz del arco reflejada. Una alimentación temprana del aporte puede acelerar la formación del baño, aumentar su fluidez y disipar parcialmente la capa de óxido ayudando a la soldadura (117).

En TWI (Reino Unido) (118)(114) se han realizado investigaciones sobre la soldadura TIG de 2080/SiCp, 6061/SiC y 7475/SiCp, tanto autógena como con aporte (ER4047). Se lograron uniones de buena calidad sin evidencia de formación de carburo de aluminio. Establecieron que la estructura de solidificación está íntimamente relacionada con la presencia del refuerzo. En el material 2080/SiC, la fase interdendrítica rica en Cu y Mg tiende a situarse en las interfases matriz partícula. La distribución de las fases indica que el refuerzo se ve rechazado por la intercara de solidificación y se ve rodeado por las últimas porciones de material que solidifican.

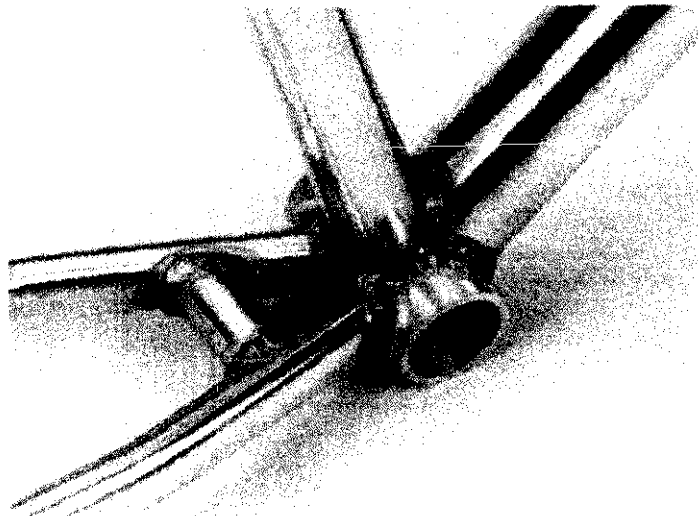


Fig. II.18 Cuadro de bicicleta fabricado en AA6061/Al₂O₃/20p (109)

Un ejemplo de soldadura realizada por este procedimiento que se encuentra actualmente en el mercado es el cuadro de la bicicleta Stumpjumper M2 de Specialized Bicycle Components, Inc. (Fig. II.18), fabricado en tubo de AA6061/Al₂O₃/20p de Duralcan. Se suelda por TIG utilizando como aporte ER5356 (Fig II.18).

Este proceso fue desarrollado por Duralcan (109) que ha estudiado, así mismo, la soldadura TIG en A356/SiCp, tanto para la reparación de defectos como para la unión de piezas. Utilizando aportes ricos en Si (como la matriz) y bajos aportes de calor, se obtuvieron buenos resultados.

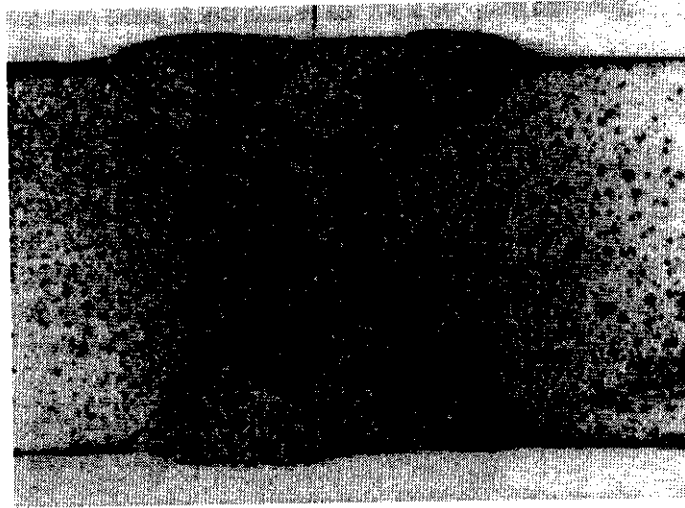


Fig. II.19 Soldadura MIG en varias pasadas realizada en A356/SiC/20p (109)

MIG/MAG. Este proceso se prefiere para lograr altas productividades. En la tabla II.6 se pueden observar varios ejemplos. Como ocurre en TIG, la fase refuerzo interfiere en la estabilidad del arco sobre todo en los materiales reforzados con SiC en los que el arco es extremadamente inestable, aunque este efecto es más acusado en MIG. Duralcan (109) señala que se pueden obtener soldaduras de buena calidad en AA6061/ Al_2O_3 con aportes ER5356 utilizando el modo de cortocircuito, aunque puede quedar algo de porosidad. Se recomienda usar corriente continua en la mayoría de los casos, aunque en algunas ocasiones, sobre todo cuando se requiere automatización, se prefiere voltaje constante. Duralcan también ha realizado con éxito soldaduras TIG sobre A356/SiC/20p (Fig. II.19).

Cuando se hace la soldadura en varias pasadas, se ha observado que, en cada pasada sucesiva, el material base se disuelve más en el aporte. Por tanto, los últimos cordones contienen menos partículas cerámicas y sus propiedades se asemejan cada vez menos a las del material compuesto.

Tabla II.6 Soldadura por arco de materiales compuestos de matriz de aluminio

Material	Espesor (mm)	Proceso (Aporte)	V(V)	I(A)	v (mm/min)	σ_{UT} (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	%e	Referencia
6061/Al ₂ O ₃ /10p	6,35	TIG(ER5356)	22	325	*	218	145	9,8	(117)
6061/Al ₂ O ₃ /20p						221	160	5,2	
6061/Al ₂ O ₃ /10p		TIG(ER5356)	A.C.	50	102	310	283		(109)
6061/Al ₂ O ₃ /20p		TIG(ER5356)				265	204	1,8	(10)
6061/Al ₂ O ₃ /20p	19	MIG (ER5356)	26 _{dc}	300-310	384-252	283	189	3,9	(119) (109, 112, 10)
6061/Al ₂ O ₃ /25p	10	TIG (5356) MIG	*	150	45	150 _{aw}			(105)
2219/Al ₂ O ₃ p		TIG/MIG	*	*	*				(10)
2024/Al ₂ O ₃ p		TIG/MIG	*	*	*				(10)
6061/SiC/ 15-20w-p	3,2	TIG (4043) MIG(5356)	*	*	*	177 _{aw} 255	52 _{aw} 146	2,5 _{aw}	(107) (120)
6061/SiC/20w	3,2		19-20 _{dc}	95-105	30,5-35,6	219			Delami- nación (121)
	6,4	MIG(5356)	22-23 _{dc}	135-140	25,4-30,5	237			
	19		25-27 _{dc}	230-240		252			
6061/SiC/20w	5	TIG(4043)	*			114			Solape AW ⁻⁻⁻ (96)
6061/SiC/20p						177			
6061/SiC/20w		TIG(5053)	Ciclo 60-40ac			340			
6061/SiC/20p						277			
2080/SiC/20p	3,1	TIG (Autógena y 4047A)	10,6 _{ac} 11,5- 12,8	90	*	296			(114, 118)
7475/SiC/20p	2	TIG (Autógena)	10,4 _{ac}	64	*	309-396			(114, 118)
Al/SiC	0,8-6,25	MIG(4043)	20-22	16-250	*				(115)
A356/SiCp		TIG(4043)	A.C.	250	*				(109)
		MIG(4047)	25 _{dc}	225	635				
6061/B ₄ C/25p		MIG(ER5356) TIG(ER4043)	*	*	*				(110)
7005/Al ₂ O ₃ /10p	6	TIG(5183, 4043, 4047, 7005/Al ₂ O ₃ /10p	26-27	130-140					(116)

Las propiedades mecánicas se indican en estado T6.

* Datos no indicados por la fuente.

II.2.1.2.- Soldadura por láser.

Tanto la soldadura láser como la soldadura por haz de electrones, que se discutirá a continuación, son procesos que poseen ciclos térmicos muy rápidos, lo que podría suponer una cierta ventaja en la soldadura de MMC. En cambio son procesos que suponen un gran aporte de energía (10^6 W/cm² frente a 10^2 W/cm² para TIG) lo que es desaconsejable. El efecto de este tipo de soldadura en los distintos sistemas refuerzo matriz es totalmente diferente por lo que conviene comentarlo por separado.

Sistema Al/SiC. Muchos investigadores han tratado de reducir la formación de carburo de aluminio mediante la utilización de procesos de soldadura que producen ciclos térmicos muy rápidos. Se han logrado realizar uniones sanas utilizando láseres de distintas características (Nd:YAG pulsado, CO₂ continuo y pulsado). El rápido ciclo térmico permite la obtención de microestructuras homogéneas de grano fino, aunque no es posible eliminar totalmente la formación de Al₄C₃. Esto se debe a que la energía láser es absorbida preferentemente por el SiC (con menor reflectividad que el aluminio a la longitud de onda del láser) lo que produce un sobrecalentamiento del mismo y de sus alrededores, favoreciendo su disolución. El Al₄C₃ no se forma por reacción del SiC sólido con el aluminio fundido, sino por precipitación durante el enfriamiento. Por ello el láser tiene un potencial limitado en la soldadura de Al/SiC.

En un estudio realizado sobre la soldadura con láser de CO₂ y de Nd:YAG de A356/SiC/15p (116) (122), en las condiciones que se reflejan en la tabla II.7, se encontró que el cordón presentaba distintas zonas. La zona superior central (25% de la sección transversal) contenía grandes cantidades de Al₄C₃ en forma de largas agujas (45 μm) de Si primario y de eutéctico Al-Si, habiendo reaccionado casi todo el SiC. El tamaño de esta región no variaba con el calor aportado y se demostró que tenía aproximadamente el mismo tamaño que el foco del haz, lo que sugiere que se encuentra asociada a las elevadas temperaturas que se producen en esa zona. Rodeando a esta zona, existía una capa estrecha en la cual se encontró que el SiC había reaccionado parcialmente con el Al. Las pequeñas agujas de Al₄C₃ formadas en esta zona crecen a partir del SiC y tienen una relación de

orientación con el mismo. Por fin, existía una tercera zona en la cual el SiC no había reaccionado, que constituía aproximadamente un 70% del total de la zona soldada. La primera zona corresponde a la zona de interacción directa con el láser, donde el SiC absorbe casi toda la energía aportada y se disuelve. En las otras dos zonas, debido a que la naturaleza viscosa del fundido disminuye los procesos de convección, el calentamiento se produce por conducción. En esta zona la formación de carburo de aluminio no se produce por disolución y precipitación como en la anterior, sino por reacción del SiC sólido con el aluminio. Por eso nuclea y crece a partir de él.

En otros trabajos se ha demostrado que el tamaño de la zona de reacción puede variarse cambiando los parámetros de soldadura. La cantidad de Al_4C_3 aumenta proporcionalmente a la energía específica del láser (123). También se han realizado estudios con láser de CO_2 pulsado (101) (124) (125), en los que se observa de nuevo la formación de distintas zonas en la soldadura. Se encontró que, a pesar de la formación del carburo de aluminio, la resistencia de la soldadura era mayor que la del material base de grano grueso. Además, se detectó la formación de otras fases como $Al_4Si_2C_5$ y carburos de tipo MC. Así mismo, se estudió la relación existente entre el baño formado, la potencia empleada y el porcentaje de refuerzo (ninguno, 10 o 20%), encontrando que, a baja energía incidente, la absorción de energía depende de la absorptividad de la superficie aumentando, por tanto, con el porcentaje de refuerzo. Cuando se aumenta la energía del láser, la convección comienza a tener más importancia. Por tanto, el tamaño del baño aumenta mucho en el aluminio sin reforzar, mientras que este aumento es mucho menor en los dos materiales compuestos, siendo el efecto más evidente en el material reforzado con un 20%. A potencias muy elevadas (si se forma "keyhole"), no existe diferencia en el comportamiento, ya que no existe diferencia apreciable en el calor transferido por el plasma a los tres materiales. Hay que tener en cuenta que estos materiales poseen una matriz A356 que posee un 7% en Si lo que inhibe la reacción del carburo de aluminio.

Este proceso ha sido también estudiado por Das et al. (96) en materiales 6061/SiC/20w con pobres resultados, ya que la unión presentaba porosidad y evidencias de penetración

irregular del haz. El estudio metalográfico de la unión reveló que, en el baño fundido, todo el SiC había reaccionado a Al_4C_3 , mientras que en la ZAC la reacción era sólo parcial.

Sistema Al/ Al_2O_3 . La alumina también absorbe preferentemente la energía del láser por lo que existen ciertas dificultades para realizar la soldadura. En dos estudios realizados sobre 6061/ Al_2O_3 /20p se consiguieron buenas uniones mediante dos soluciones distintas. En el primero (126), se recurrió a la utilización de aportes 5083 y 4047, mientras que en el segundo (127), se atribuyeron las dificultades de la soldadura a la formación de un plasma inestable sobre el baño. El problema en este caso es la dificultad de formar un “keyhole” estable. La alumina funde debido a la elevada energía que absorbe y este fundido se sitúa en la parte trasera del “keyhole” donde se va apilando. Cuando este residuo crece y cae dentro del “keyhole”, reacciona de forma explosiva con el plasma y desacopla temporalmente el haz. Se trató de controlar el plasma mediante la colocación de un pequeño chorro de gas (70-275 kPa) cerca de la zona de unión para eliminar el plasma. La calidad de la unión depende de la orientación del chorro de gas cuya posición más favorable es en dirección contraria a la de soldadura y formando un ángulo de 5° con la horizontal. En la tabla II.7 se puede ver un resumen:

Tabla II.7 Soldadura por láser de materiales compuestos de matriz de aluminio

Material	Tipo de láser	Aporte	Potencia (kW)	Pulso	V (m/min)	σ_{UT} (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	%e	Referencia	
A356/SiC/15p	CO ₂ CW	Autog.	1-1,5	5-20 J	2,3-5,8				(117)	
			0,2						(124)	
			1,6-2,9						50-91%	1,5
A356/SiC/10p A356/SiC/20p	CO ₂ CW		1-2,4	*	4,2				(101)	
6061/SiC/20w			*	*	*	57,2			(96)	
6061/ Al_2O_3 /20p	CO ₂	5083	*	*	*					
		4047								(126)
		Autog.								(127)

CW = Continuous wave (continuo). Las propiedades mecánicas se indican en estado T6.

* Datos no indicados por la fuente

II.2.1.3.- Soldadura por haz de electrones

Un trabajo en el que emplean ambas técnicas (128) y que continúa la investigación realizada en la referencia (117) concluye que la soldadura por haz de electrones proporciona mejores resultados que la soldadura por láser en algunos materiales como el A356/SiC/20p. Se obtiene una microestructura de grano muy fino debido al rápido ciclo térmico. La cantidad de Al_4C_3 es mucho menor y no forma una red continua, aunque existe una mayor concentración en la zona superior central del cordón. El foco del haz es un parámetro importante en la formación del carburo de aluminio, aumentando la cantidad que se forma cuanto más alejado se sitúe del material. Además, para reducir la formación de carburo de aluminio interesa utilizar una velocidad de soldadura lo más alta posible.

La soldadura por haz de electrones es semejante a la soldadura por láser en cuanto al tamaño de su ZAC y su zona de fusión, pero se diferencia en la forma en que se produce la energía térmica. La soldadura por láser se basa en la conversión de la energía de la luz en energía térmica, mientras que en la soldadura por haz de electrones, la energía térmica procede de la conversión de la energía cinética de un chorro de electrones acelerados. Además, este último proceso se suele realizar en vacío, mientras que el primero es un proceso atmosférico. Esto hace que los dos procesos sean esencialmente diferentes en cuanto al resultado que se obtiene en la soldadura de materiales compuestos.

La diferencia existente se debe al distinto modo en que absorbe la energía el material que se suelda. Mientras que en la soldadura con láser, el SiC absorbe preferentemente la energía de los fotones y sufre un sobrecalentamiento, en la soldadura con haz de electrones, la energía cinética transferida no va a ninguna fase de forma preferente y el calentamiento es más uniforme. La transferencia de calor en este proceso se produce también, como en el caso anterior, por conducción. El calor es rápidamente transferido fuera del volumen de interacción con el haz de electrones y la formación de Al_4C_3 depende principalmente del tiempo de residencia y de la temperatura. El pequeño aumento en la zona superior de la soldadura se debe a la proximidad de esta zona con las altas temperaturas que se alcanzan en el volumen de interacción.

Para evitar la segregación de fases frágiles, se ha propuesto (129) la utilización de un aporte colocado entre las chapas que se sueldan. El aporte funde y produce la unión. Los ensayos se realizaron sobre un material Al/Bf (VKA-2) y, aunque se limita la formación de estas fases, la geometría de las piezas que se pueden unir es limitada por la alta conductividad del material. El calor se disipa rápidamente de la unión y el aporte funde sólo parcialmente.

La soldabilidad de los materiales mediante este método dependerá de la composición de la matriz. Tal y como se demostró en las investigaciones realizadas en TWI, la dificultad de este proceso radica en encontrar las condiciones en las que el haz es estable y forma un baño estable (114). No se lograron hallar las condiciones en las que soldar en 6061/Al₂O₃/10p. Tampoco se pueden soldar materiales 2024/SiC o 2014/SiC/15p, probablemente debido a la evaporación de grandes cantidades de Mg de la matriz durante el proceso en vacío. El resultado es el corte del material.

En los ensayos realizados por Das et al (96) sobre 6061/SiC/20w, se obtuvieron peores resultados aún que en la soldadura por láser ya comentada, con eficacias de unión de 10,2%. Se atribuye a que la soldadura por haz de electrones requiere la formación de un “keyhole” mayor que el láser y, por tanto, la soldadura autógena requiere que el baño fundido fluya más. Por eso se produce más un corte que una soldadura.

Tabla II.8 Soldadura por haz de electrones de materiales compuestos de matriz de Al.

Material	Vacío (Pa)	Aporte de Q (J/cm)	Potencia (kW)	V (cm/s)	σ_{UR} (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	%e	Referencia
A356/SiC/15p	$1,3 \cdot 10^{-2}$	170-450	1-3	8,5-2,1	Buena			(128)
6061/SiC/w-p	*	*	*	*	38,9(solape)			(96)
2014/Al ₂ O ₃ /15p	*	*	3	8,5	Porosidad			(90)
Al/Bf	*	*	*	*				(129)
2618/SiC/15p 6061/Al ₂ O ₃ /10p 2024/SiC/20p	10^{-2}	310-4800	*	0,2-4,2				(114)

Las propiedades mecánicas se indican en estado T6. * Datos no indicados por la fuente.

II.2.1.4.- Soldadura por descarga de condensadores

Los fundamentos de este método son simples. El remache o pieza que se suelda (a la que se le ha mecanizado un saliente) se carga con una alta capacitancia y se acerca a la otra superficie a una distancia suficiente para hacer saltar un arco. Al mismo tiempo el voltaje y la separación entre las piezas se reduce a cero (Fig. II.20). El metal fundido se expulsa arrastrando las impurezas. En la soldadura por descarga de condensadores, el tiempo que permanece fundido el material es muy corto. Típicamente el tiempo de soldadura es de 5 a 25 ms y las velocidades de enfriamiento superiores a los 10^6 °C/sec. Como el aporte de calor es también muy bajo, la microestructura se ve poco afectada y disminuye mucho la formación de Al_4C_3 . Además, la disipación de calor a los alrededores es insignificante.

La principal desventaja de este proceso es que existen grandes limitaciones en cuanto al tamaño y a la geometría de las piezas que se pueden unir, aunque se utiliza para unir remaches a chapas y pequeñas piezas a otras.

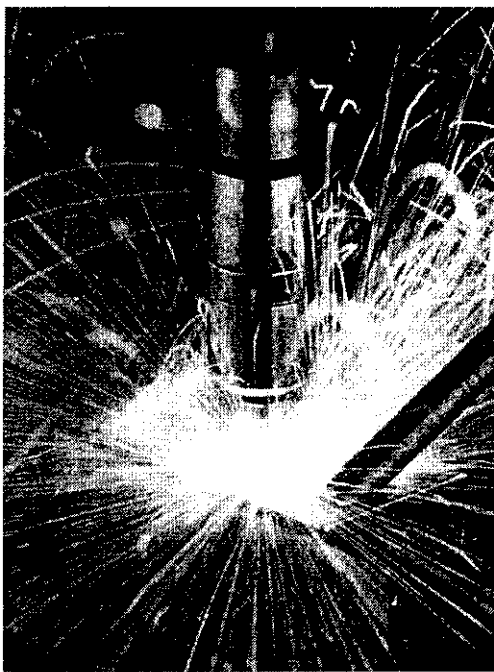


Fig. II.20 Proceso de soldadura por descarga de condensadores

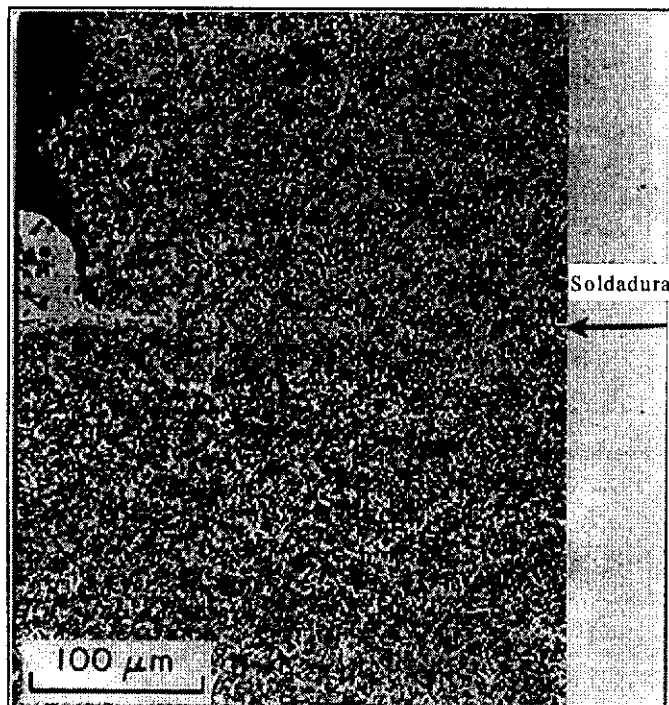


Fig II.21 Soldadura de 6061/SiC/40p

Este tipo de soldadura ha sido estudiado por Deuletian (130) (131) (132) con resultados bastante buenos. En este estudio se investigó la unión de 6061, 2024, 6061/SiC/20p, 6061/SiC/40p, 6061/SiC/48f, 6061/B₄C/30p y 2024/B₄C/30p a sí mismos y entre ellos. El proceso de unión a tope utilizado en este estudio consiste en colocar las piezas con una pequeña separación. En una de las piezas se mecaniza un saliente. A la vez que se produce la descarga de los condensadores, se aplica una fuerza en la dirección del eje de las piezas, en este caso la de la gravedad. Se produce fusión en la superficie y la soldadura se realiza por forja. Las variables utilizadas (Tabla II.9) son semejantes a las necesarias para unir aluminio, a pesar de los elevados niveles de refuerzo de algunos materiales.

Las uniones presentan ausencia de porosidad y baja dilución, así como de formación de Al₄C₃ (Fig II. 21). Cuando se sometían las uniones a ensayos mecánicos rompían por el material base y no por la zona de unión.

La potencia mínima necesaria se calculó como $8,0 \times 10^8 \text{ W/m}^2$ (130,131,132). La potencia necesaria se define como $P = CV^2/2tA$; donde C = capacitancia, V = voltaje, t = tiempo de mantenimiento del arco, A = Área soldada. La utilización de valores de potencia superiores a éste, produce una reducción del tiempo de mantenimiento del arco y una fusión más rápida pero aumenta la cantidad de metal expulsado.

Tabla II.9 Soldadura por descarga de condensadores de materiales compuestos

Material	$h_{caída}$ (mm)	$l_{ignición}$ (mm)	$M_{caída}$ (kg)	C (mF)	V (V)	e_{chapa} (mm)	$d_{remache}$ (mm)	σ_{UT} (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	%e	Referencia
6061/SiC/20-40p 6061/SiC/48f 6061/B ₄ C/30p 2024/B ₄ C/30p	76	0,64	6,4	80	90 (dc)	3,2- 6,4	6,4				(130, 131, 132)

C = Capacitancia

II.2.1.5.-Soldadura por resistencia

La soldadura por resistencia también posee un ciclo térmico rápido, por lo que se pueden obtener buenos resultados en algunos MMCs. Casi todos los trabajos encontrados utilizan

la técnica de soldadura por puntos. Aunque tiene serias limitaciones en cuanto a la geometría y el tamaño de las piezas que se unen, este proceso se utiliza bastante en la soldadura de cuadros y juntas de bicicletas y chasis de automóviles.

Como es bien sabido, la soldabilidad de una aleación mediante soldadura por puntos depende de su capacidad de deformación, su respuesta al ciclo térmico y otras características de solidificación. En el caso de los materiales compuestos, el porcentaje y el tipo de refuerzo también influyen en la soldabilidad. En materiales con porcentajes de refuerzo muy elevados, como los reforzados con fibras continuas, la rigidez es muy alta por lo que el contacto con los electrodos es más difícil. Se forman una serie de puntos de contacto aleatoriamente distribuidos que disminuye fuertemente la concentración de las líneas de corriente, disminuyendo la calidad de la unión.

La soldadura por resistencia tiene altos requerimientos energéticos cuando se aplica a los materiales compuestos. Las condiciones en las que se realiza la soldadura son semejantes a las utilizadas para las matrices sin reforzar pero se usa una corriente menor (alrededor de la mitad), ya que la resistividad de estos materiales es más elevada debido a la baja conductividad térmica y eléctrica del refuerzo.

Casi todas las primeras investigaciones en este tipo de soldadura se realizaron sobre **Al/Bf** (133) (134) (135) (136). En las referencias (88, 91), se hace una amplia revisión sobre el tema. Se concluye que es posible lograr uniones solapadas con una eficacia de 40-45%. El botón se forma entre las fibras, por lo que éstas se ven menos alteradas que con otros procesos de fusión. La disolución de las fibras en el botón de soldadura produce varios efectos no deseables:

- El botón de soldadura se fragiliza.
- Se reduce la resistencia de la unión.
- Se reduce el número de filamentos en la zona.

En materiales de fibra de carbono (Al-7Zn/C) (137), se obtuvieron peores resultados. Con bajas presiones de forja se producía expulsión de metal fundido y porosidad, mientras que al aumentar este parámetro se dañaban las fibras.

Posteriormente comenzó a prestarse más interés a los materiales de refuerzo discontinuo. En los trabajos realizados en aleaciones Al/SiCw-p por Das y colaboradores (96), se establece que el bajo aporte de calor que se produce en esta soldadura limita la formación de Al_4C_3 en el botón de soldadura, aunque no se consigue la total eliminación. Por otra parte, se observan microgrietas y disolución del SiC en el botón de soldadura. La disolución de SiC y formación de Al_4C_3 se produce en el centro del botón de soldadura. En investigaciones realizadas sobre la soldadura por puntos de A359/SiC/10p (117), tampoco se observa la formación de Al_4C_3 . Hay dos factores que influyen: por un lado la temperatura del botón de soldadura supera escasamente la temperatura de fusión (138), por otro lado el tiempo de mantenimiento a esa temperatura es muy corto (0,1s).

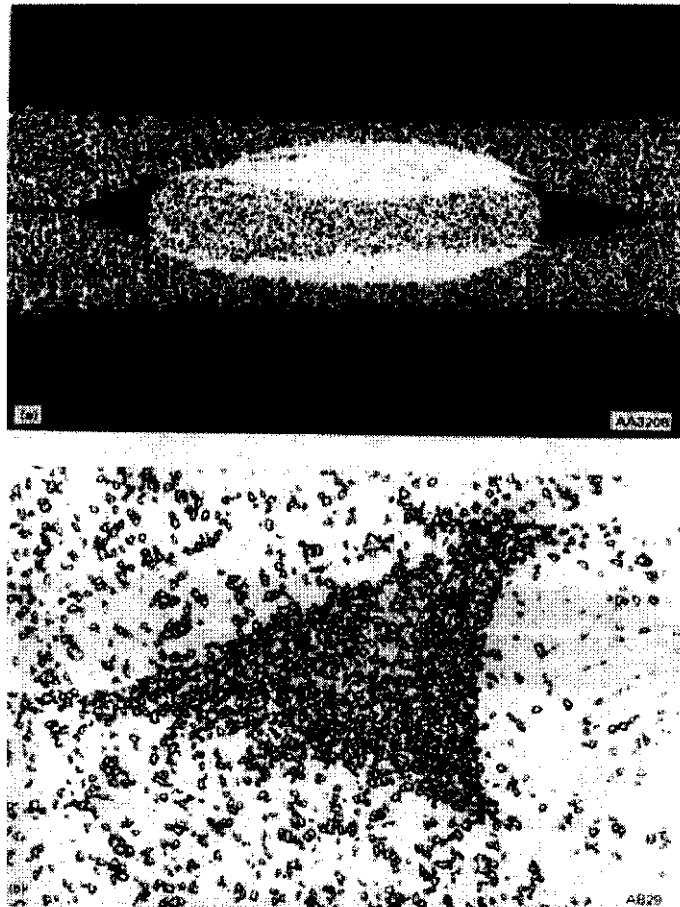


Fig. II.22 Soldadura por resistencia de 6082/SiC/20p. a) Botón, b) Detalle (114)

Los botones de soldadura muestran una cierta redistribución del refuerzo. Se suele formar una zona libre de refuerzo en las cercanías de la zona de unión, mientras que el porcentaje aumenta en el centro del botón. Esta redistribución puede deberse al flujo plástico macroscópico producido durante la solidificación. Otros investigadores (114) apuntan que puede deberse a un efecto hidrodinámico que genera una fuerza centrífuga.

Otra razón podría ser que la diferencia de tensión superficial entre matriz y refuerzo impulse al SiC hacia el borde de la soldadura. En todo caso, parece relacionarse con la composición de la matriz ya que este efecto no aparece, por ejemplo, en materiales con matriz AA 8090. En la figura II.22, puede verse el aspecto típico de esta segregación. El efecto de esta alteración sobre las propiedades mecánicas no se conoce.

Se ha demostrado que el aumento del número de ciclos de soldadura aumenta el tamaño del botón e incrementa esta segregación (114). Para solucionar este problema se ha ensayado el uso de intermediarios de soldadura (114). Aunque la utilización de aportes permite la eliminación de agrietamientos en el centro del botón mediante un tratamiento térmico postsoldadura, no elimina la formación de segregación.

La composición de la matriz, como ocurre siempre, tiene influencia en los resultados que se obtienen. En los estudios realizados en TWI (114), se consiguieron realizar buenas uniones que fallaban por el material base en los ensayos mecánicos con 6082/SiC/20p y 8090/SiC/20p pero no con 2024/SiC/20p.

En soldaduras realizadas en materiales con refuerzo de alúmina (139), no existen los problemas de reacción que se presentan en el sistema Al/SiC. Se pueden llegar a realizar buenas soldaduras aunque los requerimientos energéticos, como ya hemos comentado, son elevados debido a la baja conductividad eléctrica y térmica.

Tabla II.10 Soldadura por resistencia de materiales compuestos con matriz de aluminio

Material	Aporte	Espesor (mm)	P _{sold} (kN)	P _{forja} (kN)	I (kA)	Ciclos	Eficacia (%)	$\sigma_{0,2}$ (N)	Referencia
Al-Bf	Ninguno	*	*	*	*	*	40-45		(91)
Al-7Zn/C	BAISi-4	*	1,779	*	5	5			(136)
6061/Al ₂ O ₃ /20p	Ninguno	1.0	4,003	*	30	4		2971	(139)
6061/SiCw-p	Ninguno	*	*	*	*	*			(96)
6082/SiC/20p	Ninguno	1,6	3/4,5	*	20,4-21,2	5			(114)
2024/SiC/20p	Ninguno	1,6	3/4,5	*	21,2-21,8	5			(114)
8090/SiC/20p	Ninguno 1050 6010	2,5	6,5	24	25	7-12			(114)
A359/SiC/10p	Ninguno	*	*	*	*	*			(117)

*Datos no indicados por la fuente

II.2.1.5.1.- Soldadura a tope por chisporroteo

Es una variante de la soldadura por resistencia que ha dado buenos resultados en la soldadura de materiales compuestos (140). Se deben utilizar elevadas velocidades, al igual que ocurre en las aleaciones de aluminio. Además, se recomienda la utilización de gases de protección para reducir la oxidación en la intercara de unión. Para obtener un elevado gradiente térmico, se debe utilizar corriente continua.

II.2.1.6.- Soldadura arco plasma

Se han realizado ensayos con este tipo de soldadura con el objeto de reducir la formación de Al₄C₃, mediante la utilización de aportes con composiciones especiales (141) (142) (143) (144). En estos estudios se investigaron las microestructuras de la ZAC y de la línea de unión mediante microscopía óptica.

Tabla II.11 Soldadura arco plasma de materiales compuestos de matriz de aluminio

Material	Aporte	Referencia
6061/SiC/30p	Al(Zr)-Al ₃ Zr Al(Ti)-Al ₃ Ti	Reynolds

II.2.2.- Soldadura heterogénea y soldadura en estado sólido

La soldadura por difusión en estado sólido o con fase líquida transitoria (TLP: Transient Liquid Phase), la soldadura fuerte y soldadura por fricción cubren una amplia gama de procesos de soldadura en estado sólido y semisólido. El rasgo común a todos estos casos es que el material base a unir no se funde. Por eso, estos procesos se adaptan particularmente bien a combinaciones reactivas tales como Ti/SiC, Al/B y Al/SiC. En todos los casos la limpieza de la superficie es crítica. Las muestras se limpian habitualmente con acetona para eliminar cualquier contaminante y se desbastan mecánicamente para romper la capa de óxidos. Con estos procesos es posible unir geometrías altamente complejas y secciones muy finas.

Hay que tener en cuenta que, aún en estos procesos en los que la temperatura del material compuesto no supera la temperatura de líquidus de la aleación matriz, si el proceso se prolonga durante un cierto tiempo, pueden aparecer reacciones químicas entre los componentes que hagan que el material pierda parte de sus propiedades mecánicas.

II.2.2.1.- Soldadura por fricción

Como otros procesos sin fusión, es ideal para unir materiales disimilares sin que se alteren las propiedades originales de ambos a lo largo de la unión. Se ha estudiado la soldadura por fricción de materiales reforzados con SiC y con Al_2O_3 (145) (146) tanto por rotación (inercial y con movimiento continuo) como lineal con unos resultados destacados.

En los primeros se consigue eliminar la formación de precipitados de Al_4C_3 (120), ya que es una reacción controlada por la temperatura, que en este proceso no es muy elevada y, además, parte del material fundido se expulsa durante el proceso arrastrando las impurezas. La microestructura resultante suele ser semejante a la del material base, lográndose uniones

en las que no se encuentra ninguna evidencia de discontinuidad. En la figura II.23 se puede observar el aspecto de una de estas uniones.

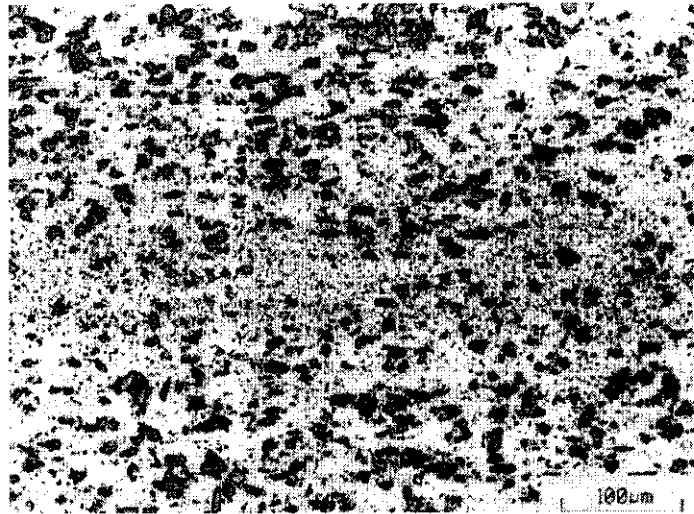


Fig. II.23 Soldadura por fricción en 6061/SiC/20p.

Una característica del proceso es que el refuerzo se puede romper en la zona de unión debido a los repetidos impactos entre partículas. Aunque es posible que se generen microgrietas en esta zona, no existen evidencias de que resulte perjudicial para la unión. En la soldadura de materiales reforzados con fibra corta (114), el refuerzo no sólo presenta fraccionamiento sino que las fibras se alinean de forma perpendicular a la intercara de unión.

Un problema que aparece en esta soldadura es la existencia de fuerzas de torsión que, especialmente durante el frenado, pueden producir despegues en la intercara matriz refuerzo y agrietamiento del material en la zona cercana a la soldadura (114).

Como en los demás casos, las condiciones de soldadura tienen que ser algo más severas que en las aleaciones de aluminio sin reforzar. En este caso, es necesario aplicar aproximadamente el doble de fuerza, ya que la presencia del refuerzo aumenta la resistencia a la deformación del material, impidiendo el flujo plástico.

Cuando se suelda un material en estado T6, se produce un ablandamiento en la intercara debido al sobrevejecimiento (103), que se compensa, aunque sólo en parte, con el endurecimiento por deformación. Se pueden recuperar las propiedades con un tratamiento térmico posterior. El mismo resultado se puede obtener soldando en estado solubilizado y después tratando térmicamente. En la soldadura de 2618/SiC, el valor de dureza cae a 120 HV aproximadamente a 5 mm a cada lado de la línea de unión, aunque se recupera casi totalmente el valor del material base (160 HV) en la línea de unión.

Los datos de propiedades mecánicas que aparecen en la bibliografía son muy esperanzadores. Algunos autores (147) citan resistencias a tracción superiores al 90% del valor del material base y en el trabajo realizado en el TWI (114) sobre la soldadura de 2618/SiC/14p, se alcanzaron resistencias del 94% tras un tratamiento térmico de solubilización y envejecimiento T6. En la soldadura de AA 6061/Al₂O₃/15p (114), se obtuvieron resistencias del 44% de la resistencia del material base, sin ningún tratamiento térmico posterior. La fractura se produjo en la discontinuidad de la zona de unión que suponen las zonas de baja dureza antes comentadas. En el trabajo de Ahearn et al. (120) se alcanzaron resistencias tras un tratamiento térmico T6 del 86% del valor del material base.

Se ha desarrollado un modelo matemático (148) (149) (150) que relaciona las condiciones de la soldadura con la microestructura resultante. Consta de dos partes: la primera incluye la predicción tanto del flujo de calor como de materia, de los que se extraen, respectivamente, el perfil temperatura tiempo y la distribución de tensiones a lo largo de la ZAC. La segunda se basa en la cinética para evaluar la respuesta del material al calentamiento y a la deformación plástica. Además, basándose en el modelo de dislocaciones, se establecen ecuaciones que permiten predeterminar la resistencia de la ZAC tras la soldadura y posterior tratamiento térmico. Los resultados obtenidos se aproximan bastante a la realidad cuando se comparan con la soldadura de A357/SiC/13p.

Tabla II.12 Soldadura por fricción de materiales compuestos de matriz de aluminio

Material	e mm	ϕ mm	Tipo de soldadura	v_{rot} rpm	$F_{fricción}$ kN	F_{fuerza} kN	Despl mm	Eficacia %	σ_{UTR} MPa	$\sigma_{0,2}$ MPa	%e	Referencia
A356/SiC/20p			R. Mov.									
A357/SiC			Continuo	*	*	*		70				(145) (151)
A359/SiC/20p												
A357/SiC/13p				*	*	*						(148-150)
A356/SiC/10p	25		Rotativa	*	4,7	6,2	3-4		290	1		(114)
2618/SiC/14p		45	Rotativa	950	200	300	8,5	94,7	432	-	1,0	(103,114, 118)
6061/Al ₂ O ₃ /10p			Lineal	*	28,5-40	85,5	10-20		172	110	11	(103, 114,
6061/Al ₂ O ₃ /20p									185	135	9	118)
6061/Al ₂ O ₃ /15p			R.Inercial	*	*	*		44 _{aw}				(146) (152)
6061/SiCcf			R.Mov. Continuo	*	*	*						(114)
6061/SiC/20w	19	35 tubo	R.Inercial	*	*	*		86	496			(120)

e = espesor. Las propiedades mecánicas se indican en estado T6 excepto en los casos indicados como aw (en estado postsoldadura). *Datos no indicados por la fuente.

II.2.2.2.- Soldadura por ultrasonidos

La soldadura por ultrasonidos es otro de los métodos que han sido ensayados en la soldadura de materiales compuestos de matriz metálica.

Das et al. (96) estudiaron la soldadura por ultrasonidos de 6061/SiC/20w y 6061/Cf. Se encontró que, en el material reforzado con whiskers, se necesitaba una elevada presión para lograr la unión a solape. La elevada presión producía agrietamiento del material en las cercanías de la superficie de unión. Las eficacias resultantes oscilaban entre 13 y 30%. En el material reforzado con fibras de grafito, la presión dañaba las fibras y las eficacias obtenidas oscilaban entre 0,9 y 6%.

II.2.2.3.- Soldadura heterogénea (soldadura fuerte y blanda)

Tanto en la soldadura blanda, como la soldadura fuerte cumplen que la temperatura de operación se mantiene por encima de la temperatura de fusión del material de aporte y por debajo de la temperatura de solidus del material que se suelda. Son, por tanto, procesos que se caracterizan porque el material base no se funde, mientras que el aporte se encuentra en estado líquido. La principal diferencia entre ambos métodos de soldadura heterogénea radica en las temperaturas de fusión de los materiales de aporte empleados que condicionan, por tanto, la temperatura de soldadura. En la soldadura fuerte se suele trabajar con aleaciones de aporte que poseen puntos de fusión superiores a los 400-450°C, mientras en la soldadura blanda, dichas aleaciones poseen puntos de fusión más reducidos. Otra diferencia que se suele establecer entre ambas y por la que reciben su nombre son las distintas propiedades mecánicas de las uniones resultantes, que dependen de las propiedades de los aportes empleados. En cambio, los conceptos fundamentales son totalmente análogos sobre todo los relacionados con su metalurgia y con la química superficial.

La soldadura heterogénea es una opción atractiva para la soldadura de materiales compuestos de matriz de aluminio puesto que el material base no funde. Por eso, la degradación que se puede producir en el refuerzo es mínima. A pesar de esto, el número de trabajos realizados en este campo es muy reducido. Se han encontrado pocos trabajos publicados sobre soldadura fuerte y sobre soldadura blanda, casi todos en el sistema Al/B. Los problemas principales que surgen en la unión de los materiales compuestos por técnicas de soldadura heterogénea son:

1. Muchos de los materiales cerámicos que actúan como refuerzo no son mojados adecuadamente por muchos metales de aporte que son compatibles con la matriz. En la soldadura fuerte de estas aleaciones, hay que recurrir a la utilización de temperaturas elevadas y fundentes muy reactivos, ya que la mojabilidad es menor que la de las aleaciones sin reforzar.

La necesidad de utilizar temperaturas elevadas para favorecer el mojado se contrapone con la de reducir el aporte calorífico para evitar al máximo las reacciones en la matriz. Hay que llegar a un compromiso entre ambos factores para lograr una unión con buenas propiedades. Para reducir en lo posible el aporte de calor, son preferibles los procedimientos de soldadura heterogénea en los que el calentamiento se produce de forma localizada (153). Además, el aumento de la temperatura favorece la aparición de problemas de penetración en las aleaciones de aluminio.

2. La concentración de tensiones en uniones de cizalla solapadas supone la disminución de resistencia del material compuesto. Es obvio que la elevada resistencia natural de los materiales compuestos causa problemas en su unión mediante soldadura heterogénea. Las áreas de soldaduras a tope o planas no contienen refuerzos y, debido a esto, no poseen la adecuada resistencia para transferir elevadas cargas. Sólo tiene utilidad en uniones solapadas, donde la carga se transfiere por deslizamiento debido a esfuerzos cortantes.

II.2.2.3.1.- Mojabilidad y propagación. Ecuación de Young-Dupré

Tanto la soldadura fuerte como la soldadura blanda constan de las siguientes etapas (154):

- Calentamiento de las piezas que se van a unir o de la zona de unión (junta) hasta una temperatura superior a la de fusión del aporte, pero inferior a la de fusión del material base.
- El metal de aporte fundido se mantiene en la junta mediante fuerzas de tensión superficial, y por la misma razón, se extiende y moja al material base.
- Enfriamiento de la pieza soldada y solidificación del material de aporte, manteniéndose en la unión por fuerzas de atracción capilar. La soldadura se produce por reacción metalúrgica y por unión atómica.

Está claro, por tanto, que los mecanismos y principios físicos en los que se basan este tipo de soldaduras son resultado de reacciones interfaciales físicas y químicas (155) (156). Puesto que la unión se forma por capilaridad, es necesario que exista mojabilidad entre el aporte y el material compuesto. Para comprender mejor este fenómeno, se realizará ahora un rápido repaso sobre la teoría básica de mojado.

El **mojado** de un líquido sobre un sólido en presencia de un gas es un fenómeno superficial relacionado con el equilibrio de la tensión superficial sólido-líquido $\gamma_{s,l}$, sólido-vapor $\gamma_{s,v}$, y líquido-vapor $\gamma_{l,v}$ (Fig II.24). El ángulo de contacto (θ) entre el sólido y el líquido viene definido en condiciones de equilibrio por la ecuación de Young-Dupré:

$$\gamma_{l,v} \cos \theta = \gamma_{s,v} - \gamma_{s,l} \quad [21]$$

En estos tipos de soldadura, para que la unión tenga lugar, es necesario que el metal de aporte moje a los materiales que se van a unir. Se dice que un líquido moja a un sólido *cuando es capaz de extenderse sobre la superficie sólida o penetrar por los pequeños poros o grietas que esta posea*, es decir, cuando el ángulo de contacto es menor de 90° (157). La práctica aconseja ángulos menores de 20° para una soldadura adecuada (158), pero es posible alcanzar buenos resultados con ángulos comprendidos entre 40 y 50° (159).

Para que un sólido pueda ser mojado por un líquido, es necesario que exista una mutua atracción entre sus respectivas moléculas o átomos. En el caso de la soldadura de MMCs, el problema es aún más complejo, puesto que existen en la superficie del mismo dos

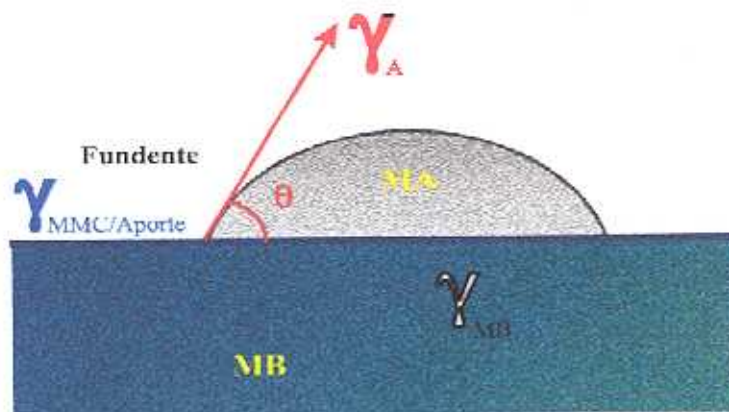


Fig. II.24 Balance de energías superficiales

componentes bien diferenciados en cuanto a su comportamiento frente al mojado por metales fundidos: uno de carácter metálico (la matriz) y el otro cerámico (refuerzo).

Estudios experimentales realizados por diferentes autores (160) demuestran que la mojabilidad de los cerámicos por metales es, en general, mala, debido al carácter no metálico de su enlace. En los cerámicos, el movimiento de los electrones está restringido por la ionicidad o covalencia de sus redes, mientras que en los metales, los electrones de enlace están deslocalizados. Por tanto, la creación de una interfase metal-cerámica origina una discontinuidad electrónica y la energía asociada con esta discontinuidad es mayor que la que se precisa para la formación de la superficie libre de la cerámica. Por tanto, $\gamma_{l-v} > \gamma_{s-v}$ lo que conduce a que no haya mojabilidad.

En la Tabla II.13 se recopilan los valores de mojabilidades (en función del ángulo θ) de algunos metales de interés para diferentes tipos de cerámicos.

Tabla II.13 Ángulos de contacto para varios sistemas metal-cerámico

	Al ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	SiC	C
Ag	144	136	139	128	136
Al	118		140	34	157
Cu	138	123	148		140
Si	133	95		36	15
Sn	123	121	127	135	149

Se han realizado ensayos de formación de gota (161) para determinar el comportamiento de mojado del sistema Al-SiC, que tiene un alto interés no sólo en la fabricación, sino también en la soldadura de MMCs. El sistema presenta un comportamiento de no mojado con un ángulo θ mayor de 90° hasta 950°C, temperatura a la cual se produce una transición brusca a $\theta < 90^\circ$ y el aluminio moja al cerámico (162). Este comportamiento se ha observado también entre aluminio y otros cerámicos como C, Al₂O₃ y TiB₂. Se atribuye a la desaparición, a esa temperatura bajo alto vacío, de la capa de óxido superficial que rodea al aluminio (163) (164). Estudios realizados a temperaturas más bajas (700-900°C),

demuestran que, bajo condiciones cuidadosamente controladas, se desarrolla una interfase entre el SiC y el aluminio en estado fundido a través de la capa de óxido que hace variar el ángulo de contacto (165). La oxidación del SiC tiene efectos muy perjudiciales en el mojado del SiC por el aluminio.

Reacción en la interfase. Habitualmente, la formación de una unión resistente mediante soldadura fuerte o blanda requiere que se produzca una cierta interacción entre el aporte y el material base en forma de interdifusión a través de la interfase. De esta forma, se puede formar una unión química y metalúrgica. El producto resultante de esa interacción es una capa de reacción que, a veces, es demasiado fina para ser observada por microscopía óptica. La principal característica de esta capa es que modifica (y facilita) el comportamiento de mojado y propagación del metal de aporte líquido en contacto con el metal base.

De la resistencia de esta capa de reacción, dependerá en gran medida la resistencia final de la unión. Se logrará una elevada resistencia si se forma una solución sólida entre los elementos que forman el metal de aporte y el material compuesto, mientras que la formación de compuestos intermetálicos frágiles irá en detrimento de la unión (166).

En la ecuación de Young-Dupré, se considera que las energías interfaciales permanecen constantes a lo largo del mojado. Esto no es cierto cuando existe formación de soluciones sólidas entre el aporte y el material base o cuando los elementos del material base difunden en el aporte. Cuando se produce la formación de una capa de reacción, la energía libre de la reacción por unidad de área y unidad de tiempo ΔG_r , sería incluida en la ecuación [22], de la forma siguiente:

$$\gamma_{s-v} - (\gamma_{s-l}' - \Delta G_r) = \gamma_{l-v} \cdot \cos\theta \quad [22]$$

Debido al cambio en la intercara sólido-líquido por causa de la reacción química, γ_{s-l}' será menor que γ_{s-l} de la ecuación <1> original. Las variables γ_{s-l}' y ΔG_r incrementan el poder de mojado. Si dichas variables fueran mayores que $(\gamma_{l-v} \cdot \cos\theta)$, la propagación ocurrirá hasta

que el líquido haya reaccionado completamente con el sólido. Este concepto se ilustra en la figura II.25.

Disolución y erosión mutua. La extensión de la reacción entre el material base y el material de aporte depende de su diagrama de fases. La formación de una solución sólida en una capa de tamaño reducido es beneficiosa para la unión ya que aumenta su resistencia. Si existe un amplio intervalo de solubilidad, el metal de aporte líquido puede disolver al metal base en una proporción excesiva, produciendo disolución y erosión.

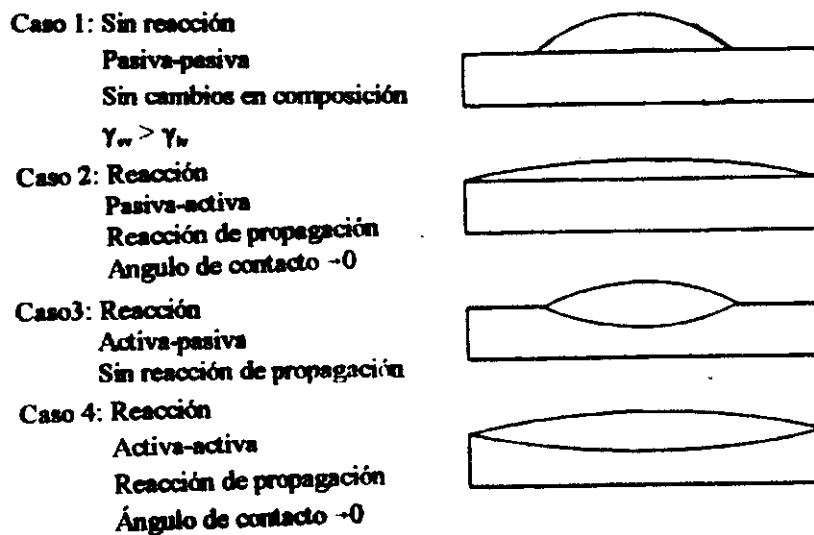


Fig. II.25 Resultados de una prueba de gota para analizar la propagación como una función de la composición del sólido y el líquido.

Además de la disolución del material base por parte del aporte, pueden ocurrir otros fenómenos como que los elementos de aleación del metal de aporte pueden migrar dentro del metal base por mecanismos de difusión en estado sólido y por penetración del metal líquido a través de los límites de grano. La absorción del aporte por el material base evita que se extienda y forme la unión. También se puede producir difusión de los elementos del material base al aporte.

El tiempo y la temperatura son variables muy importantes para controlar la erosión y la penetración intergranular (167), por lo que ambos deben mantenerse tan bajos como sea posible, siempre y cuando se mantenga una fluidez adecuada del aporte fundido.

En un intento por conocer los mecanismos de estos procesos en los MMCs, Ahearn et al. (120) (168) (169) investigaron la interacción de tres aleaciones diferentes de composición eutéctica binaria con dos materiales compuestos: 6061/SiC/25w y 6061/SiC/20p y el efecto de la temperatura y del trabajado termomecánico previo del material sobre esta interacción. Para ello se utilizaron diferentes formas de materiales compuestos:

- a) Compactados en frío y prensados en caliente (sin trabajado mecánico posterior)
- b) Chapa (lingote prensado en caliente, laminado)
- c) Chapa, fabricado por HIP a 500°C con una presión de 210 MPa durante 2 horas.

Los materiales de aporte ensayados fueron Al-12Si, Al-53Ge y Al-95Zn, cuyas composiciones son de eutéctico binario y sus temperaturas de fusión eran 577, 424 y 382°C, respectivamente. El principal propósito de este estudio era investigar la interacción del material compuesto con el eutéctico binario mezcla de Al, Si, Ge o Zn. Todos los MMCs fueron desgasificados antes de la prueba. La interacción de la aleación eutéctica se estudió mediante experimentos de mojado en vacío (1 mPa). Las probetas se prepararon para experimentos de mojado a vacío, por pulido mecánico de las superficies con papel de SiC del 600, aplicándose posteriormente un fino recubrimiento de Ni que actúa rompiendo el óxido superficial durante la soldadura. Después de que la aleación eutéctica fundiera y mojara al material compuesto, la probeta se enfrió a vacío.

Los ensayos demostraron que, mientras el material compuesto AA6061/SiC/20p, era compatible con las tres aleaciones para soldar, la aleación Al-95Zn era la única que podía utilizarse en el material compuesto AA 6061/SiC/25w. Los otros dos aportes: Al-12Si y Al-53Ge, penetraban rápidamente dentro del material compuesto AA 6061/SiC/25w. Se detectó una fuerte influencia del procesado del material en la penetración, debido a que hacía variar de forma importante la microestructura. El trabajado del material crea zonas deformadas de penetración preferente por donde fluye la aleación de aporte. Por un lado, produce una distribución del refuerzo en la dirección de procesado y por otro, aumenta el número de límites de grano.

También se observó que el comportamiento de los distintos aportes se encontraba relacionado con la capacidad de éstos para mojar al SiC. Mientras que en el caso de los aportes Al-Ge y Al-Si, la microestructura resultante estaba constituida por capas alternas de alto contenido en refuerzo y zonas libres del mismo, en las que se acumulaban elevadas concentraciones de Si y Ge eutécticos, en el aporte Al-Zn, este bandeado no aparecía, acumulándose el refuerzo en las últimas porciones en solidificar.

Para determinar la resistencia de la unión formada por soldadura fuerte en ambos materiales compuestos, se llevaron a cabo pruebas de cizalladura en solapes simples. Las uniones con Al-95Zn son más débiles que con Al-12Si, debido a la baja resistencia de este aporte. También las uniones donde el refuerzo de SiC está en forma de partículas, son ligeramente más resistentes que aquellas en las que el SiC está en forma de whiskers.

También Das et al. (96) (170) encontraron problemas de penetración y de dilución en la soldadura de materiales compuestos AA 6061/SiC en forma de whiskers y partículas, AA 6061/C. Para evaluar la unión, se recubrieron varios materiales compuestos de Al/SiCp y Al/SiCw con la aleación de aporte 718 (Al-12Si) en polvo ($1.55 \cdot 10^{-3} \text{g/cm}^2$). Se sometieron entonces a un ciclo de soldadura fuerte a 593.3°C durante 20 minutos y se ensayaron a tracción. Este ensayo se realizó perpendicularmente a la dirección de extrusión del material compuesto. Los límites elásticos para los materiales Al/SiCp y Al/SiCw disminuyeron aproximadamente 21% y 28%, respectivamente, en relación con los valores de recepción (Al/SiCw: $\sigma_R = 303 \text{ MPa}$, $\sigma_{0.2} = 196 \text{ MPa}$; Al/SiCp: $\sigma_R = 294 \text{ MPa}$, $\sigma_{0.2} = 229 \text{ MPa}$). Se realizó en dichas probetas metalografía óptica y se confirmó la absorción del aporte 718 (Al-12Si) en las muestras.

La penetración, según demostraron estos autores, se debe a la formación de eutécticos de bajo punto de fusión, a la existencia de gran número de límites de grano o a la presencia de tensiones residuales que proporcionan caminos preferentes para la penetración. Mediante análisis térmicos diferenciales, se estableció que una contribución importante a la dilución del aporte podía estar localizada en la fusión incipiente de los materiales compuestos

Al/SiCp y Al/SiCw. Durante la soldadura, la fase líquida en el material compuesto podría alearse con el aporte y, de esta manera, se causaba la dilución observada.

Se realizaron dos tipos de investigaciones para intentar evitar el problema de absorción del material de aporte en la preparación de uniones a solape simple. En el primer intento, las superficies se recubrieron de cobre seguido de electrodeposición de níquel. El recubrimiento de Ni resultó ser una barrera efectiva contra la penetración del aporte; sin embargo, la unión rompía a través de la intercara material compuesto-cobre y la resistencia de la unión se limitó a valores menores de 1.5 MPa.

La segunda aproximación consistió en soldar a vacío los materiales Al/SiCw-p (material compuesto reforzado uno con partículas y otro con whiskers) aplicando una presión de 34.5 a 69 KPa a la unión. Esta técnica, que podría considerarse como TLP, minimizaba también la penetración. Desgraciadamente, con las condiciones óptimas, las resistencias de las uniones de estos materiales seguían permaneciendo bajas.

El problema de la erosión se presentó en la soldadura fuerte por inmersión y soldadura fuerte a vacío del Al/Gr, con aporte 718 (Al-12Si). En todas las uniones metal/grafito, las láminas delgadas se erosionaron severamente durante la soldadura. La reducción del tiempo y temperatura de soldadura no maliviaba el problema de erosión.

II.2.2.3.2.- Influencia del fundente y de la atmósfera en la soldadura fuerte de materiales compuestos.

En la soldadura fuerte de materiales compuestos de matriz de aluminio aparece la misma dificultad recurrente que ha ido apareciendo a todo lo largo de esta discusión: la facilidad de formación de la capa de alúmina superficial y su gran estabilidad hasta temperaturas elevadas. La presencia de una capa de óxido resulta perjudicial para la formación de una unión resistente por dos razones:

- Reduce el mojado tal y como se acaba de discutir ya que es un cerámico.

- Evita el necesario contacto metal de aporte- material compuesto.

Para evitar la formación de productos de oxidación durante el proceso de soldadura y eliminar, al menos en parte los ya formados es necesario la utilización de fundentes o de atmósferas controladas. Los fundentes se componen normalmente de NaCl-KCl-LiCl con pequeñas cantidades de fluoruros como NaF y AlF_3 (171). En la figura II.26 se puede observar el efecto que tiene el flux en el proceso.

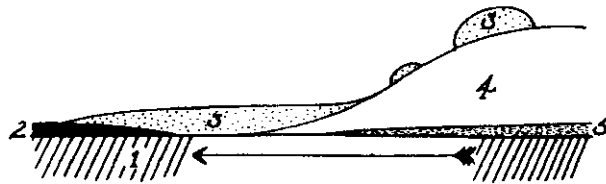


Fig. II.26 Materiales y reacciones durante el mojado.(1) Material base, (2) Óxido superficial, (3) Fundente, (4) Aporte.

Normalmente en la soldadura fuerte de aluminio los fundentes no disuelven la capa de alumina sino que la rompen parcialmente proporcionando huecos suficientes como para que el aporte fundido penetre por debajo y la levante (Fig II.27). Esto ocurre debido a que la humedad presente en la atmósfera reacciona con los fluoruros del fundente formando ácido fluorhídrico, que penetra hasta el aluminio metálico, reacciona con él formando hidrogeno que se desprende en forma de burbujas y ayuda a levantar la alúmina (172).

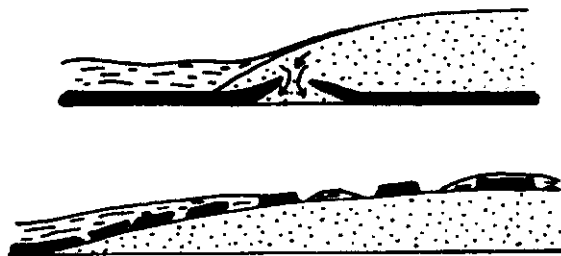


Fig. II.27 El ataque del fundente permite la penetración del aporte por debajo del óxido

Los procedimientos para evitar el efecto de la capa de alúmina no se reducen a la utilización de fundentes. En la soldadura fuerte en horno a vacío se han desarrollado procesos sin fundente. Consisten en añadir magnesio al aporte de Al-Si. El magnesio que se vaporiza actúa reduciendo a la alúmina superficial.

También se han utilizado otros metales para este mismo fin. En algunos experimentos de soldadura fuerte de MMCs realizados por Ahearn et al. (120, 168, 169). Se recubrió por electrodeposición la superficie del metal con una capa de níquel que ayuda a la rotura del óxido durante el proceso de soldadura.

II.2.2.3.3.- Estudios de soldadura fuerte y soldadura blanda de materiales compuestos

En los escasos estudios de soldadura fuerte que existen se han empleado distintos tipos de aportes y de procedimientos, típicamente empleados en la soldadura fuerte de aleaciones de aluminio. A continuación se hace un repaso de las investigaciones que aún no se han comentado.

En un primer momento y coincidiendo con el gran interés que despertaron los materiales compuestos con fibra continua se realizaron una serie de investigaciones sobre el sistema Al/B. En la referencia (88) se realiza un estudio exhaustivo del tema. El problema de la soldadura fuerte de materiales compuestos de fibra de boro es que este material sufre una importante pérdida de su resistencia cuando se somete a los ciclos de calentamiento convencionales para la soldadura fuerte del aluminio (520°C-620°C). Una exposición de 10 a 15 minutos en rango de temperatura de 590-600°C es suficiente para hacer disminuir la resistencia de un 10 a un 20% (173).

Hauser (174) demostró que esta disminución de las propiedades es proporcional a la temperatura y al tiempo de exposición a la misma. En las condiciones que se señalan en la tabla II.15, la resistencia a tracción del MMC disminuía entre un 30 y un 65% después del ciclo de soldadura fuerte. Esta reducción de las propiedades se debe al deterioro de la intercara matriz partícula. Durante la soldadura se produce difusión de Al en el boro lo que reduce de forma importante las propiedades de la interfase. Se comprobó, así mismo, que el recubrimiento de las fibras con SiC no reducía la difusión sino que empeoraba la situación, ya que también difundían Si y C al interior de la fibra.

La empresa Boeing Co. (175) realizó estudios sobre probetas para cizalladura con doble solape de AA6061/B/50f. Esta aleación fue fabricada para utilizarla en paneles de refuerzo de aeronaves. Las superficies que se iban a soldar fueron preparadas mediante abrasión manual seguida de limpieza con etilmetilcetona. La soldadura se hizo a vacío con un aporte de Al-8Si (0.08 a 0.15 mm). Se sometieron a esfuerzos de tracción-cizalladura un total de 12 probetas. Sus valores variaban de 31 a 48 MPa, con un promedio de 40 MPa. La eficacia de las uniones fue de un 92% debido a la baja resistencia a la tracción del material base, por una fabricación deficiente. Sin embargo, las probetas soldadas de la misma manera y con el mismo diseño pero, unidas a aleaciones de aluminio 6061 con ellas mismas, mostraban resistencias de cizalladura alrededor de 90 a 110 MPa.

En ensayos realizados sobre un material de mayor calidad, éste no sufrió ninguna pérdida de resistencia durante el ciclo de soldadura pero, sin embargo, cuando se fabricó la pieza para la que se estaban realizando los ensayos, la resistencia del MMC Al/B se redujo en más de un 50%. Este comportamiento se atribuyó al calentamiento prologado (5 horas y 1/2) que tuvo que sufrir la pieza durante la soldadura debido a su tamaño.

También, esta misma empresa intentó infructuosamente fabricar un tren de aterrizaje en Al/B. El diseño incluía la soldadura fuerte de MMC consigo mismo, con Ti6Al4V y con acero H-11. Se ensayaron mecánicamente tres diseños, obteniendo unos valores insuficientes para la aplicación.

La soldadura de MMC de Al/B se ha ensayado también en baño de sales fundidas. La North American Rockwell Corp. (176) realizó estudios de soldadura fuerte de materiales Al/B para su aplicación en trenes de aterrizaje. Se soldaron uniones a solape simple de material compuesto AA6061/B/50f, utilizando Al-12Si como material de aporte. Las probetas se precalentaron a 538°C durante 20 minutos, introduciéndolas a continuación en el baño de sales fundidas a 593°C durante 2 minutos. La integridad de la unión se determinó por una inspección visual y radiográfica y las uniones sanas se ensayaron mecánicamente. Se obtuvo una resistencia de 340 MPa con una eficacia de la unión del 33%. La rotura se produjo por el material base, en uno de los extremos del solape.

La industria aeronáutica demostró un gran interés en la soldadura fuerte de los materiales Al/B. Aparte de estos dos ejemplos que se acaban de exponer, también se investigó la soldadura fuerte y blanda de AA6061/B/50f, consigo mismo y con Ti6Al6V2Sn y Ti6Al4V (177) como parte de un programa de desarrollo del ala de un avión.

La configuración de la unión tiene una cierta importancia en los materiales reforzados por fibras debido a sus especiales características. Breinan y Kreider (178) estudiaron la soldadura fuerte en horno de 6061/B*/54f con aportes AA4047 (BAISi-4) y AA4043 (BAISi-2) y la soldadura blanda a la llama del mismo material con aporte Zn5Al5Cu. No se encontraron diferencias estadísticas en las resistencias con los dos aportes de soldadura fuerte según se observa en la Tabla II.15. Se ensayaron toda una serie de configuraciones de las uniones demostrándose que la que mejor resultado producía era la soldadura a tope reforzada (Fig II.28).

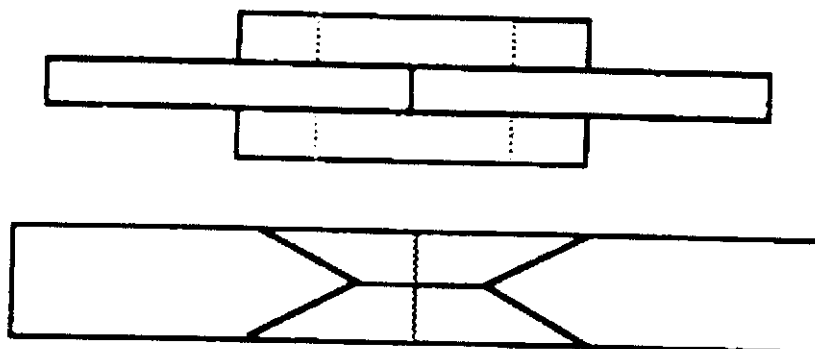


Fig. II.28 Diseño de soldadura a tope reforzada (178)

En cambio, las uniones en las que se utilizó un cierto ángulo fallaban debido a la presencia de fragmentos de fibras de boro en la superficie y debido a un mojado deficiente del boro por los aportes. Los ensayos de soldadura blanda proporcionaron unos resultados semejantes con resistencia inferiores solamente en un 10%.

También se han investigado las uniones de Al/B a AA6061 sin reforzar por soldadura blanda, mediante soplete oxiacetilénico, y por soldadura fuerte en baño de sales fundidas (Aporte Al-8Si) (179) (180) (181) (182). En la tabla II.14 se resumen estas investigaciones:

Tabla II.14 Uniones Al/B+AA6061

Material	e mm	a mm	Tipo de unión	Aporte	Solape (mm)	$\sigma_{\text{cizalladura}}$	$\sigma_{\text{tracción}}$	Eficacia (%)
6061/B/47f	1	12,7	SS	Cd5Ag	3	81	240	20
				Cd17Zn	3	74	220	18
				Zn5Al	3	80	240	20
6061/B/50f	1,5	12,7	DS	Cd5Ag	3	50	200	14
				Cd5Ag	6	54	430	30
				Cd17Ag	6	71	590	41
				Al-8Si	6,1-8,4	48		34

SS= Solape Simple; DS = Doble Solape

El efecto de la temperatura de soldadura sobre las propiedades de la unión se ha estudiado en materiales reforzados con fibras de SiC (183). Para ello se investigó el comportamiento en distintas condiciones de soldadura utilizando un aporte base aluminio. Se estableció que existe una temperatura óptima a la cual se debe realizar la soldadura, en la que se obtienen los valores de resistencia máxima. Por debajo de esa temperatura, las uniones fallan a cizalladura a través de la intercara de soldadura mientras que, por encima, el MMC se degrada debido a las reacciones en la intercara matriz refuerzo.

Así mismo, el estudio microestructural de una serie de soldaduras fuertes realizadas en Al/Fef y Al/Bf (184) permitió establecer las ecuaciones temperatura/tiempo que describen la cinética del proceso. Estas ecuaciones se pueden utilizar para reducir la formación de productos intermetálicos frágiles en la intercara fibra-matriz.

Posteriormente, se comenzaron a realizar estudios sobre materiales compuestos de refuerzo discontinuo. En muchos casos, cuando la soldadura se realiza en horno y con aplicación presión, es difícil distinguir si se está produciendo un mecanismo de soldadura fuerte o realmente se trata de una soldadura por difusión TLP con aporte de composición eutéctica. Ejemplos de estos aportes son AA 40 47 (BA1Si-4) formado por Al-Si en una composición prácticamente eutéctica o plata que puede formar un eutéctico con el aluminio por difusión. La lámina de aporte, que puede ser típico de soldadura fuerte, colocada entre las piezas que

se unen funde y desaparece por difusión tal y como ocurre en la soldadura por difusión con fase líquida transitoria. Aunque muchos autores que han investigado este tipo de soldaduras las describen como soldadura fuerte, deberían considerarse más bien como TLP, puesto que su mecanismo coincide completamente con el de esta variante de la soldadura por difusión. De hecho, la microestructura resultante es absolutamente análoga a las que se consiguen por soldadura por difusión tal y como se aprecia en la figura II.29 (185). Por tanto, estos estudios se analizaran en el apartado dedicado a soldadura por difusión

Goddard et al. (137) ensayaron la soldadura fuerte/TLP de Al-7Zn/C y Al/C, producidos por infiltración de hilos de grafito con aleación de aluminio fundida. Una chapa de metal de aporte AA4047 (BAISi-4), colocada previamente en las superficies a unir, se fundió sin utilizar fundente bajo protección de argón a 590°C durante 5-10 minutos. Se supone que, durante la soldadura, fue aplicada alguna presión mecánica a través de la unión. Se realizaron uniones disimilares AA6061+Al7Zn/C y AA6061/C con aporte AA 4047 y uniones Al7Zn/C con aporte AA6061+AA4047 (BAISi-4) y se lograron mojados aceptables. En cambio, cuando se utilizaba sólo AA4047 no se conseguía soldar.



Fig. II.29 AA6061/Al₂O₃/15p soldado con Ag (X160) (185)

El mecanismo propuesto describe la difusión del silicio desde la capa de AA4047 (BAISi-4) fundido hacia la aleación AA6061 y la reducción de su temperatura de fusión. Posteriormente, difunde el magnesio de la 6061 hacia la intercara de MMC y proporciona la acción necesaria de mojado para formar una unión sana. Éste es, en realidad, el mecanismo de la unión TLP (Soldadura por Difusión con Fase Líquida Transitoria).

La presencia del magnesio en las superficies a unir es importante para llevar a cabo soldaduras fuertes de materiales compuestos, como ocurría en la soldadura de aleaciones de aluminio a vacío (186), ya que facilita la rotura de la capa de alúmina y promueve el mojado. Los óxidos de aluminio, en las aleaciones diluidas de aluminio-magnesio-silicio (series 6xxx), se ven sometidos a una reacción autolimitada que forma una capa superficial de espinelas (Ecuación [20]). Esta capa no afecta a las propiedades del material compuesto. Sin embargo, la eliminación del magnesio de la matriz puede disminuir significativamente la resistencia a tracción del MMC.

Otro caso de unión con soldadura fuerte/TLP estudiado por Suganuma et al. (187) fue la unión de 6061/Al₂O₃*/10c con 6061. Se ensamblaron pequeños cilindros con una lámina de metal de aporte entre ambos en una mordaza de acero. No se aplicó presión y la única compresión provino de la diferencia en coeficiente de dilatación lineal durante el ciclo de soldadura. El primer aporte que se probó fue una lámina de AA 4045 de 150 μm. Utilizando una serie de temperaturas desde 580-610°C, cada muestra se mantuvo durante 10 minutos a vacío. Aunque existía una dispersión considerable en los datos del ensayo, las resistencias a tensión fueron de alrededor de 100 MPa.

En otros ensayos, se utilizaron parámetros similares, pero se sustituyó el material de aporte por BA03 (una lámina de AA 3003 de 140 μm recubierta con 10 μm de AA 4045 por cada lado). Estas uniones tenían resistencias distribuidas alrededor de 200 MPa. Las intercaras resultantes de estos dos materiales de aporte eran marcadamente diferentes. La lámina de 4045 dejaba una delgada capa del material original y algunos pequeños microporos en la línea de unión. Debido a que la temperatura de soldadura estaba por debajo de la de sólidos de 3003, las intercaras de BA03 mostraban una clara capa entre el MMC y la 6061. Se observó una gran tendencia a la formación de porosidad en el lado sin reforzar de la línea de unión. Se realizaron soldaduras fuertes adicionales de 6061/Al₂O₃*/5c con 6061 utilizando BA03 que mostraban una unión, que era aproximadamente un 25% más resistente entre el intermediario de 3003 y el MMC que entre el intermediario y la 6061.

Como resumen final, en el cuadro siguiente se indican los estudios realizados hasta la fecha tanto en soldadura fuerte como blanda de materiales compuestos de matriz de aluminio.

Tabla II.15 Soldadura fuerte de materiales compuestos

Material	Solape		Redondo		Aporte (μm)	Método (Pa)	t (min)	P (kPa)	T ($^{\circ}\text{C}$)	Tipo de unión	Eficacia σ (MPa)		Referencia			
	e (mm)	l_{solape} (mm)	a (mm)	ϕ (mm)							l (mm)	(%)				
6061/B*/54f	0,6-1,0	12,7	8,5		4047(25-50)	Horno con Ar	5-30	*	590	SS	49	510	(178)			
					4043(25-50)				580	T(refor.)	79	820				
								Zn5Al5Cu	Soplete	*	*	380		SS	57	590
														T(refor.)	77	790
6061/B/50f	0,9	6,4	12,7		Al-8Si (80-150)	Horno a vacío	30	110	588	DS		31-48 _{cizall}	(175)			
	1	13,4			Al-12Si	Sales fund.	20+2	*	538+593	SS	33	340	(176)			
	1,8	6,6	25		Al-8Si	*	5	69-103	582-610	SS	16-19	43 _{cizall}	(177)			
		16,5		Cd-5Ag	432				8-15		7 _{cizall}					
6061/B/45-50f					Al-7,5Si+Cu											
1100/B/45-50f					Al-12Si	Horno a vacío	5-13	*	555-621		80-90		(174)			
					Al-7,5Si											
6061/Al ₂ O ₃ */10c				10	20	4045	Horno a vacío	10	0	580-610	T	100	(187)			
						BA03	(6,65*10 ⁻³)					200				
6061/SiC/20p						Al-12Si	Mojado a vacío	*	*	*	Buena	71 _{aw,cizall}	(121, 168, 169)			
						Al-53Ge						(10 ⁻³)				
						Al-95Zn								27 _{aw,cizall}		

Material	Solape		Redondo		Aporte (μm)	Método (Pa)	t (min)	P (kPa)	T ($^{\circ}\text{C}$)	Tipo de unión	Eficacia (%)	σ (MPa)	Referencia
	e (mm)	l_{solape} (mm)	a (mm)	ϕ (mm)									
6061/SiC/20w					Al-12Si	Mojado a vacío (10^{-3})					Penetra		
6061/SiC/25w					Al-53Ge		*	100	*		Penetra		(121, 168, 169)
					Al-95Zn						Buena	$22_{\text{aw,cizal}}$	
6061/SiC/20p					Al-12Si(polvo)	A vacío					12,4	98,6	
6061/SiC/20w						Inmersión	20	34-69	593,3	SS,DS,T	27,7	38,6	(96)
Al/SiCf					*	*	*	*	*				(183)
6061/C/40f					Al-12Si	A vacío	*	*	*	DS,T	2,8	17,2	(96)
Al-7Zn/C					4047	TLP en argón	5-10	*	590		Sin unión		(137)
Al/C					6061+4047	TLP en argón	5-10	*	590		Buena		

B* se refiere a fibras de boro recubiertas de SiC y, aunque es caro, el recubrimiento de SiC, se usa como una barrera a la difusión, para evitar que el aluminio fundido reaccione con las fibras de B durante los ciclos de tiempo relativamente largos. Al_2O_3^* = El refuerzo también contiene SiO_2 y es realmente una forma de mullita.

BA03=una lámina de AA 3003 de 140 μm recubierta con 10 μm de AA 4045 por cada lado

DS = Doble solape, SS = Solape simple, T= A tope.

*Datos no indicados por la referencia

II.2.2.4.- Soldadura por difusión

II.2.2.4.1.- Definición y mecanismos

La soldadura por difusión es tanto un proceso de fabricación primaria de materiales compuestos, como un método de unión de piezas ya fabricadas (188). La fabricación de materiales compuestos de fibra continua se realiza frecuentemente mediante soldadura por difusión de apilamientos de capas de metal y de fibras (sistema F-F) o de fibras recubiertas de metal mediante PVD (sistema MCFs) (189), aplicándose en la actualidad en la fabricación de materiales compuestos de matriz de titanio, por su elevada reactividad con las fibras cerámicas empleadas como refuerzo. Se han desarrollado, incluso, métodos que permiten la fabricación de materiales compuestos Al/B por TLP, mediante el recubrimiento de las fibras de boro rodeadas de Al, de una capa de Cu (190). Estos métodos de fabricación reducen significativamente las reacciones interfaciales fibra/matriz respecto a los métodos que implican contacto del metal fundido con el refuerzo.

La soldadura por difusión es un proceso de estado sólido por medio del cual se realiza la unión de dos o más materiales de igual o diferente naturaleza, al poner en contacto sus superficies y someterlas a una elevada temperatura, aplicándoles una presión interfacial durante un intervalo de tiempo finito. La principal característica de este método es que la temperatura de soldadura es inferior a la de fusión (0,5-0,8 Tf). Se pueden definir distintos métodos de soldadura dependiendo de si se forma fase líquida o no, y de si existe o no intermediario, tal y como se puede observar en la figura II. 30.



Fig. II.30 Métodos de soldadura por difusión

La soldadura por difusión, tanto por TLP como en estado sólido, es un proceso que suscita un gran interés para la soldadura de materiales compuestos. Las temperaturas necesarias son considerablemente más bajas que las requeridas en otros procesos de soldadura por lo que la microestructura del material debe resultar menos dañada. Además, la soldadura realizada sin intermediario tiene la misma microestructura y composición del material base. Otra ventaja de los procesos de soldadura por difusión es que la deformación macroscópica resultante es mínima. Sin embargo, existe una cierta preocupación por conocer el efecto que tiene sobre las propiedades del material compuesto el hecho de que el proceso requiera mantener toda la pieza a temperaturas cercanas a la de sólidos durante períodos de tiempo relativamente largos.

La soldadura se puede realizar enfrentando directamente las superficies a unir o utilizando un intermediario. El intermediario es una lámina delgada de un metal o aleación distinto a la aleación base, o un recubrimiento que se aplica sobre la superficie de unión, y que tiene las siguientes funciones:

- Favorece el contacto entre las superficies a unir al deformarse plásticamente bajo la aplicación de una presión.
- Favorece los procesos difusivos al crear un gradiente de concentración. En el caso del aluminio, puede ayudar a romper la capa de óxido superficial al reaccionar con ella.
- Reduce el tiempo, la presión y la temperatura necesarios para la formación de la unión.
- Condiciona que el proceso sea de estado sólido o TLP. Puede formar eutécticos de bajo punto de fusión que se consuman por difusión durante el proceso de soldadura, produciendo una solidificación isotérmica (Soldadura por difusión con fase líquida transitoria TLP). La formación de una fase líquida mejora la resistencia de la unión del aluminio y sus aleaciones (191).

Según Partridge y colaboradores (192) (193) (194), en los materiales compuestos, el intermedio juega un papel muy importante, ya que evita la existencia de contactos refuerzo-refuerzo. Estos autores realizaron un estudio del efecto que la presencia del refuerzo produce sobre la resistencia de la unión sobre materiales AA8090/SiC/17p, realizando soldaduras con y sin intermedio, en estado sólido y por TLP. En este material, se pueden realizar soldaduras directas sin utilizar ningún tipo de intermedio, ya que la capa de alúmina es menos estable que en otras aleaciones de aluminio.

Demostraron que la resistencia de la unión depende del número, tamaño y distribución de las partículas en la intercara. En la línea de unión, existen tres tipos de intercara: partícula-partícula (P-P), partícula-matriz (P-M) y matriz-matriz (M-M), cada una con una contribución diferente a la resistencia y ductilidad final. En la intercara partícula-matriz, la resistencia será menor y en los contactos partícula-partícula, no se producirá unión, por lo que pueden ser iniciadores de grietas que hagan disminuir la resistencia (Fig. II.31).

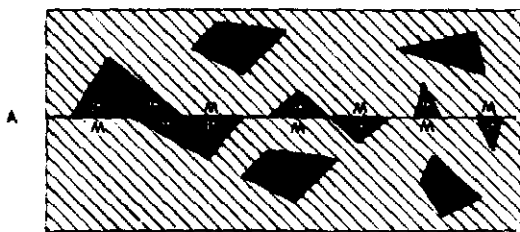


Fig. II.31 Representación esquemática de una soldadura sin intermedio.



Fig. II.32 Representación esquemática de una soldadura con intermedio

Puesto que los contactos más desfavorables son los P-P, y, en menor medida los P-M, el orden de resistencias previstas, según aumenta el número de estos contactos de mayor a menor, es:

$$\text{aleación-aleación} > \text{aleación-MMC} > \text{MMC-MMC}$$

Además, observaron que, debido a la heterogeneidad de la distribución de partículas en el MMC, la distribución a lo largo de la intercara de soldadura tampoco era homogénea. La elevada proporción de intercara P-P en las zonas de alta densidad de partículas contribuye

fuertemente a la disminución de la resistencia de la soldadura con respecto a los valores que se obtienen en uniones semejantes del material base.

De aquí se deduce que la utilización de un intermediario dúctil (como la aleación AA8090 en este estudio) mejora las resistencias a cizalladura de las soldaduras de los materiales compuestos, ya que se eliminan los contactos P-P, que se convierten en P-M como se ve en la figura II.32.

Si, además, tenemos en cuenta que la eficacia de la unión disminuirá más cuanto más se aumente la resistencia del material compuesto con respecto a la de la aleación matriz (lo que depende básicamente de la cantidad de refuerzo) (91), se podrá entender la razón de que las eficacias máximas que se pueden obtener disminuyan al aumentar el tanto por ciento de partículas.

El método de soldadura por difusión elegido también influye en la resistencia final. En el caso de que no aparezca ninguna fase líquida, la intercara formada será planar y estos contactos P-M y P-P se alinearán en dirección paralela a la intercara. La alineación de superficies de partículas pulidas en el plano de unión, de forma que se sitúan paralelas a la dirección de aplicación de la carga en cizalladura se cree que resulta pernicioso, ya que pueden favorecer la propagación de las grietas y reducir la resistencia de la unión.

Estos mismos autores han desarrollado una técnica (195) para evitar esta alineación, consistente en mecanizar ranuras en el MMC antes de la unión y después conformar superplásticamente el material dentro de estas ranuras. Así, las partículas dejan de estar situadas en el plano de cizalladura (Fig. II.33). Hay que tener en cuenta, sin embargo, que este método sólo es aplicable a materiales con características superplásticas.

En el caso de que aparezca una fase líquida (TLP), no existirá una línea clara y no será plana. Además, se produce un aumento homogéneo de la densidad de las partículas en la zona fundida. La planaridad que existe en el caso de la soldadura en estado sólido desaparece en el caso de la soldadura por difusión con fase líquida transitoria.

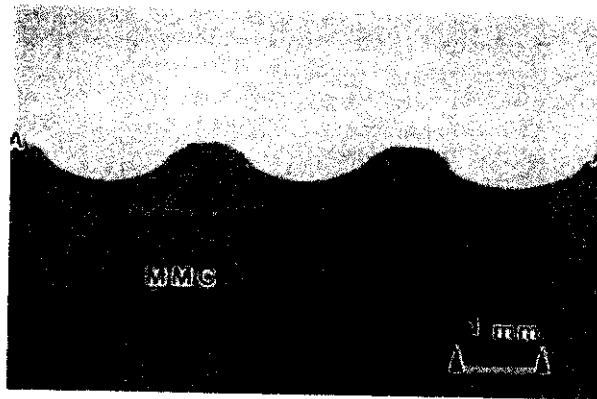


Fig. II.33 DB entre 8090 y 8090/SiC/17p (195)

La selección de los intermediarios debe realizarse con cuidado, ya que una elección incorrecta puede afectar negativamente a las propiedades mecánicas o al comportamiento frente a la corrosión. Un factor que hay que considerar son los coeficientes de difusión de los elementos que constituyen tanto el intermediario como el material que se suelda.

II.2.2.4.2.- Factores controlantes

Las variables que afectan al proceso son el estado superficial, la presión, el tiempo y la temperatura. Estos parámetros son interdependientes y controlan la deformación y el transporte de masa por difusión, por lo que deben ajustarse bien. Si no, puede ocurrir que el transporte de masa sea insuficiente y se produzca la formación de zonas libres de partículas en la intercara, o que sea excesivo, en cuyo caso se formará un acumulación excesiva de partículas (Fig. II.34).

Este efecto ha sido analizado en TWI (86, 114), en un estudio realizado sobre Al/SiC/20p, AA6061/SiC/20p, AA 2618/SiC/15p y AA 7075/SiC/20p con intermediarios de Ag, Cu, Al y sin intermediario. Algunas de las variables que controlan la soldadura por difusión tienen unas características especiales debido al tipo de material que se está considerando.

II.2.2.4.2.1.- Estado superficial

En todos los casos, la limpieza de las superficies a unir es crítica. Las muestras deben desbastarse mecánicamente para conseguir una superficie plana y limpiarse con acetona para

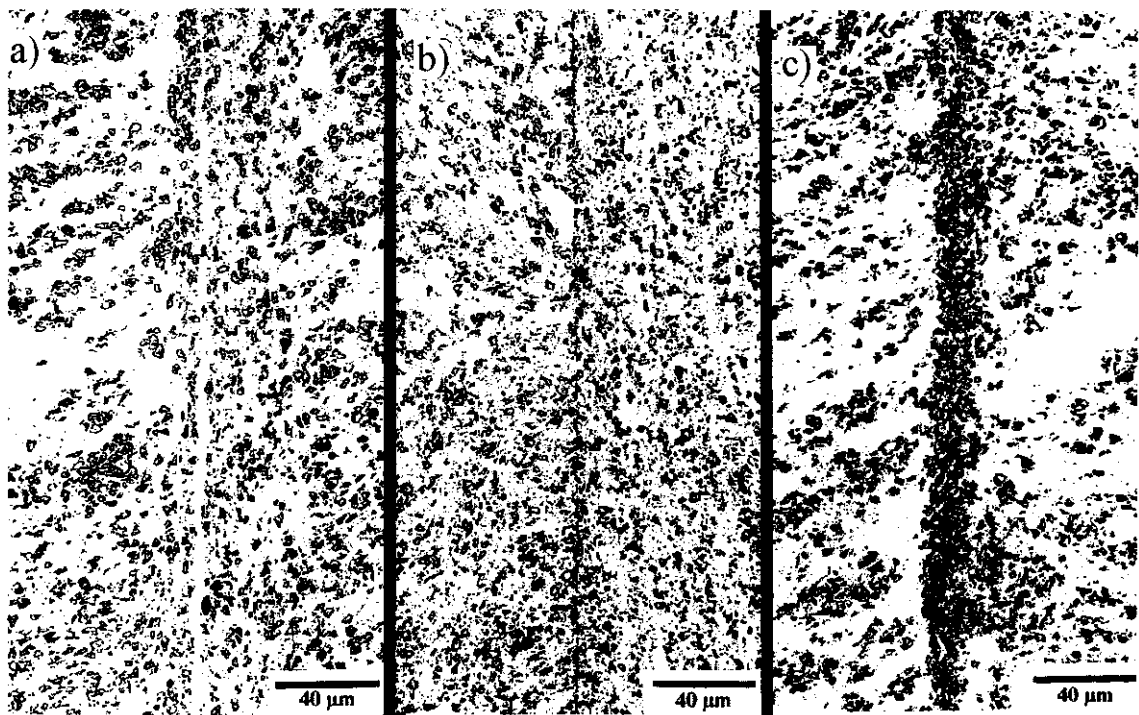
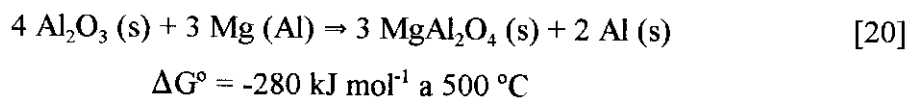


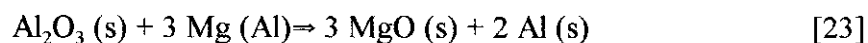
Fig. II.34 Soldadura por difusión de Al/SiC/20p. a) Intermediario de Cu, b) y c) Intermediario de Ag (86)

eliminar contaminantes que puedan dificultar la unión. En la soldadura por difusión de materiales compuestos de matriz de aluminio, al igual que ocurre en las aleaciones de aluminio sin reforzar, existe el problema de que la capa de óxido superficial no se disuelve a ninguna temperatura por debajo del punto de fusión. Por tanto, a la temperatura de trabajo se mantiene y actúa como una barrera a la difusión.

Para eliminarla, se pueden usar fundentes de haluros, aunque pueden aparecer problemas de corrosión en servicio. Por otra parte, la fragmentación de la capa de óxido debida a la deformación plástica por la presión aplicada, proporciona en parte una solución al problema.

Otra posibilidad es modificar la matriz con elementos tales como el magnesio para romper la capa por reducción química, tal y como ocurría en soldadura fuerte. Las reacciones que se pueden producir son:





$$\Delta G^\circ = -140 \text{ kJ mol}^{-1} \text{ a } 500 \text{ }^\circ\text{C}$$

Aunque la reacción [20] está favorecida por su ΔG° , la oxidación de las aleaciones de aluminio magnesio es más compleja y depende de factores tales como la composición de la aleación.

Estos elementos, que favorecen la rotura de la capa de óxido, también pueden aportarse en el intermediario que se utilice en la soldadura. Bushby y colaboradores (196) realizaron ensayos de soldadura por difusión con una aleación Al/SiC/40f (de fibra continua), utilizando como intermediario AA 2124. La resistencia obtenida fue de 50 MPa. Observaron que la difusión del magnesio desde el intermediario facilita la ruptura de la capa de alúmina, formando precipitados en la línea de unión que contienen Mg y O. La soldadura por difusión con fase líquida transitoria también ha sido aplicada a materiales compuestos, ya que la formación de una fase líquida ayuda a romper y dispersar la capa de óxido, permitiendo un contacto más íntimo entre las superficies que se sueldan. Estos mismos autores realizaron ensayos de soldadura por difusión con la misma aleación Al/SiC/40f (de fibra continua), utilizando como intermediario láminas de cobre (soldadura TLP), obteniendo resistencias a cizalladura de 50 ± 4 MPa.

Otros elementos, además del magnesio, que se pueden utilizar son el Cu, Ag o el Zn, que son capaces de formar eutécticos de bajo punto de fusión con el Al. La presencia de una fase líquida durante el proceso de soldadura favorece la rotura de la capa de alúmina. Presentan la dificultad de que varía la composición en la zona de soldadura y la resistencia de la unión es muy sensible a la presencia de fases intermetálicas residuales (197) (198).

La plata y el cobre forman con el aluminio un eutéctico de bajo punto de fusión ($T = 839$ K para la plata y $T = 821$ K para el cobre). Con este último elemento se pueden formar precipitados de Al_2Cu (fase θ). La plata también presenta una capa de óxido superficial, pero es inestable por encima de 190°C , por lo que no afecta a la soldadura. Dunford y colaboradores (199) estudiaron la soldadura, utilizando intermediario de plata en aleaciones

de aluminio sin refuerzo y observaron que existía un espesor de lámina con el que se conseguían los mejores resultados de resistencia.

Enjo y colaboradores (200) (201) estudiaron el efecto del tratamiento superficial en una aleación AA 6063 Al/Al₂O₃/15f (fibra corta) cuando se realizan soldaduras en las que el refuerzo se coloca de forma perpendicular a la línea de unión. Observaron que la resistencia obtenida en las uniones variaba mucho en función del tratamiento superficial empleado, debido a la diferente morfología de las fibras en la intercara. La preparación superficial debía evitar que las fibras sobresalieran en exceso en la superficie, para que se pudieran alcanzar resistencias de la unión del orden de las del material base. Los métodos mecánicos de preparación pueden provocar un arrastre del refuerzo, de forma que se acumulan y se colocan paralelas a la intercara. Esto impide el contacto metal-metal y la difusión se ve impedida. En cambio, un ataque químico de la matriz deja las partículas expuestas de forma que, al realizar la soldadura, se "clavan" en la parte opuesta de la intercara de unión. Este anclaje mecánico mejora la resistencia. Si el ataque químico que se realiza es muy fuerte, la longitud de partícula expuesta será excesiva (>8 μm) y bajo la carga aplicada se partirá. Los fragmentos rotos quedan sobre la intercara y actúan como barrera a la difusión como se demuestra en la figura II.35.

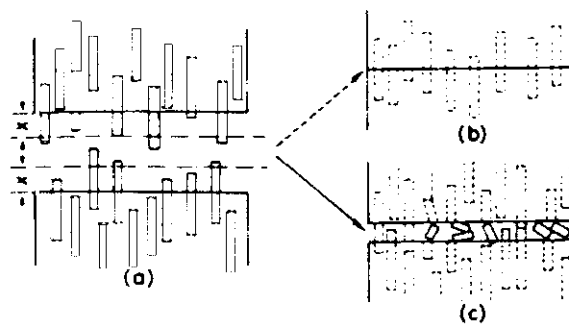


Fig. II.35 Representación esquemática del comportamiento de un material compuesto: (a) antes del contacto, (b) contacto ideal, (c) contacto real (200)

II.2.2.4.2.2.- Temperatura

La temperatura de soldadura debe ser inferior a la temperatura de fusión del material, pero lo suficientemente alta para que los procesos de difusión estén claramente favorecidos. La

teoría cinética permite determinar los efectos cuantitativos de la temperatura en la unión por difusión. La difusividad puede expresarse en función de la temperatura como:

$$D = D_0 \exp(-E/RT) \quad [24]$$

donde D es el coeficiente de difusión, D_0 el factor de frecuencia y E la energía de activación para la difusión.

Existe una preocupación generalizada por el efecto que una exposición prolongada a las temperaturas de soldadura pueda tener sobre las propiedades de los materiales compuestos, en especial sobre la intercara refuerzo-matriz.

En soldadura realizadas en materiales con refuerzo metálico (Al/Fe_f) (202) utilizando intermediarios de Ni, se ha comprobado que, durante la soldadura, la capa de intermetálico que rodea las fibras crece, llegando a alcanzar los 20 μm a causa de la difusión de elementos como el Ni, Cu y Fe a alta temperatura. Además, se agrieta debido a que existe una distribución heterogénea de tensiones, producida por el aumento de volumen que supone la formación de esta capa. También se ve influido por la presión externa. En este estudio también se investigó la soldadura del MMC a Ti utilizando intermediario de Ni y Cu.

Estos mismos autores, Ryabov et al. (203), han indicado la formación de Al₄C₃ en soldaduras realizadas en AA 2024/SiC/20p sin intermediario a temperaturas entre 570 y 590 °C.

II.2.2.4.2.3.- Presión

La variación de la presión afecta a la soldadura ya que:

- Controla la primera etapa de proceso de soldadura por ser la responsable de la deformación plástica.

- Un aumento de la deformación provoca una disminución de la temperatura de recristalización. Al acelerarse este proceso se mejora la unión.
- Un aumento de la presión origina una disminución del número y tamaño de los poros en la intercara.
- La deformación plástica ayuda a romper la capa de óxido superficial del aluminio, permitiendo la difusión.

La presión no se puede aumentar mucho, ya que se producen deformaciones plásticas elevadas que no son recomendables, aunque pueden aprovecharse para realizar un proceso simultáneo de soldadura y conformado. En los materiales compuestos es especialmente importante controlar los parámetros de soldadura para reducir la cantidad de deformación plástica producida, ya que un exceso podría dañar el refuerzo. Además, en la soldadura por difusión TLP, un exceso de presión conlleva la expulsión de la fase fundida, lo que provoca la formación de zonas ricas en refuerzo en la línea de soldadura.

El aumento de la presión tiene un efecto benéfico en el caso de las aleaciones de aluminio, ya que ayuda a romper la capa de alúmina por deformación tal y como se ha demostrado en algunos trabajos publicados (204).

La presión puede aplicarse uniaxialmente (mecánicamente, por métodos neumáticos o hidráulicos, mediante peso) o por HIP. La aplicación del proceso HIP a la soldadura por difusión se ha desarrollado para evitar la excesiva deformación que se puede producir en algunos materiales compuestos, como es el caso de AA 8090/SiC que se vuelve muy blando por encima de 555°C (205). En este trabajo se simula el proceso HIP mediante unas mordazas que evitan la deformación lateral de la probeta. Se puede demostrar mediante simulación por incrementos finitos que la deformación alrededor de los poros es igual en ambos procesos, por lo que son intercambiables. De esta forma, se pueden aplicar presiones más elevadas sin aumentar el porcentaje de deformación, con lo que se consiguen resistencias a cizalladura más elevadas (221 MPa).

Estos mismos autores (206) han desarrollado otro proceso para evitar el exceso de deformación en la soldadura TLP de AA8090/Si. Consta de dos etapas; una primera de soldadura por difusión a baja presión, seguida de otra de compresión isostática al aire. Con este proceso, se consigue reducir la porosidad y no causar deformación, aunque los valores de resistencia obtenidos son algo menores. Este método de soldadura en dos etapas se ha aplicado también a la soldadura por difusión de 359/SiC/20p con buenos resultados.

II.2.2.4.2.4.- Tiempo

Por ser un proceso difusional, ésta es una variable importante. La distancia media recorrida por un átomo (δ) durante la difusión viene expresada por:

$$\delta \equiv K \sqrt{D T} \quad [25]$$

donde: K = Constante

D = Coeficiente de difusión

t = tiempo

II.2.2.4.3.- Soldadura por difusión en materiales compuestos de matriz de aluminio

II.2.2.4.3.1.- Soldadura por difusión en estado sólido

El mecanismo de la unión en la soldadura por difusión en estado sólido (207) (208) (209) consta de dos etapas. A escala atómica existen muchos huecos, debido a que las superficies en contacto son rugosas. En un primer paso, estos huecos disminuyen por fluencia y deformación plástica debida a la aplicación de una presión externa (Etapa 1). En primer lugar se produce una deformación instantánea por aplicación de la carga seguido de fluencia según la ecuación:

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp(-Q_c/RT) \quad [26]$$

donde $\dot{\epsilon}$ = velocidad de fluencia, Q_c = Energía de activación para la difusión, A y n = constantes (210).

Posteriormente, los huecos restantes, de un tamaño inferior a $40\ \mu\text{m}$, se van llenando por difusión superficial y a través de límites de grano (Etapa 2). Finalmente, la unión se completa por una difusión en volumen, basada en un mecanismo de vacantes (211), seguida de recristalización y crecimiento de grano (Fig. II.36 (212)). Estos dos últimos procesos son fundamentales para conseguir una unión de alta resistencia ya que producen la eliminación de la interfase planar. Esta teoría está basada en una superficie ideal y es la más aceptada por diferentes autores (213). Es capaz de justificar la mayoría de los casos experimentales, aunque, cuando se ven envueltas capas de óxidos en el proceso, hay que recurrir a mecanismos más complejos.

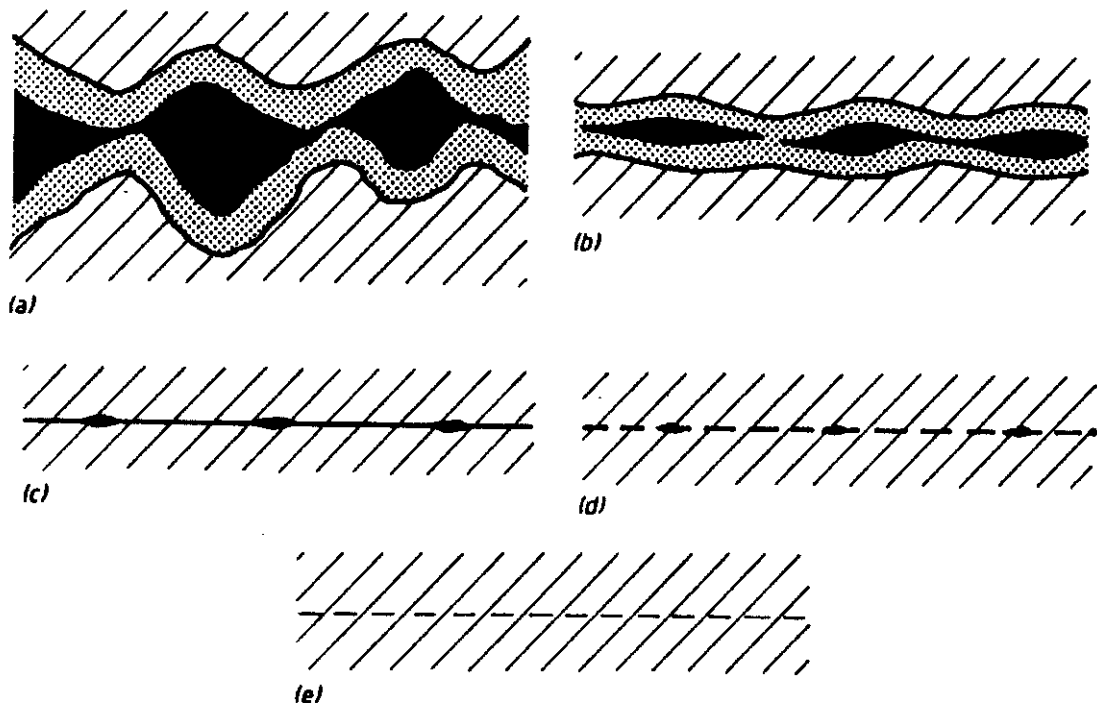


Fig. II.36 Mecanismo de soldadura por difusión (212)

Es de esperar que la presencia del refuerzo altere significativamente las características de la soldadura por difusión de los MMCs, si la comparamos con la de las aleaciones sin reforzar.

Bushby y colaboradores (204) realizaron un estudio de la soldadura por difusión de una aleación AA 2124/SiC/XXp (XX = 25, 30, 35 y 40). Se realizaron ensayos con y sin intermedio, utilizando en el primer caso chapas laminadas de $\approx 200\ \mu\text{m}$ de AA 2124. Los

experimentos se llevaron a cabo a 500°C y 10 MPa durante 240 minutos. Los resultados obtenidos en los ensayos mecánicos se muestran en la siguiente tabla:

Tabla II.16 Resistencias obtenidas en uniones soldadas por difusión.

Aleación	2124	2124/25p	2124/30p	2124/35p	2124/40p	2124/30p(*)
σ_{material} (MPa)	255±5	260±4	278±4	288±6	289±33	278±4
$\sigma_{\text{unión cizall}}$ (MPa)	185±10	58±9	43±14	22±10	36±14	111±46

(*) Con intermediario de AA 2124.

Suponiendo que no se produce unión en las intercaras partícula-matriz y que la soldadura sólo se desarrolla en las zonas donde existe contacto directo metal-metal, a partir de estos resultados Bushby realiza una predicción de la resistencia, que se puede obtener como:

$$\sigma = \sigma_a * A_m \quad [27]$$

donde: σ = Resistencia prevista

σ_a = Resistencia del material base soldado

A_m = Porcentaje de intercara con contacto M-M

A_m vale $(1-V_f)$ cuando sólo existen contactos P-P, lo que se corresponderá con el mayor porcentaje de superficie soldada y $(1-2V_f)$ si sólo existen contactos P-M, lo que se corresponde con la menor área soldada posible, siendo V_f el tanto por uno en volumen de partículas. Realmente A_m oscila entre estos dos valores en soldaduras en las que no se utiliza intermediario. Cuando se introduce un intermediario de soldadura, desaparecen las uniones P-P y aumenta el área de contacto metal-metal, por lo que la resistencia prevista aumenta notablemente.

II.2.2.4.3.2.- Soldadura por difusión con fase líquida transitoria (ILP)

La soldadura por difusión con fase líquida transitoria resulta muy prometedora para la soldadura por difusión de MMCs, ya que aúna las ventajas de la soldadura por difusión en estado sólido (microestructura y composición semejantes a las del material de partida) y las

de la soldadura fuerte (tiempos cortos y presiones reducidas). Además, como ya se comentó, la intercara resultante no es plana lo cual evita la presencia de zonas de falta de unión en el plano de cizalladura. En el caso de las matrices de aluminio, ayuda, además, a la rotura de la capa de alúmina.

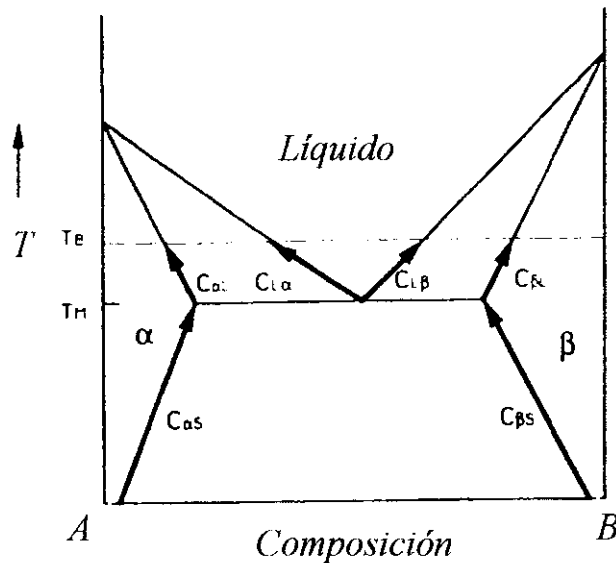


Fig. II.37 Diagrama de fases binario (214)

El mecanismo se basa en la inserción de un intermediario de composición cercana a la eutéctica o que es capaz de formar un eutéctico por difusión con el material base (214) (Fig. II.37 y II.38). La primera etapa (Etapa I) del proceso es el calentamiento hasta la temperatura de soldadura durante el cual se produce interdifusión entre el material base y el intermediario y la concentración de soluto, C_{sc} , varía siguiendo la línea de sólidos del diagrama.

Cuando alcanzamos la temperatura de fusión del eutéctico, se forma una fase líquida (a temperatura relativamente baja), ya sea por fusión directa del intermediario o por reacción con el material base (Etapa II). Puesto que sigue existiendo difusión, la composición de esta fase fundida cambia y el material base se disuelve en el fundido, mientras que la temperatura sigue aumentando hasta la temperatura de soldadura. Las composiciones en la interfase sólido-líquido ($C_{L\alpha}$, $C_{\alpha L}$, $C_{L\beta}$, $C_{\beta L}$) cambian siguiendo las líneas de *solidus* y *liquidus* correspondientes. Cuando la temperatura se estabiliza en la temperatura de soldadura, se sigue produciendo disolución del material base, hasta que la lámina de fundido alcanza su

máxima anchura. Durante toda esta etapa se produce una homogeneización de la composición en la zona fundida por difusión rápida en estado líquido.

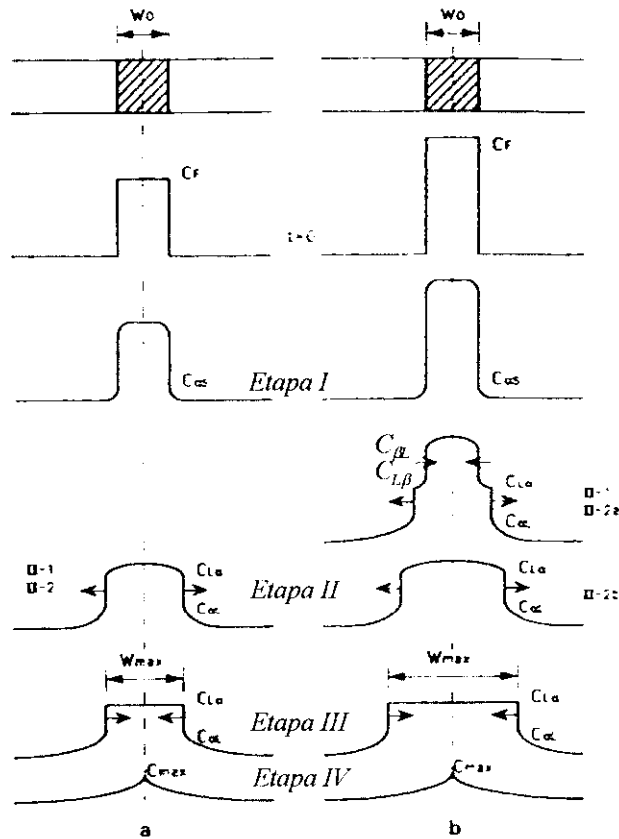


Fig. II.38 Perfiles de concentración esquemáticos durante la soldadura TLP (214)

Cuando se alcanza la composición adecuada se produce una solidificación isotérmica (Etapa III). Durante esta etapa las concentraciones de soluto en la interfase sólido/líquido ($C_{L,\alpha}$, C_{α}) permanecen constantes y la anchura de la zona fundida decrece hasta que se produce la solidificación completa. El tiempo necesario para esta etapa es una de las variables fundamentales del proceso, ya que determina el tiempo necesario para la soldadura.

Posteriormente, se produce una homogeneización de la composición en estado sólido a través de la unión (Etapa IV). Todas las etapas del proceso dependen de la difusión desde la zona central de la unión hacia el material base. Además de la difusión en volumen, hay que tener en cuenta la existencia de caminos preferentes de difusión como son los límites de grano y subgrano, las dislocaciones y las interfases matriz partícula. Así mismo, a través de estos caminos, se puede producir infiltración de la fase líquida. En los materiales

compuestos, la densidad de dislocaciones y de límites de granos es mucho más elevada que en los materiales sin reforzar (como se expuso en la sección II.1), lo que, junto con la existencia de los límites de fase, produce una importante aceleración de la cinética del proceso TLP, tal y como han demostrado Sabathier et al. (215) en un estudio sobre la soldadura por difusión TLP de AA6061/SiC/20p utilizando galio como intermediario. Estos autores postulan que el galio penetra en el material vía infiltración/difusión en estado líquido a través de los límites de subgrano. Cuando cada subgrano se ha rodeado de una capa líquida, se produce la difusión hacia el interior de los mismos y una homogeneización en estado sólido.

También se ha estudiado la soldadura por difusión TLP de este mismo material (AA6061/SiC/25p), utilizando como intermediario Au y una aleación Al-Si-Mg (216). Mediante una simulación termodinámica, establecieron el rango de condiciones de tiempo y temperatura en el cual se puede realizar la soldadura sin dañar las propiedades del material. Este rango se encontraba entre 565°C/30 min. y 580°C/10 min. Los resultados obtenidos fueron mejores con el aporte de oro y las mejores condiciones para este intermediario resultaron ser 537-580°C/30 min. En el estudio microestructural de las uniones, se identificaron tres zonas distintas en las proximidades de la intercara: una zona enriquecida en partículas, la zona de difusión y, por fin, el material base.

Un ejemplo de soldadura por difusión con fase líquida transitoria de materiales compuestos de fibra continua es la unión de 1100/B/45f mediante intermediarios de Cu (217) en las condiciones indicadas en la tabla II.18. Cuando la temperatura sobrepasa los 548°C, se forma el eutéctico Al-33,2Cu. A la temperatura de soldadura el cobre difunde en la matriz de aluminio y, cuando su concentración baja a valores inferiores a 5,65%, la unión solidifica de forma isotérmica.

Durante los primeros años de desarrollo de los materiales compuestos, se realizaron otros estudios para la soldadura por difusión TLP del sistema Al/B. Sin embargo, no se lograron buenos resultados ni en la fabricación de uniones homogéneas de estos MMC (218) ni cuando se intentaron soldar a aleaciones de titanio.

En muchos casos, en la soldadura por difusión con fase líquida transitoria, se utilizan aportes que son propios de la soldadura fuerte, por lo que a veces se confunden ambos tipos de soldaduras, como ya se ha discutido. Un ejemplo de esto son las investigaciones de TLP/soldadura fuerte realizadas por Klehn (Duralcan) (185) (219) (220), en las que se estudió la soldadura fuerte/TLP de 6061/Al₂O₃/15p. Se comprobó que, entre varios materiales de aporte ensayados, los mejores resultados se obtienen utilizando aportes de plata y AA 4047 (BA1Si-4), como se muestra en la Tabla II.18. También se emplearon láminas de Cu como aporte. Se ensayaron temperaturas comprendidas entre la de solidus del material (582°C) y la temperatura del eutéctico correspondiente. Las muestras se fijaron durante el proceso en una mordaza de aplicación de carga por muelle y se calentaron en vacío.



Fig. II.39 Soldadura de 6061/Al₂O₃/15p con intermedio de plata (0,0254 mm) realizada a 580°C y 2 horas (X140) (185)

El estudio microestructural muestra que la difusión de la capa de soldadura alejándose de la línea de unión parece concentrar el refuerzo en la intercara. En la figura II.39, se puede observar cómo el aluminio ha difundido en la plata formando un eutéctico y después se ha solidificado isotérmicamente. Esto se deduce del acúmulo de partículas producido en la intercara de unión como consecuencia de la disolución de parte de la matriz de aluminio.

Se obtuvieron efectividades de hasta el 95%, aunque la ductilidad se redujo a un 1%. Se sugiere que esta ductilidad podría mejorarse mediante la optimización de la composición del aporte, pero surge un problema importante en la fabricación de las láminas de aporte debido a la formación de intermetálicos frágiles en las aleaciones Al-Ag y Al-Cu.

Enjo y colaboradores (200) estudiaron la soldadura por difusión TLP de AA 6063/Al₂O₃/15fc, utilizando como intermediarios de soldadura de AA 2027 (T_m= 527°C), Cu (T_{eutéctico} = 548°C) y Ag (T_{eutéctico} = 566°C). Observaron que la inserción de los intermediarios ampliaba el rango de temperatura y presión en el que se podía obtener la máxima resistencia en la unión (Tabla II.17), con respecto a las uniones realizadas sin intermediario, y que las resistencias obtenidas también eran mayores.

Tabla II.17 Efecto del intermediario en la resistencia y localización de la fractura de uniones soldadas por difusión

Intermediario	T _{soldadura} (K)	P _{soldadura} (MPa)	σ (MPa)	Localización de la fractura
Ninguno	873	2	98	Intermediario
			97	Intermediario
A2017 (75 μm)	873	2	161	Intermediario
			184	Metal base
			181	Metal base
A2017 (30 μm)	873	2	173	Intermediario
			177	Intermediario
			187	Intermediario
Ag (6 μm)	873	2	188	Intermediario
			145	Intermediario
Cu (5 μm)	873	2	125	Intermediario
			179	Metal base
			181	Intermediario
			162	Intermediario
	823	1	119	Intermediario

Puesto que tanto el cobre como el magnesio son elementos que favorecen la rotura de la capa de alúmina y, por tanto, facilitan la soldadura de los materiales compuestos de matriz de aluminio, algunos investigadores han considerado de interés el estudio del efecto de la variación en composición de estos dos elementos en los intermediarios. En un trabajo realizado sobre la soldadura TLP de 1050/Al₂O₃f (221), se analizó mediante medidas de resistencia eléctrica la formación de la unión, utilizando distintos intermediarios base aluminio con distintos contenidos de Cu y de Mg: AA2017, Al-2Mg-3Cu, Al-1,5Mg-3,5Cu, Al-1Mg-4Cu, Al-0,5Mg-4,5Cu, Al-6Cu y Al-2Mg. Se encontró que la resistencia de la unión aumentaba con el contenido en magnesio del intermediario. El efecto de los dos

elementos en la unión es completamente diferente: el cobre actúa formando una fase líquida a baja temperatura, mientras que el Mg ayuda a la formación de la unión, no sólo con la matriz del material compuesto, sino también con la fibra de refuerzo, ya que es capaz de reaccionar con ella.

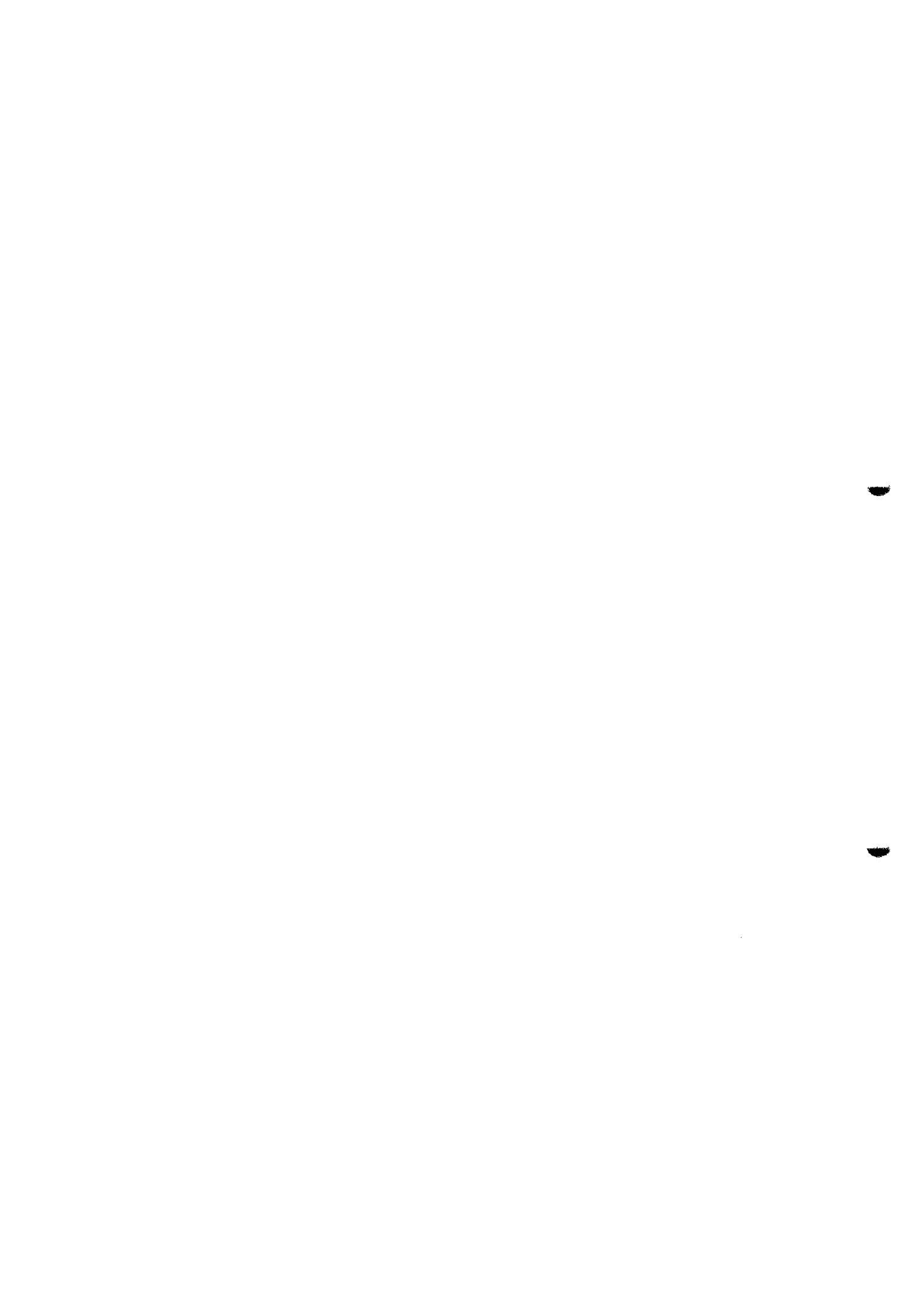
La tabla siguiente resume las investigaciones encontradas en la bibliografía que dan una idea del estado actual de la soldadura por difusión de materiales compuestos.

Tabla II.18 Soldadura por difusión de los materiales compuestos

Material	Interm. (μm)	Tipo	Vacío Pa	T $^{\circ}\text{C}$	P MPa	t min	Deform %	$\sigma_{0.2}$ MPa	σ MPa	Eficacia %	Referencia
1100/B/45f	Cu	TLP		554 571		15 7			1103	86	(217)
1050/Al ₂ O ₃ f	2017 (60-80) Al-Cu-Mg(60-80) Al-Cu (60-80) Al-Mg (60-80)	TLP	10 ⁻²	630	1,5-3						(221)
6063/Al ₂ O ₃ /15fc	Sin interm 2017(30-75) Cu(5) Ag(6)	DB TLP TLP TLP		600-620 600-610 550-610 600	1-2 1-2 1-2 1-2	30	6	98 _{aw} 161-187 _{aw} 145-188 _{aw} 119-181 _{aw}			(200)
6061/Al ₂ O ₃ /Xfc X=5, 10,15	Al-10Si (150)	TLP	6,7 *10 ⁻³	580-610		10		230			(222)
6061/Al ₂ O ₃ /15p	Ag (25,4) 4047(127) Cu	TLP	133 *10 ⁻³	580 585	69 34,5	120 20		323 321	341 336	95	(185, 219)
6061/Al ₂ O ₃ /15fc			1 10 ⁻⁵	500	6,32	60					(223)
6061/SiC725p	Al-Si-Mg Au (25)	TLP TLP		565.580		30- 10				<30	(216)
6061/SiC/20p	Ga			150-600		1440 2880					(215)
6061/SiC/20p	Sin interm Cu (1-25) Ag (1-25)	DB TLP TLP									(114, 147)
Al/SiC/20p	Cu (1-25) Ag (1-25)	TLP TLP		568-548	4-7	30					(114) (147)
7075/SiC/20p	Al (15) Cu (25) Ag (12,5)	DB TLP TLP		500	5	240		24 - 62			(114)

Material	Interm. (μm)	Tipo	Vacio Pa	T $^{\circ}\text{C}$	P MPa	t min	Defor %	$\sigma_{0,2}$ MPa	σ MPa	Eficacia %	Referencia
2618/SiC/15p	Sin interm Cu (25) Ag(25)	DB TLP TLP		500	3,5-7	40			Rotas al mecanizar		(114)
2618/SiC/15p	Sin interm 5754 (20) Ag (0,25-1)	DB DB TLP		500 500 500	10-25 10-20 10-15	60 60 60	27-58 25-53 21-36				(224)
2124/SiC/Xp X=0, 25, 30, 35, 40	Ninguno 2124	DB DB		500	10	240	2 2	58-22 111	cizall cizall	22-7 39	(204)
2124/SiC/20p	Sin interm Ni	DB		570-590 560-570		30 15	0,5-3 0,6				(203)
Al/SiC/40f	2124 (200) Cu (10)	DB TLP	En aire	500 550	34 20	60 30	1,5	54,9 50	cizall cizall		(196)
8090/SiC/17p	Sin interm 8090(100) Cu(PVD)	DB DB TLP						100 170 190			(193, 194, 195)
8090/SiC/14,5p	Cu (1-3)	TLP TLP _{HIP}	10^{-2}	548	0,2 0,2-5	30		105 221	cizall cizall	85	(205)
8090/SiC/14,5p 359/SiC/20p	Cu(7)	TLP	$10^{-2}+$ aire	560	0,2 + 1-2	20 + 60		177 242	cizall cizall	77 92	(206)
KAS-1A (Al/Fef)	Directa aTi	DB		500	10	10		138			(225)
KAS-1A(Al/Fef) VKA-2(Al/B)	Ni Ni-Cu	DB TLP		6 $*10^{-3}$	560 570	0,8-3 25	10- 20				(202)

DB = Soldadura por difusión pura; TLP = Soldadura por difusión con fase líquida transitoria



III.- Procedimiento Experimental



III.- Procedimiento experimental

III.1.- Materiales base

Para poder considerar el efecto de distintas aleaciones matriz y de la naturaleza, forma y porcentaje de refuerzo sobre la soldabilidad, tanto por difusión como heterogénea, de los materiales compuestos de matriz de aluminio, se seleccionaron siete materiales diferentes cuyas características básicas se resumen en la tabla III.1.

Tabla III.1 Materiales compuestos estudiados

Matriz	Refuerzo (Naturaleza y forma)	Denominación (7)
Al-Cu	Partículas de SiC	AA2014/SiC/6p, AA2014/SiC/13p, AA2014/SiC/20p
	Whiskers de SiC	AA 2124/SiC/12,5w
Al-Mg-Si	Partículas de Al ₂ O ₃	AA6061/Al ₂ O ₃ /10p, AA6061/Al ₂ O ₃ /20p
Al-Zn-Mg	Partículas de Al ₂ O ₃	AA7005/Al ₂ O ₃ /10p

La composición nominal de las aleaciones matriz se indica en la tabla III.2. Las dos aleaciones de la serie XXX poseen una composición química similar. La diferencia básica entre ellas, aparte de la composición en Mg, es que la aleación AA 2124 tiene menor contenido en Si y Fe, elementos que suelen estar presentes en la mayoría de las aleaciones de aluminio como impurezas. La disminución de la concentración de dichas impurezas mejora el comportamiento mecánico (ductilidad y tenacidad) de la aleación.

La aleación AA 2124/SiC/12,5w se recibió en forma de chapas de 6 mm de espesor con el tratamiento T6 normalizado para la aleación 2124, mientras que los MMCs AA 2014/SiC/XXp se recibieron en forma de chapones extruidos de 13 mm de espesor. El estado de recepción fue "as extruded". En el caso de estos materiales se disponía, así mismo, de la aleación matriz sin reforzar en las mismas condiciones de fabricación y recepción.

Tabla III.2. Composiciones químicas nominales de las matrices

Material	Cu	Mg	Si	Zn	Mn	Fe	Cr	Ti	Zr
AA 2124 (226)	3,8- 4,9	1,2- 1,8	0,20 máx.	0,25 máx.	0,30- 0,9	0,30 máx.	0,10 máx.	0,15 máx.	0,05 máx.
AA 2014 (Ref.1)	3,9- 5,0	0,2- 0,8	0,5- 1,2	0,25 máx.	0,4- 1,2	0,7 máx.	0,10 máx.	0,15 máx.	0,05 máx.
AA6061/Al ₂ O ₃ /10p*	0.27	0.89	0.55	0.03	0.005	0.06	0.12	0.008	-
AA6061/Al ₂ O ₃ /20p*	0.27	1.19	0.55	0.01	0.004	0.06	0.12	0.01	-
AA7005/Al ₂ O ₃ /10p*	0.002	1.07	0.035	4.43	0.40	0.10	0.14	0.05	0.13

*Datos suministrados por DURALCAN USA. Determinados por espectroscopía óptica de emisión y ICP (227).

Los otros tres materiales compuestos fueron suministrados por DURALCAN. Se fabricaron por colada según el proceso Duralcan. Se recibieron en forma de chapones extruidos de 6 mm de espesor, en condición de “as extruded”. La porosidad máxima permitida es 0,8%. La fase de refuerzo (Al₂O₃ calcinada) se encuentra en forma de partículas. La Tabla III.3 recoge la composición nominal de este tipo de óxido de aluminio.

Tabla III.3. Composición nominal de Al₂O₃*

Al ₂ O ₃	Na ₂ O	SiO ₂	Fe ₂ O ₃
99.0 mín	0.40 máx	0.04 máx	0.04 máx

*Datos suministrados por DURALCAN USA.

III.2.- Ensayos de caracterización de los materiales de partida

III.2.1.- Tratamientos térmicos de solubilización y envejecimiento. Microdurezas.

Para comprobar la influencia de la presencia de refuerzo y de su proporción en la cinética de endurecimiento por precipitación de las matrices reforzadas, se escogieron los materiales compuestos AA 2014/SiC/XXp, ya que era de la que más variedad de porcentajes de refuerzo se disponía y, además, se podía realizar el estudio comparativo con la matriz sin reforzar

En primer lugar, se determinó la temperatura correcta de solubilización, tratando probetas a 500, 510 y 520°C en un horno de mufla. Se prepararon metalográficamente y se fijó la temperatura de tratamiento en 500°C. Se prepararon 30 probetas de cada uno de los cuatro materiales solubilizados a 500°C durante 2 h y templadas en agua. Se utilizaron dos temperaturas de envejecimiento distintas: 170 y 190 °C y tiempos comprendidos entre 0 y 24 h. El tratamiento se realizó en un baño termostático *Tectron-34733200*, con baño de silicona de alta temperatura, que aseguraba temperaturas homogéneas de tratamiento, con errores de $\pm 1^\circ\text{C}$.

Para dibujar la curva de envejecimiento isotérmico frente al tiempo, se realizaron ensayos de dureza Vickers (10 Kg) y microdureza Vickers (25 g) sobre las probetas, según se describirá en el apartado III.6.3.

III.2.2.- Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) es una técnica que ha sido ampliamente empleada para el estudio de transformaciones de fase, en aleaciones de aluminio y en materiales compuestos con matriz de aluminio (228), ya que permite tanto definir las transformaciones que se producen durante el tratamiento térmico, como determinar las temperaturas y energías de transformación. Por ello, se decidió aplicarla para el estudio de la precipitación en los materiales compuestos, para poder comparar sus resultados con los obtenidos mediante las curvas de dureza y microdureza.

La calorimetría diferencial de barrido es una técnica térmica en la que se miden las diferencias en la cantidad de calor entre una sustancia y una referencia en función de la temperatura de la muestra, cuando ambas están sometidas a un programa de temperatura controlado. Se realizaron ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) en probetas solubilizadas a 500°C durante 2h y posteriormente templadas, calentándolas desde temperatura ambiente (30 °C) hasta 480 °C, a una velocidad de 10 °C/min. Se prepararon 4 probetas: una de cada material compuesto y una última de aleación matriz sin reforzar. Las muestras se cortaron y, posteriormente, se trataron térmicamente para evitar que las

tensiones residuales introducidas durante el mecanizado pudieran afectar a los resultados del ensayo (229). Para evitar que los óxidos (alúmina) presentes sobre la superficie de las muestras, hicieran aparecer picos de transformación no deseados, éstas se decaparon previamente y, para minimizar los procesos de oxidación durante el ensayo, éste se realizó en atmósfera de nitrógeno (50 ml/min).

El equipo utilizado es un Mettler TA 4000 y está conectado a un PC que permite la recogida de los datos, para su posterior procesamiento mediante programas de hojas de cálculo.

III.3.- Ensayos de soldadura por difusión

III.3.1.- Intermediarios utilizados

Para facilitar la ruptura de la capa de alúmina superficial de los materiales a soldar y facilitar la unión, se ensayaron cuatro tipos de intermediarios. No todos los intermediarios se emplearon con todos los materiales compuestos, por lo que en la tabla III 4 se detalla en qué ensayos se utilizaron las distintas aleaciones.

Tabla III.4 Intermediarios utilizados con cada material compuesto

Material Compuesto	Intermediarios			
	AA 8090	Supral 100	Plata	BAISi-4 (AA 4047)
AA 2124/SiC/12,5w	ES	ES	ES	-
AA 2014/SiC/13p	ES	-	ES	-
AA 6061/Al ₂ O ₃ /XXp	ES	-	-	TLP

ES = Estado sólido; TLP = Soldadura con fase líquida transitoria.

Tabla III.5 Composición de los intermediarios de soldadura utilizados

Aleación	Cu	Li	Mg	Mn	Si	Fe	Zr	Cr	Ti	Zn	Sn	Na
AA 8090	1.2	2.4	0.6	-	0.03	0.07	0.14	-	-	-	-	<0.001
Supral 100	5.9	-	0.04	0.07	0.08	0.16	-	<0.01	<0.01	<0.02	<0.01	-
AA 4047	0,3	-	0,05	0,05	12	0,8	-	-	-	0,10	-	-

La aleación 8090 de Al-Li, con la composición que se muestra en la tabla III.5, se suministró en forma de chapas de 1,5, 2 y 3 mm de espesor en estado T6. Esta aleación posee características superplásticas. Mediante una laminación en frío hasta el 90% del espesor inicial y una posterior operación de desbaste en papeles abrasivos del grado 600, su espesor se redujo hasta valores comprendidos entre 50 y 150 μm , siendo aplicada en forma de lámina a las superficies de soldadura. En el caso de parte de los intermediarios utilizados en la soldadura por difusión de los materiales AA6061/ Al_2O_3 /XXp, los intermediarios se prepararon sólo por desbaste, al no disponerse de una laminadora.

El motivo de la elección de esta aleación como intermediario fue su contenido en Li (Fig III.1) y en Mg. Ambos elementos, sobre todo el Litio, son capaces de romper la capa de alúmina superficial, facilitando los procesos difusivos. Algunas de las posibles reacciones de la alúmina con el Li y el Mg se indican en la tabla III.6 (230).

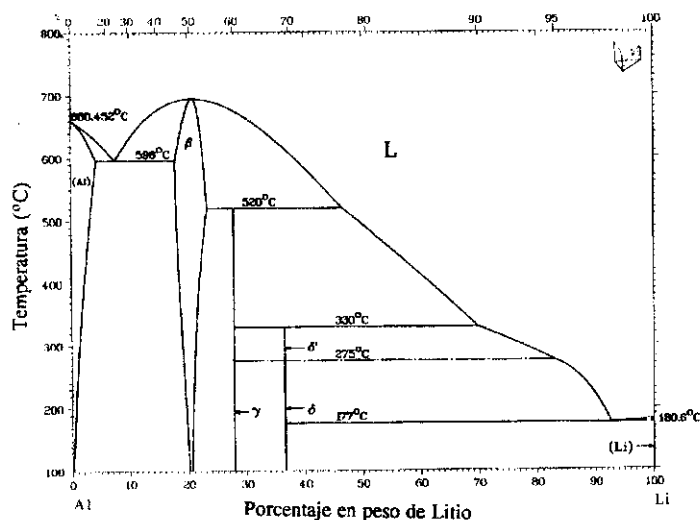


Fig. III.1 Diagrama de equilibrio Li-Al (231)

Tabla III.6 Posibles reacciones entre Al_2O_3 y Li y Mg

Reacción	ΔG° (KJ/mol)
$\text{Li} + 1/3 \text{Al}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons \text{LiO}_2 + 2/3 \text{Al}$	-19 (a 530 °C)
$\text{Li} + 8/3 \text{Al}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons \text{LiAl}_5\text{O}_2 + 1/3 \text{Al}$	-36 (a 530 °C)
$\text{Li} + 2/3 \text{Al}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons \text{LiAlO}_2 + 1/3 \text{Al}$	-68 (a 530 °C)
$3 \text{Mg} + \text{Al}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons 3 \text{MgO} + 2 \text{Al}$	-140 (a 500 °C)
$3 \text{Mg} + 4 \text{Al}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons 3 \text{MgAl}_2\text{O}_4$	-280 (a 500 °C)

Este hecho ha sido comprobado en trabajos previos sobre la soldadura por difusión de la aleación AA 8090. Quiñones et al. (230) establecen que la elevada reactividad del Litio facilita la soldadura por difusión de estas aleaciones, al producirse la reacción química de la capa de óxido para formar óxidos mixtos de Al-Li. La mayor solubilidad y tenacidad de estos óxidos, acelera el proceso de eliminación de la película de alúmina, permitiendo el establecimiento de flujos difusivos entre las chapas metálicas.

La aleación **Supral 100** de Al-Cu con propiedades superplásticas, cuya composición se indica en la tabla III.5. se suministra en forma de chapas de 1,2 mm de espesor, de donde se obtuvieron láminas de, aproximadamente, 150-50 μm por desbaste mecánico realizado como en el caso anterior. Esta aleación se eligió por su semejanza en composición con la aleación matriz de ambos materiales compuestos y por sus propiedades superplásticas. La capacidad de esta aleación de deformar superplásticamente se consideró que podría favorecer la soldadura, al mejorar la primera etapa del proceso difusivo.

Plata pura. Se utilizó tanto en forma de láminas de 15-30 μm , como depositada por vaporización sobre una o las dos superficies a soldar con espesores comprendidos entre 1 y 3 μm . En el caso de la plata evaporada, se aplicó tanto en una, como en las dos superficies que se sueldan para compara el efecto, ya que, en un caso la soldadura se produce en una

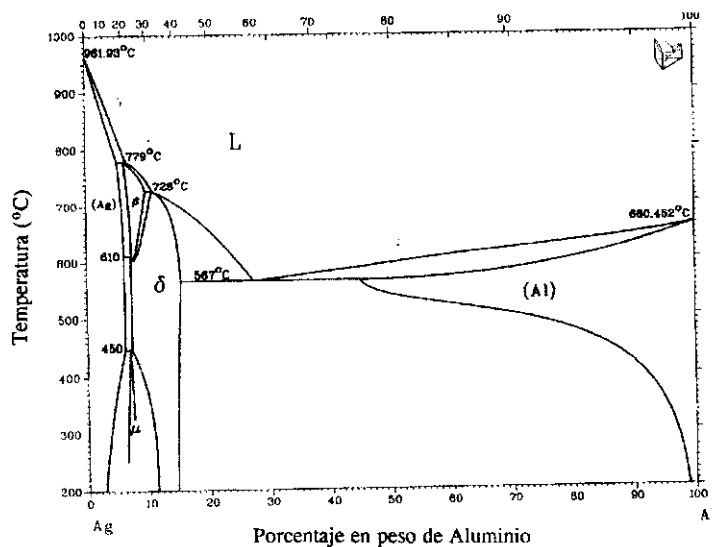


Fig. III.2 Diagrama de fases Al-Ag (231)

intercara plata-material compuesto y en el otro plata-plata. Se escogió este tipo de intermediario ya que, aunque la plata forma compuestos intermetálicos con el aluminio, como se ve en la figura III.2, éstos son menos frágiles que la mayoría de los que forma el aluminio con otros elementos. Por otro lado, el óxido de plata que se genera superficialmente es inestable a la temperatura de soldadura y se descompone por encima de 190 °C (199).

La aleación **AWS-BAISi4** (AA 4047) es un material de aporte comercial (CASTOLIN 190) que se emplea en la soldadura fuerte de aleaciones de aluminio, cuya composición se indica en la tabla III.5. También se utilizó en esta investigación para la soldadura fuerte en horno de los materiales compuestos de la serie 6XXX y 7XXX. Esta aleación fue suministrada por Castolín+Eutectic S.A. en forma de varillas con diámetro igual a 2 mm. El intermediario se obtuvo por laminación hasta un espesor de ~ 50-70 μm . Se trata de una aleación con una composición ligeramente hipoeutéctica (composición de eutéctico: Al-12,6%Si (231)).

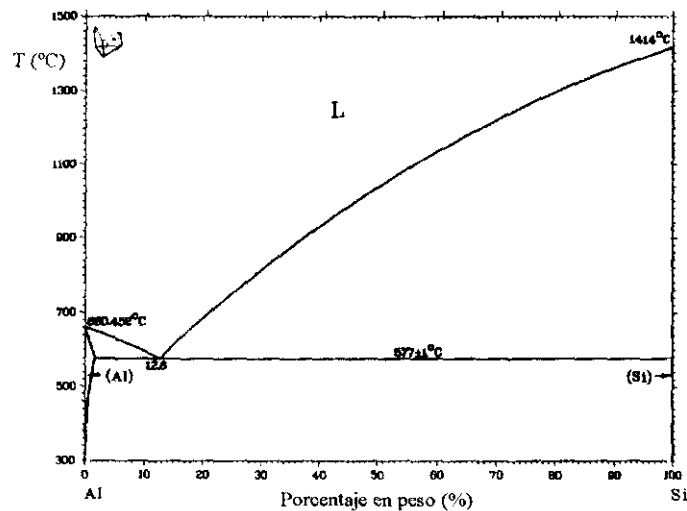


Fig. III.3 Diagrama de fases Al-Si (231)

Esta aleación se seleccionó para la soldadura por difusión en fase líquida transitoria de los materiales compuestos de la serie 6XXX, debido a su composición muy cercana a la eutéctica. Soldando a temperaturas cercanas a 590°C, el intermediario funde momentáneamente, desapareciendo luego por difusión. Esta técnica de soldadura, como se ha indicado en la introducción, produce unas resistencias mecánicas elevadas.

III.3.2.- Preparación de las probetas de soldadura

Los materiales de partida fueron cortados de forma adecuada para la obtención de las probetas de soldadura. Se utilizaron dos tipos de probetas, una para observación metalográfica y otra para la realización de ensayos mecánicos de cortadura sobre la unión soldada, con el diseño que se puede ver en las figuras III.4 y III.5.

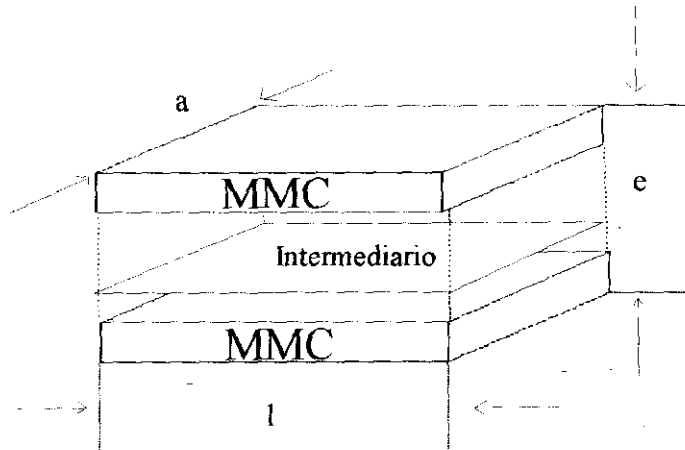


Fig. III.4 Probetas para observación metalográfica

Se eligió el ensayo de cizalladura como el más adecuado para evaluar la resistencia de las uniones soldadas, ya que es más sensible que otros posibles ensayos mecánicos a la presencia de defectos, como poros, en la intercara de soldadura. Este tipo de probetas no está normalizado, ya que no existen normas para ensayos de cizalladura en uniones soldadas por difusión en componentes laminados. Sin embargo, este ensayo resulta de utilidad para comparar los valores de resistencia obtenidos en las uniones entre ellos y con los diferentes materiales compuestos y con las técnicas y condiciones de soldadura empleadas. Las dimensiones de las probetas utilizadas se indican en las tablas III.5 y III.6.

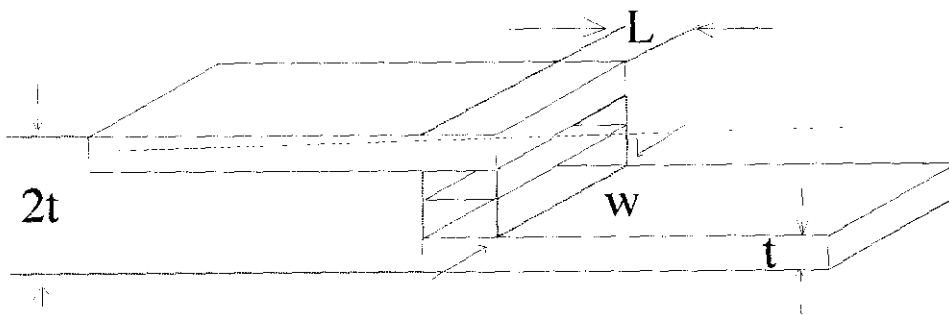


Fig. III.5 Probetas para el ensayo de cizalladura

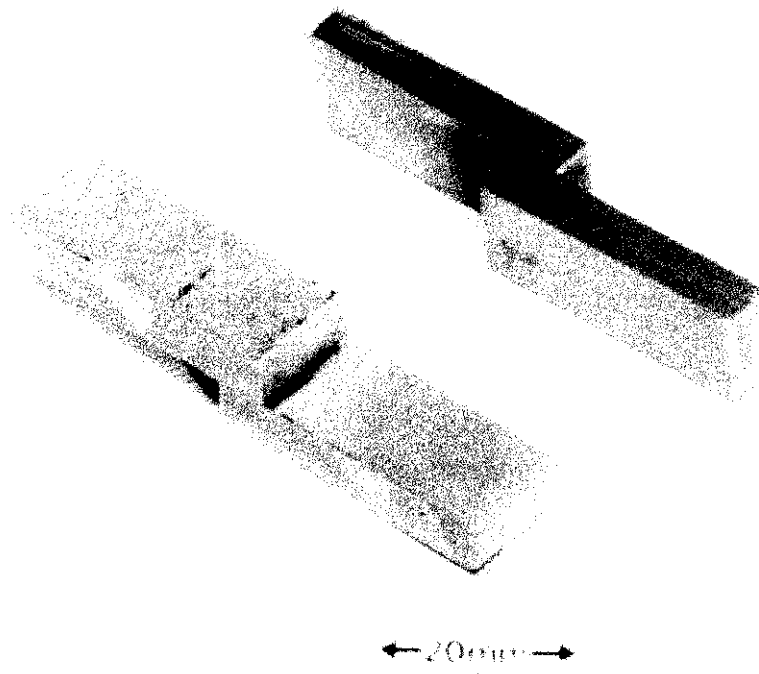
Tabla III.7 Dimensiones de las probetas metalográficas

Aleación	a (mm)	l (mm)	e (mm)
AA 2124/SiC/12,5w	5	12	10
AA 2014/SiC/13p	11	13	5
AA 6061/Al ₂ O ₃ /XXp	10	10	12

Tabla III.8 Dimensiones de las probetas de cizalladura

Aleación	L (mm)	2t (mm)	w (mm)	L/t (mm)
AA 2124/SiC/12,5w	5	10	10	1
	3	5	5,5	1,2
AA 2014/SiC/13p	3	3	13	2
AA 6061/Al ₂ O ₃ /XXp	6	12	30 (15)*	1
AA 6061/Al ₂ O ₃ /XXp	5	12	10	0,83

*Las probetas que se soldaron tenían una anchura de 30mm. Una vez soldadas, se dividieron en 2, de forma que se obtuvieron dos probetas iguales, una de las cuales se sometió a tratamiento térmico postsoldadura antes del ensayo mecánico y la otra no. De esta forma, se aseguraba que ambas probetas habían recibido un mismo ciclo de soldadura. En la fig. III. 6 se observan las probetas una vez cortadas.

**Fig. III.6** Probetas de cizalladura de AA 6061/Al₂O₃/XXp soldadas con AA8090

Las dimensiones de las probetas destinadas a los ensayos de cizalladura se eligieron basándonos en trabajos anteriores. Se seleccionó la probeta a solape simple, ya que es empleada por un gran número de autores. Según Dunford y Partridge (194), para poder medir la resistencia de la unión soldada, es esencial que la rotura se produzca a través de la intercara, ya que la rotura en el material base sólo proporciona información sobre el diseño de la unión.

Para poder obtener valores reproducibles de resistencia a cizalladura y para asegurar que el fallo se produce a través de la intercara, es necesario utilizar valores de solape (L) pequeños. Bushby y col. (204) indican que los valores de resistencia de las uniones de materiales compuestos, soldadas por difusión, disminuyen al aumentar la relación L/t (Longitud de solape/espesor de la chapa) y que se mantienen prácticamente constantes para un valor de $L/t \approx 0,9$. Este efecto ha sido analizado en estudios de soldadura por difusión de distintas aleaciones de aluminio. Dunford y col. (232) consideran que es debido a que, cuanto mayor es la relación L/t , mayor es la componente de desgarro en el proceso de fractura y que sólo para longitudes de solape < 3 mm, existe un único modo de rotura. En otro estudio realizado por Partridge y col. (233) se concluye que los espesores óptimos para asegurar la rotura por la intercara oscilan entre 0,6 y 0,8 veces t y que, por encima de 1,25 veces t , el mecanismo de fractura ya no es el de cizalladura sino el de desgarro.

En el caso de los ensayos realizados con AA 2014/SiC/13p, la relación L/t es igual a dos. Este es un valor que quizá resulte excesivo, ya que puede introducir componentes de desgarro en el modo de fractura, como acabamos de discutir. Los factores que condicionaron esta elección fueron el pequeño espesor de chapa (1,5-2 mm) y el hecho de que es muy difícil realizar una soldadura con solapes inferiores a 3 mm. Si se hubiera respetado la relación L/t utilizada anteriormente, las longitudes de solape deberían haber sido menores de 2 mm, lo que en la práctica resulta muy difícil de conseguir.

Las chapas, una vez cortadas, fueron sometidas a un proceso de preparación superficial para facilitar su soldadura por difusión, ya que, como se ha indicado en II.2.2.4.2, el estado de

la superficie es una variable muy importante durante el proceso de unión. La secuencia de pasos seguidos en dicha preparación fue la siguiente:

- a) Desbaste para conseguir el grado adecuado de rugosidad y eliminar en parte la capa de alúmina formada. En primer lugar, se utilizó papel del 400, finalizando la operación con abrasivo del 600, con lo que se genera una rugosidad media R_a de 0,4 μm .
- b) Limpieza con agua a presión para eliminar los restos de abrasivo, seguida de un secado con alcohol para eliminar la humedad.
- c) Decapado con Turco Smut Go n°4 (desoxidante comercial para el aluminio) durante 10 minutos en ultrasonidos para eliminar, en la medida de lo posible, la capa de alúmina superficial. Las probetas de AA6061/Al₂O₃/XXp soldadas con AA8090 se decaparon siguiendo la secuencia que se detalla a continuación (234):

Inmersión en NaOH al 5% a 70°C durante 30 s.
Lavado con agua
Inmersión en HNO₃ concentrado a T_{amb} durante 30 s.

- d) Lavado con agua fría abundante e inmersión en acetona para evitar una oxidación excesiva durante el tiempo de montaje.

Debido a la elevada tendencia a la oxidación que presentan las aleaciones de aluminio, el ensayo de soldadura debe realizarse inmediatamente después de las operaciones de decapado. En los casos en que esto fue imposible, cuando se depositaron películas de plata como intermediario, las probetas se conservaron en un desecador en el que se hizo vacío con una trompa de agua.

La plata, que se utilizó como intermediario, también tiene tendencia a la oxidación pero, debido a que el óxido formado es inestable por encima de 190°C, no actúa como barrera de difusión ya que desaparece a las temperaturas de soldadura.

Finalizada la operación de preparación y limpieza superficial, se midió la rugosidad superficial, en el caso de las probetas de AA6061/Al₂O₃/XXp soldadas utilizando AA8090 como intermediario. Para ello se empleó un rugosímetro *AMS (Advanced Metrology Systems Ltd)* modelo *SURFCOM Surface Texture Measuring Instrument*.

Una vez medida la rugosidad, se procedió a la colocación sobre la intercara de unión de los correspondientes materiales intermediarios utilizados para facilitar la soldadura. Se aplicaron dos tipos de intermediarios con dimensiones muy dispares:

-**Intermediarios laminares** obtenidos por laminación en frío y/o desbaste mecánico de las chapas del material intermediario (Al-Si, Supral 100 y plata). En estos casos, los espesores oscilaban entre 150 μm y 20 μm , según el tipo de material, tal y como anteriormente se ha indicado.

Con los intermediarios de aluminio, se siguió un proceso de preparación superficial semejante al de los materiales compuestos. Los intermediarios laminares de plata también siguieron el mismo esquema de limpieza pero, por supuesto, sin el paso final de decapado.

-**Intermediarios depositados por evaporación** sobre las superficies del material compuesto. Este método se empleó exclusivamente en el caso de la plata. Se trabajó con espesores variables de entre 1 μm y 3 μm , depositados sobre una o ambas superficies de soldadura.

Para depositar los recubrimientos de plata, se utilizó un evaporador *Edwards*. Este modelo posee una cámara de vacío en la que se sitúan las probetas que se van a recubrir. La plata que se va a depositar se sitúa en una cesta de wolframio, por la que se hace circular corriente eléctrica. El calentamiento producido por efecto Joule hace que la plata se evapore. Cuando el vapor de plata entra en contacto con la superficie fría de la probeta, condensa y se deposita sobre ella. Mediante el control del tiempo de depósito y de la corriente aportada, se puede prefijar el espesor de metal depositado.

III.3.3.- Ensayos de soldadura por difusión.

Una vez preparada la superficie según el proceso indicado y montada la probeta siguiendo los esquemas de las figuras III.4 y III.5, se realizaron los ensayos de soldadura. Para ello se emplearon dos tipos de horno distintos:

- a) Un horno de vacío *Edwards* modelo *RH/M 1200*. Este mismo equipo ha sido ya utilizado en trabajos anteriores (235)(236), donde se describen con detalle sus características y componentes. El sistema de calefacción de este horno está formado por una resistencia de Cantal. El sistema de vacío del horno consta de una bomba rotatoria y una difusora con las que se pueden alcanzar niveles de vacío en el interior de la cámara de 10^{-4} Pa. En la figura III.7 se muestra un esquema de dicho equipo.

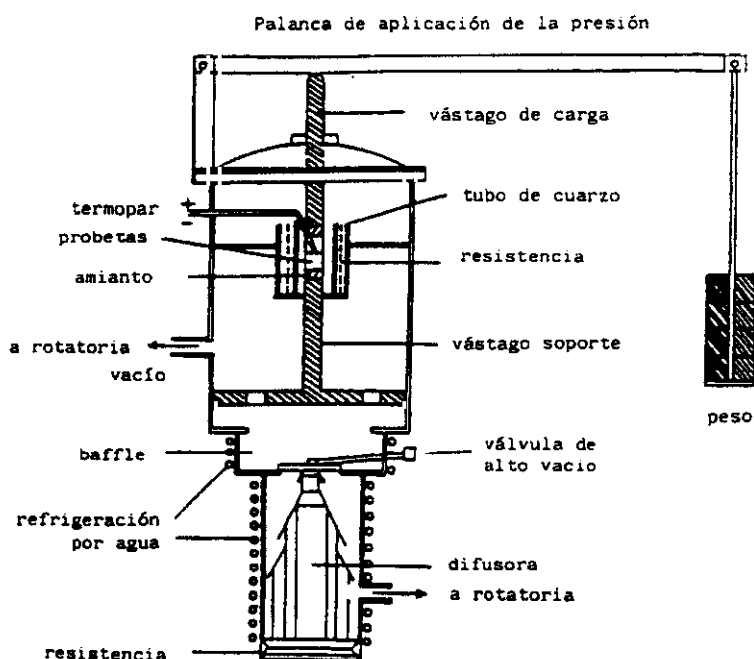


Fig. III.7 Esquema de la sección del horno empleado

Las probetas que se van a soldar se sitúan entre dos piezas de acero para evitar que se desplacen durante el ciclo de soldadura y se colocan en el interior del sistema calefactor de la cámara de vacío del horno. A una de estas piezas se le suelda por descarga de condensadores, próximo al área de unión de las probetas, un termopar, con el fin de poder

conocer en todo momento la temperatura de la probeta y controlar el ciclo térmico. Para ello se emplearon dos tipos de reguladores de temperatura:

1. Para los ensayos con AA 2124/SiC/12,5w, se utilizó un regulador *Rockwell AIM 65*. Utilizando este sistema, la temperatura se desviaba 10 °C durante los primeros momentos (5 min) del ensayo, debido a la inercia del horno. El error en la medida de la temperatura en el resto del ciclo era ± 5 °C.
2. Posteriormente, se instaló en el horno un regulador *Conatec 4800* que proporcionaba una mayor precisión y que se utilizó en la soldadura de AA2014/SiC/13p y AA6061/Al₂O₃/XXp. La desviación por la inercia del horno en los primeros instantes de ciclo de soldadura se redujo a +5°C, mientras que durante el resto del ciclo la desviación sobre la temperatura fijada se reducía a ± 3 °C.

Sobre la probeta, se aplica presión mediante un sistema de palanca. A la hora de calcular la carga aplicada, hay que tener en cuenta la succión que se produce sobre el vástago, debido al vacío que existe en la cámara del horno. Este efecto ha sido ya calculado en trabajos previos (213).

- b) Un horno de inducción de potencia 6 KW, con un sistema de vacío semiautomático consistente en una rotatoria y una difusora, con un controlador *Edwards Controller 2011* con el que se alcanza un vacío 10^{-3} Pa. El horno está dotado de un sistema de aplicación de presión hidráulica que alcanza 9,81 kN. La carga aplicada se mide mediante una célula de carga de 100 N. El sistema esta dotado con un regulador *NovaTech* que mantiene la carga constante durante el ensayo, aunque varíen las dimensiones de la probeta. El horno está dotado de un registrador gráfico *Yokogama Hokushin Electric (YEW) modelo 3081* que recoge la evolución del proceso de soldadura (Temperatura, presión, deformación, vacío) frente al tiempo. Este horno ha sido diseñado y construido por The Welding Institute (TWI), Reino Unido. La muestra se sitúa entre dos piezas de acero de las que se separa por una hoja de grafito. Estas piezas, sobre las que se aplica la presión, miden un par de milímetros

más que la probeta que se suelda ($13 \times 13 \text{ mm}^2$). En la figura III.8 se puede ver una fotografía de este horno.

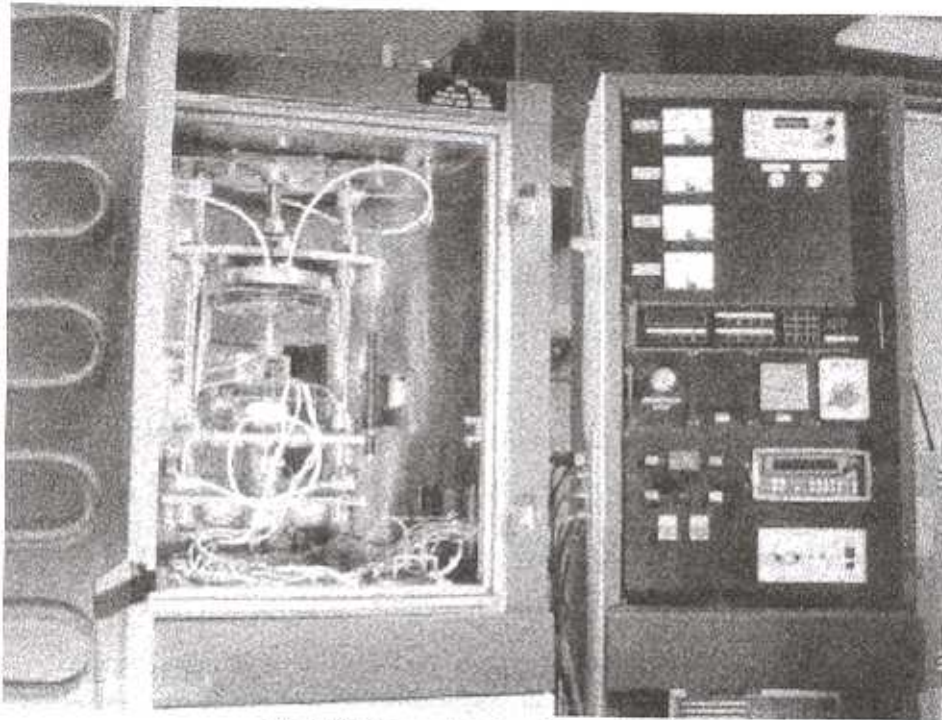


Fig. III.8 Horno de inducción empleado

III.3.3.1.- Ciclos de soldadura

En la soldadura por difusión, la temperatura es una de las variables más importantes, como ya hemos explicado (Ver II.2.2.2). Para conseguir las mejores propiedades posibles de la soldadura, se han empleado los ciclos de temperatura que se representan en la figura III.9. En estos ciclos, se considera tiempo de soldadura (t_s), al comprendido entre t_1 y t_2 , es decir, sin incluir los periodos invertidos en los procesos de calentamiento y de enfriamiento. Durante este tiempo se aplica a las probetas una presión P_s . En los primeros ensayos se utilizó el ciclo 1, pero este ciclo provocaba una cierta inercia térmica que hacía que durante los primeros instantes del periodo de mantenimiento a la temperatura de soldadura, el control de la misma no fuese muy preciso. Por ello, se diseñó el ciclo 2 que, al ralentizar el calentamiento durante los últimos cinco minutos, evita este efecto. El ciclo 2 consta de una etapa de calentamiento dividida en dos rampas. En la primera, más acusada, se sube desde temperatura ambiente hasta veinte grados por debajo de T_s . En la segunda, más lenta, se aumenta la temperatura estos veinte últimos grados en 5 minutos.

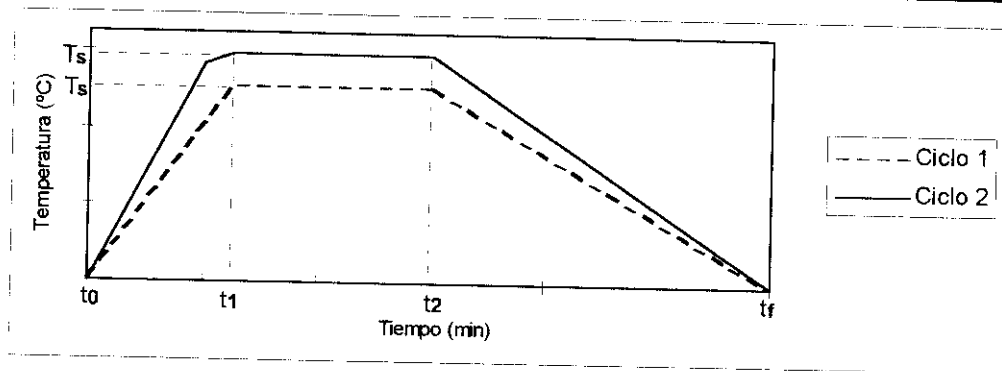


Fig. III.9 Ciclo de soldadura T-t

Como ya se ha indicado, uno de los objetivos de este trabajo era establecer las condiciones (T, t y P) adecuadas para la obtención de uniones resistentes. Para ello, se ensayaron distintas combinaciones de condiciones de soldadura que se resumen en la siguiente tabla:

Tabla III.9 Ensayos de soldadura para observación metalográfica

Material compuesto	Intermediario	Presión (MPa)	T _s (°C)	t _s (min.)
AA2124/SiC/12,5w	AA 8090	6	490-510	60
		3	480-510-530	60
	Supral 100	6	490-510	60
		3	490-510-530	60
	Plata lámina	3	490-510	60
	Plata (2 μm)	6	490	60
AA 2014/SiC/13p	AA 8090	6	520	60
		3	500-520	60
	Plata (3 μm 1 cara)	6	480	60
		3	500-520	60-120
AA 6061/Al ₂ O ₃ /10p	AA 8090*	6-3	500-520-530	60-30-10
AA 6061//Al ₂ O ₃ /20p		6-3	500-520-530	60
AA 6061//Al ₂ O ₃ /XXp	AA 4047	1	580-590	30

*En el caso de los materiales AA6061/Al₂O₃/XXp, además de los ensayos realizados utilizando la aleación AA 8090 como intermediario, se realizaron uniones heterogéneas directas entre chapas de esta aleación y chapas de material compuesto, con objeto de estudiar detalladamente la intercara de unión que se forma entre estos dos materiales.

Una vez estudiadas metalográficamente, las uniones se caracterizaron mecánicamente. Para ello se soldaron probetas de cizalladura en las condiciones que se indican en la siguiente tabla:

Tabla III.10 Ensayos de soldadura para ensayos mecánicos

Material compuesto	Intermediario	Presión (MPa)	T _s (°C)	t _s (min.)
AA2124/SiC/12,5w	AA 8090	3-1,5	510-530	60
	Supral 100	3	490-510	60
	Plata (3 μm 1 cara)	6	490	60
		3	510	60
AA 2014/SiC/13p	AA 8090	6-3	500-520	60
	Plata (3 μm 1 cara)	3	500-520	60
AA 6061/Al ₂ O ₃ /XXp	AA 8090	6-3	500-520-530	60
	AA 4047	1	580-590	30

III.3.3.2.- Tratamientos térmicos post-soldadura

Las aleaciones matriz de los cuatro materiales compuestos ensayados tienen la propiedad de poder recibir tratamientos térmicos de solubilización y envejecimiento artificial. Como

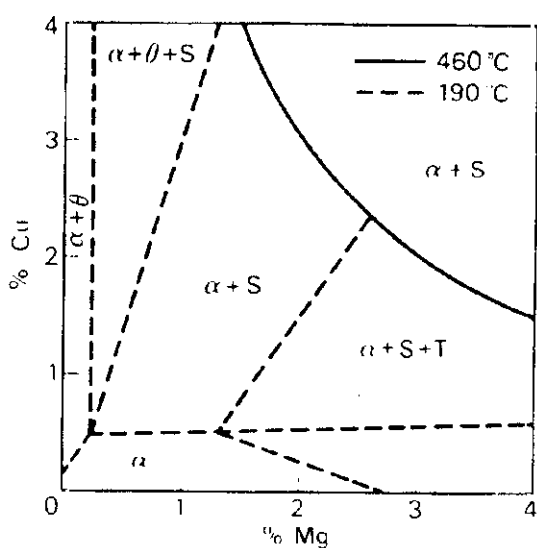


Fig. III.10 Sección del diagrama ternario Al-Cu-Mg a 460°C y 190°C (θ = Al₂Cu, S = Al₂CuMg, T = Al₆CuMg₄)

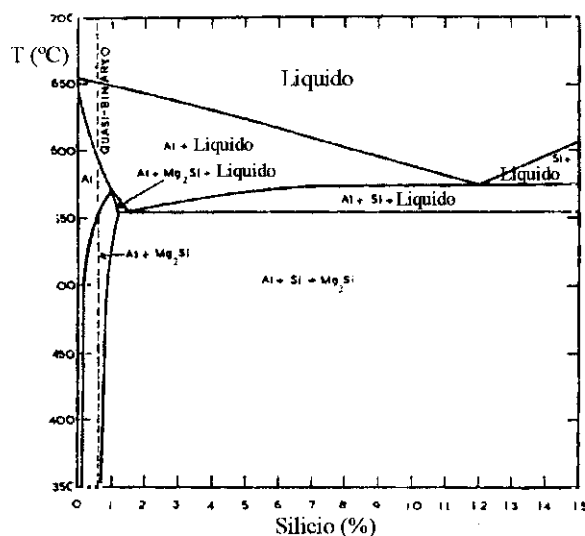


Fig. III.11 Sección vertical del diagrama ternario Al-Mg-Si (1% Mg)

ya se ha comentado, éste es uno de los métodos empleados para aumentar la resistencia de los MMCs. En las figuras III.10 y III.11, se muestran los diagramas ternarios Al-Cu-Mg y Al-Mg-Si que corresponden a los dos tipos de aleaciones matriz (serie 2XXX y 6XXX). Las secuencias de precipitación de ambos sistemas, que ya se han discutido con detalle en el apartado II.1.6, se pueden ver resumidas en la tabla III.11.

Tabla III.11 Procesos de precipitación de las aleaciones matriz

Aleación	Precipitados	Observaciones
Al-Cu-Mg	Zonas GP (Cu, Mg)	En $\langle 100 \rangle_{\alpha}$. Se forma muy rápidamente en el envejecimiento a elevada temperatura.
	S' (Al ₂ CuMg ortorrómbica)	Semicoherente y nucleada en las dislocaciones. Se forma en $\{210\}_{\alpha}$ a lo largo de $\langle 001 \rangle_{\alpha}$.
	S (Al ₂ CuMg ortorrómbica)	Fase de equilibrio incoherente, probablemente transforma desde S'. Se pueden formar también los precipitados del sistema Al-Cu en composiciones con elevado porcentaje de Cu y poco Mg.
Al-Cu-Mg-Si	Zonas GP	Nuclea tanto homogéneamente como sobre vacantes.
	λ' (Al ₅ Cu ₂ Mg ₈ Si ₅)	Fase metaestable semicoherente. Crece en forma de agujas hexagonales en $\{100\}_{\alpha}$ con una relación de orientación $\{210\}\lambda' \parallel \{100\}$ y $\{100\}\lambda' \perp \{100\}$. Crece sobre los lugares que dejan al disolverse las zonas GP.
	θ' (Al ₂ Cu tetragonal)	Semicoherente. Nucleada independientemente en las dislocaciones. Crece en $\{100\}_{\alpha}$ en forma de placas.
	λ (Al ₅ Cu ₂ Mg ₈ Si ₅)	Fase de equilibrio hexagonal (Parámetros de red $a=10,3\text{Å}$ y $c=4,04\text{Å}$). Crece en forma de agujas hexagonales en $\{100\}_{\alpha}$.
	θ (Al ₂ Cu tetragonal centrada en el cuerpo)	Fase de equilibrio incoherente. Nuclea en la superficie de θ' .
Al-Mg-Si	Zonas GP	Fase coherente esférica
	β'' (Mg ₂ Si)	Fase metaestable coherente que precipita homogéneamente en forma de agujas
	β' (Mg ₂ Si)	Semicoherente y acicular
	β (Mg ₂ Si)	Fase de equilibrio incoherente que crece en forma de placas a partir de la fase metaestable β' por engrosamiento lateral.

Para conseguir unas propiedades óptimas de la unión, se requiere la aplicación de un tratamiento térmico postsoldadura. Para estudiar el efecto que este tratamiento tiene sobre la microestructura de las uniones, las probetas destinadas a metalografía obtenidas en cada una de las condiciones de soldadura se cortaron en dos trozos. Uno se observó en estado solubilizado o en estado envejecido y otro no recibió ningún tipo de tratamiento térmico posterior a la soldadura.

El tratamiento térmico aplicado constó de tres pasos: solubilización, temple en agua-hielo y envejecimiento (en la mayoría de los casos). A veces no se aplicó el tratamiento de envejecimiento. Durante este tratamiento, los precipitados que se forman son semicoherentes, y, por tanto, de un tamaño muy pequeño, por lo que sólo se pueden observar por microscopía de transmisión. La temperatura de tratamiento es demasiado baja como para promover cualquier otro fenómeno que afecte de forma importante a la microestructura.

Tabla III.12 Tratamientos térmicos post-soldadura

Aleación	T_{solubilización} (°C)	t_{solubilización} (h)	T_{envejecimiento} (°C)	t_{envejecimiento} (h)
AA2124/SiC/12,5p	500	2-8	190	16-8
AA2014/SiC/13p	500	5	190	8
AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp	525	2	190	8
	560	2	175	10*

* Condiciones de tratamiento suministradas por DURALCAN

En el caso de los materiales de matriz de la serie 2XXX, estas condiciones se eligieron a partir de las indicadas en la bibliografía para la matriz no reforzada (226) y para algunos materiales compuestos semejantes (237)(238), teniendo en cuenta que la presencia del refuerzo produce una aceleración de la cinética de envejecimiento (Ver II.1.7). En el caso del material AA 6061/Al₂O₃/XXp, las condiciones de tratamiento térmico fueron suministradas por el fabricante, aunque, cuando se soldó con AA8090, se aplicaron las condiciones correspondientes al intermediario y no al material compuestos, ya que la temperatura de solubilización de este último era demasiado elevada y hubiera fundido

parcialmente al intermediario durante la solubilización. Por ello, es posible que parte de los precipitados de fase β presentes en la matriz quedaran sin disolver. Para comprobar la bondad de este tratamiento, se realizaron ensayos de microdureza Vickers, en la matriz.

Para el tratamiento de solubilización, se utilizó un horno de mufla Carbolite modelo *EML 11/2*, mientras que, para el tratamiento de envejecimiento, se utilizó un baño termostático *Tectron-34733200*, con baño de silicona de alta temperatura. Para evitar la oxidación de la zona soldada durante el proceso de solubilización y para evitar pérdidas de elementos del intermediario como Li o Ag por oxidación, se utilizó un horno en el que se realizó vacío de rotatoria (1 Pa) y se inyectó argón para formar una atmósfera protectora

En el caso de los tratamientos postsoldadura de las aleaciones AA 6061/ Al_2O_3 /XXp, soldadas utilizando AA 8090 como intermediario, para ambos tratamientos, se utilizó un horno de mufla tubular Carbolite modelo *STF 16.75* con un controlador *Eurotherm 902P*, en el que se logró una atmósfera de argón, insuflando una corriente de 5 l/min de este gas. En la figura III.12 se puede ver una fotografía de este horno.

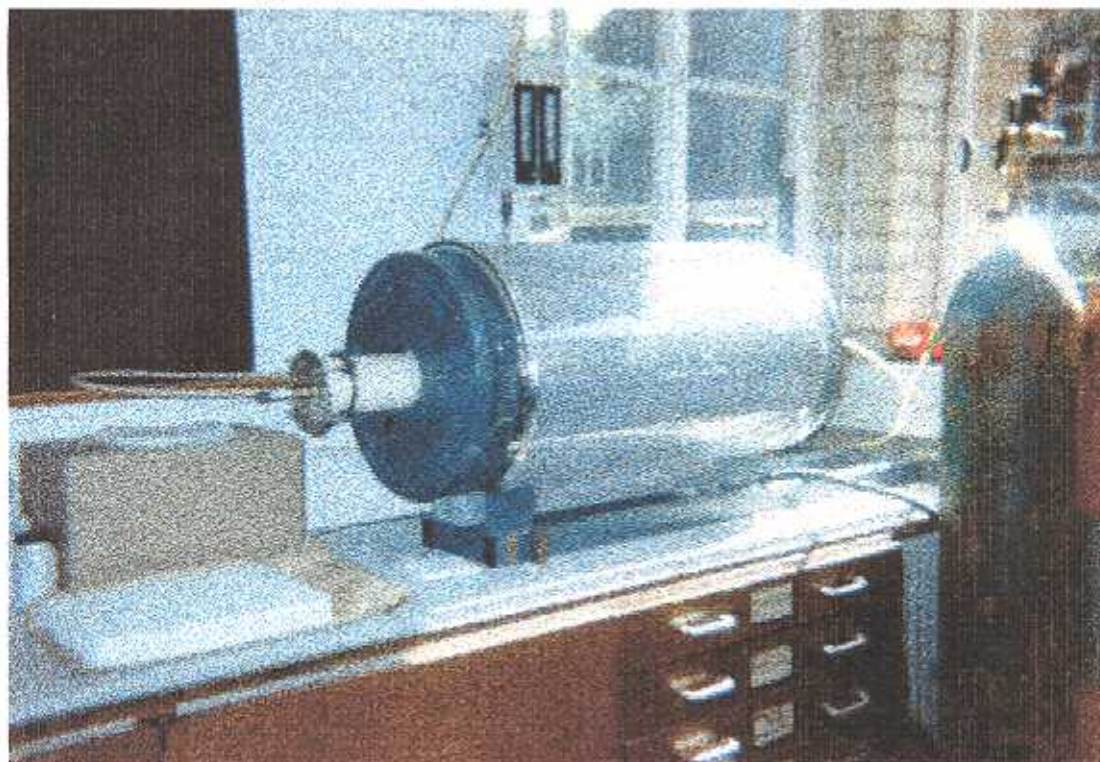


Fig. III.12 Horno de tratamientos térmicos

III.4.- Ensayos de soldadura fuerte**III.4.1.- Selección de los aportes.**

En primer lugar, se realizó una preselección de las aleaciones convencionales y aportes comerciales que podían ser utilizados para la soldadura de las aleaciones de aluminio (Tabla III.13). Se aplicaron tres criterios de selección:

1. La temperatura de fusión del aporte debía encontrarse por debajo de la temperatura de solidus del material que se iba a soldar (Tabla III.14).

Tabla III.14 Temperaturas de solidus de los materiales compuestos (226)

Material	AA2014/SiC/XXp	AA6061/Al₂O₃/XXp	AA7005/Al₂O₃/10p
T_{solidus} (°C)	510	582	604

Debido a que existe una gran diferencia entre la temperatura de solidus de los materiales AA2014/SiC/XXp, y la de AA6061/Al₂O₃/XXp y AA7005/Al₂O₃/10p, se seleccionaron dos grupos de aportes, unos puramente de soldadura fuerte y otros cuya temperatura de fusión los acerca a la soldadura blanda a alta temperatura. Como se detalló en la introducción, ambos tipos de soldadura son muy semejantes en sus fundamentos y se distinguen básicamente por la temperatura de fusión de los aportes que se utilizan y por la resistencia de la unión formada. Se establece una separación teórica entre ambos a 450°C.

Los aportes Zn-Al presentan una temperatura de fusión intermedia entre los aportes considerados típicamente de soldadura blanda (base Sn) y los de soldadura fuerte (como Al-Si), así como una resistencia también intermedia. Por ello, se encuentran en el límite que separa ambos tipos de soldadura y pueden ser considerados tanto de soldadura fuerte a baja temperatura como de soldadura blanda a alta temperatura. Por simplicidad, durante este desarrollo experimental se hablará de

soldadura fuerte, pero hay que tener siempre en consideración los hechos que acabamos de indicar.

2. El intervalo de fusión debía ser lo más estrecho posible, es decir, su composición debía aproximarse a la eutéctica. La mojabilidad varía de forma importante con este parámetro, ya que las aleaciones cuya composición se encuentra alejada de la eutéctica comienzan a mojar antes de encontrarse totalmente fundidas, por lo que fluyen peor y su comportamiento es viscoso.
3. Su composición debía ser compatible con la de los materiales compuestos que se querían soldar.

Una vez realizada la preselección, se sometieron los posibles aportes a ensayos de Análisis Térmico Diferencial (ATD) para determinar sus temperaturas e intervalos de fusión y elegir el más adecuado para los requerimientos establecidos.

III.4.1.1.- Ensayos de análisis térmico diferencial (ATD)

En este tipo de análisis, se estudia el calor absorbido o emitido por un sistema midiendo la diferencia de temperatura entre esta sustancia y un material de referencia térmicamente inerte, cuando la sustancia y el patrón se someten a un ciclo controlado de calentamiento/enfriamiento (239). Una de las aplicaciones más importantes de este ensayo es la obtención de diagramas de fases y el estudio de la transición entre ellas. Aunque puede extraerse mucha información de este tipo de técnica, en esta investigación se utilizó exclusivamente para determinar con precisión el intervalo de fusión de los aportes.

Este ensayo se llevó a cabo con 2 g. de material. El equipo empleado para la determinación de los intervalos de temperatura fue *SEIKO TG/ATD 320 SSC5200*. De los resultados obtenidos en los ensayos de ATD se eligió finalmente el aporte AA4047 (BAISi-4) para realizar la soldadura de los tres materiales compuestos con refuerzo de alúmina y los

aportes Zn-3Al, Zamak 3 (AG40A) y Zamak 5 (AG41A) para los materiales con refuerzo de carburo de silicio.

Tabla III.13. Composiciones de los aportes preelegidos.

AA 6061/Al₂O₃/XXp		AA 7005/Al₂O₃/10p					
Aporte	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Al
2561	9-10,5	0,7-1,0	1,0-1,6	0,5	0,55-0,6	-	REM
AWS BAlSi4 (AA4047)	12,0	0,8	0,30	0,15	0,10	0,20	REM
X-Ergón 242	Varilla con fundente incorporado						
X-Ergón Alubond 243	Aleación base Zn						
AA 2014/SiC/XXp							
Aporte	Si	Fe	Cu	Mg	Zn	Al	
X-Ergón 283	Aleación base Sn (Fundente incorporado)						
Castolín 1827	Sn, Al, Fe						
AS6U3	6	-	3	-	-	-	REM
Castolín 2521	13,6	0,7-0,8	1,0	-	-	-	REM
Castolín Zn-Al	-	-	-	-	-	3	REM
Zamak 3 (AG40A)	-	-	0,62	-	0,04	REM	4,73
Zamak 5 (AG41A)	-	-	0,89	-	0,04	REM	3,9

A continuación se describen algunas de las propiedades de estos aportes. Conocerlas es importante ya que, como los aportes suelen ser aleaciones de baja resistencia, marcarán el tope máximo de la resistencia mecánica de la unión.

La aleación AWS-BAlSi4 (AA 4047), denominada por el fabricante Castolin 190, se comercializa como aporte para la soldadura fuerte del aluminio y sus aleaciones, tanto con soplete como con horno. Contiene un elevado porcentaje de silicio, por lo que su composición se encuentra muy cerca de la eutéctica (12,6% Si), es decir, su intervalo de fusión es reducido. Esto hace que su fluidez sea elevada por lo que tiene una buena penetración en juntas. Se proporciona desoxidada por tratamiento con Na. Fue suministrada por Castolín + Eutectic S.A. en forma de varillas de 2 mm de diámetro.

El aporte Zn-3Al, que se fabrica comercialmente para la soldadura blanda a alta temperatura de aleaciones de aluminio, fue suministrado por el mismo fabricante, en forma de varilla de 2 mm de diámetro, mientras que las aleaciones Zamak 3 y 5 (AG40A y AG41A) se obtuvieron en forma de lingotes, en el estado de colada. En la siguiente tabla se resumen algunas de las propiedades físicas y mecánicas de estos materiales.

Tabla III.15 Propiedades de los aportes

Aporte	$\sigma_{\text{máx.}}$ (MPa)	T_{solidus} (°C)	T_{liquidus} (°C)
AA 4047 (BAISi-4)*	180	-	610
Zn-3Al (226)	30,04	-	-
Zamak 3 (AG40A) (226)	28,3	381	387
Zamak 5 (AG41A) (226)	32,8	380	386

* Datos indicados por el fabricante

III.4.2. Fundentes

Se utilizaron dos fundentes

1. El denominado comercialmente 190 por el fabricante, Castolín + Eutectic S.A. Su composición es una mezcla de cloruros higroscópicos. Se suministra en forma de polvo que, para su utilización, hay que mezclar con agua destilada o desionizada. Este decapante se emplea en la soldadura fuerte de aleaciones de aluminio y se utiliza con aleaciones de aporte Al-Si, serie 4XXX (como AA4047). Su intervalo de actividad se sitúa entre 500 y 660°C. Se utilizó con el aporte AA4047 (BAISi-4) y con Al-3Zn.

Al estar compuesto por cloruros, puede provocar el deterioro posterior de la unión por corrosión si no se elimina bien, por lo que es importante la limpieza de la muestra o pieza después de la soldadura. Durante esta investigación, la limpieza de

los materiales soldados utilizando este fundente se realizó con agua corriente y un cepillo, después de cada ensayo.

2. El fundente 1033 fabricado por la casa Castolín + Eutectic S.A. para la soldadura de aleaciones de aluminio. Puesto que la composición no fue suministrada, se realizó un análisis por EDS del residuo seco y se comprobó que está constituido principalmente por cloruros de Na y Ca. Al igual que el anterior, se suministra en forma de polvo que hay que mezclar con agua destilada para su aplicación. Se utilizó con los aportes Al-3Zn, Zamak 3 (AG40A) y Zamak 5 (AG41A).

III.4.3. Ensayos de mojabilidad. Soldadura en horno.

Para determinar el comportamiento frente a la soldadura fuerte de los aportes seleccionados cuando se sueldan materiales compuestos, se escogió el **ensayo de mojado o de formación de la gota** (Drop Formation Test) (240)(241). Este ensayo fue diseñado para determinar la mojabilidad del aporte sobre la superficie preparada del material base, en este caso los MMCs, así como su dependencia con la temperatura, composición de la matriz y/o porcentaje de refuerzo en el material compuesto. Consiste en la colocación de una cantidad fija de aporte, junto con el fundente correspondiente, sobre la superficie de una probeta de material base. No está normalizado pero se puede obtener una serie de índices que son útiles a efectos comparativos.

Para asegurar el empleo del mismo volumen de aporte en todos los ensayos y la utilización de la misma superficie inicial (A_0 = área ocupada por aporte antes de su fusión), se cortaron porciones de una longitud L de la varilla de aporte. Estas porciones se conformaron posteriormente en forma circular tal y como se aprecia en la figura III.13. En el caso de las aleaciones Zamak 3 y 5 (AG40A y AG41A), de las que se disponía de un lingote, se pesó una cantidad fija de material cortado de forma que las dimensiones fueran aproximadamente siempre las mismas. En la tabla III.16 se indican las dimensiones de aporte empleadas.

Se empleó para los ensayos un horno de mufla *Carbolite modelo EML 11/2* y una *placa calefactora* con una potencia de 1200 W, rodeada por ladrillos refractarios. Por tanto, las condiciones del ensayo son semejantes a las de una soldadura fuerte en horno. El calentamiento se produce por la parte inferior de la probeta y la zona de la gota queda expuesta a la atmósfera. Éste es un hecho importante, como luego se discutirá. La medida de la temperatura de operación se realizó a partir de un termopar, tipo K, de Chromel-Alumel (con un error de $\pm 5^\circ\text{C}$), en contacto directo con la superficie de una probeta de referencia.

Tabla III.16 Dimensiones de los aportes

Aporte	ϕ (mm)	L (mm)	A_0 (mm ²)	m (gr)
AA4047 (BA1Si-4)	2	10	8	0,08
Zn3Al	2	8	5	0,19
Zamak 3 y 5 (AG40A y AG41A)	-	-	10	0,2

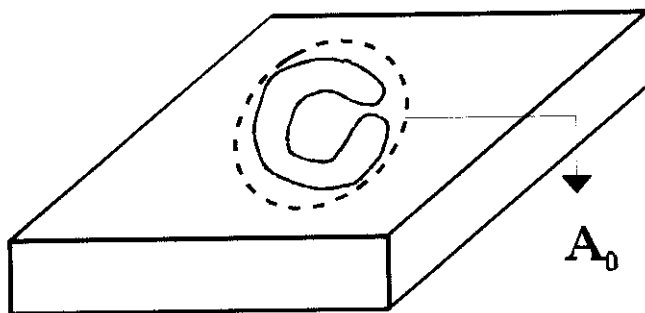


Fig. III.13 Diseño de probeta para ensayo de mojabilidad

Las probetas de material compuesto y aleación matriz, en el caso en que se disponía de ella, empleadas para este tipo de ensayo fueron cortadas con las dimensiones que se indican en la siguiente tabla.

Tabla III.17 Dimensiones de las probetas para el ensayo de mojabilidad

Aleación	e (mm)	a (mm)	l (mm)
AA 6061/Al ₂ O ₃ /XXp	6	15	15
AA7005/Al ₂ O ₃ /10p			
AA2014	2	11,2	12,5
AA2014/SiC/XXp			

Con anterioridad a la realización del ensayo de mojabilidad, en cada caso, las superficies de las probetas fueron preparadas adecuadamente para facilitar el mojado y la propagación del aporte, ya que el estado superficial es una variable muy importante durante el proceso de unión. La secuencia de pasos seguidos en dicha preparación fue la misma que en el caso de las probetas de soldadura por difusión indicada en III.3.2. Es importante cuidar de que la superficie se encuentre desengrasada, por lo que el paso de limpieza con acetona es fundamental.

Debido a la elevada tendencia a la oxidación que presentan las aleaciones de aluminio, los ensayos de mojabilidad y soldadura deben realizarse inmediatamente después de las operaciones de decapado. Para proteger las probetas, facilitar el manejo y evitar que el fundente o el aporte pudieran desplazarse durante el ensayo las probetas se colocaron dentro de una caja metálica.

Como variable fundamental se seleccionó la temperatura de mojado (T_m). Las probetas se calentaron desde temperatura ambiente hasta la temperatura de ensayo a una velocidad de 30 °C/min, se mantuvieron a esa temperatura durante el tiempo de mojado (t_m) y se dejaron enfriar en horno y, en ocasiones, al aire. Para asegurar que las condiciones de ensayo fueran las mismas para todos los materiales, para cada temperatura de mojado se trató conjuntamente una muestra de cada MMC. Las condiciones de los ensayos realizados vienen recopiladas en la Tabla III.18.

Tabla III.18. Condiciones del ensayo de mojabilidad.

Material	Aporte	t _m (min.)	T _m (°C)
AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp AA7005/Al ₂ O ₃ /10p	AA4047 (BAISi-4)	10	550-570-580-590-625
AA2014	Zn-3Al	5-10	450
AA2014/SiC/XXp	Zamak 3 (AG40A)	5	425-440-450
	Zamak 5 (AG41A)	5	430-440

Así mismo, en el caso de los materiales AA 2014/SiC/XXp, se realizaron ensayos de mojabilidad con los tres aportes utilizando, como método de calentamiento, la llama (soplete de gas: oxibutano) por el mismo proceso que los ensayos de solape a la llama, que describiremos posteriormente.

Una vez terminado el ensayo, se midieron los siguientes parámetros:

A_w : Área final de mojado. Se midió sobre macrografías de las superficies de mojado.

α : Ángulo de mojado. Se realizó una corte perpendicular de las probetas. El ángulo se determinó como la media de dos medidas realizadas a ambos lados de la gota solidificada.

Para evaluar la mojabilidad a efectos comparativos se calcularon dos índices:

WI : Índice de mojabilidad. Se define como el área cubierta por el material de aporte, multiplicado por el coseno del ángulo de contacto entre el material base y el material de aporte. Tiene en cuenta las dos variables medidas (242).

$$WI = A_w \times \cos \alpha. \quad [28]$$

S_r : Índice de extensión de la gota. Mide la capacidad del aporte de cubrir el material (243). Se define como el cociente entre el área mojada por el aporte fundido y el área inicial ocupada por el anillo de aporte (A₀).

$$S_r = \frac{A_w}{A_0} \quad [29]$$

Una vez medidos los valores de mojabilidad, se procedió al estudio metalográfico de las gotas de aporte solidificadas y de la zona de intercara baño fundido/MMC, mediante microscopia óptica (MO) y microscopia electrónica de barrido (SEM).

III.4.4.- Ensayos de soldadura fuerte en T

El objeto de estos ensayos era evaluar la capacidad de penetración en juntas del aporte sobre el material compuesto y estudiar metalográficamente las características de las intercara formadas. Este ensayo pretende reproducir de una manera controlada, pero lo más fielmente posible, un proceso de soldadura fuerte real. Para ello se diseñó el ensayo que se muestra en la figura III.14.

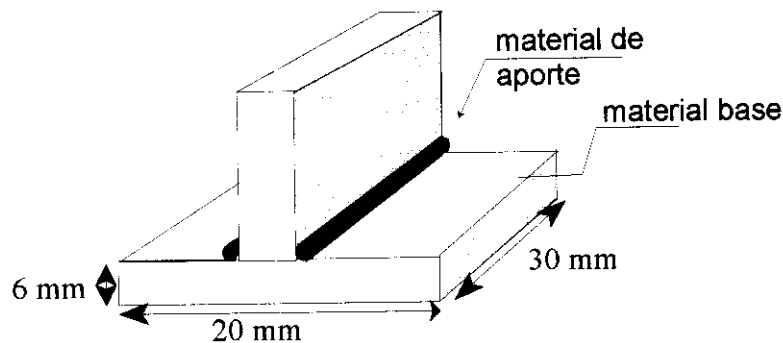


Fig. III.14 Probeta de soldadura en T

Una vez preparada la superficie del material tal y como se describió en el apartado III.3.2., se colocaron dos chapas de material compuesto según el montaje de la figura y se impregnó la zona de la superficie que se iba a unir con fundente. Se colocaron 20 mm de varilla de material de aporte AA4047 (BAISi-4) a ambos lados de la junta, como indica la figura III.14. Una vez colocado el aporte, se volvió a añadir una mínima cantidad de fundente encima del aporte para evitar la oxidación durante el ensayo. Para proteger el montaje durante el calentamiento, se introdujo en una cajita metálica. Es importante que el montaje no se mueva durante el calentamiento ya que la capacidad de penetración en juntas de un

aporte depende en parte de la anchura de la misma (244), por lo que este parámetro debe permanecer fijo durante el ensayo.

El calentamiento hasta la temperatura de soldadura se realizó en el mismo horno en el que se realizaron los ensayos de mojabilidad. Para conseguir un control de la temperatura lo más preciso posible y para asegurar que ésta era correcta, se soldó a la probeta un termopar tipo K, de Chromel-Alumel, con un error de medida de $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

El ciclo de soldadura al que se sometió a las probetas es análogo al de los ensayos de mojabilidad: calentamiento a $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$, mantenimiento a la temperatura de soldadura durante el tiempo indicado y enfriamiento lento en el horno, con la diferencia de que, una vez concluido el ensayo y solidificado el aporte, las probetas fueron templadas en agua. Las condiciones de los ensayos de soldadura fuerte en T, realizados sobre los tres tipos de materiales compuestos, se muestran en la tabla III.19

Tabla III.19. Ensayos de soldadura fuerte en T.

Material	t (min)	T ($^{\circ}\text{C}$)	Aporte	Fundente
AA6061/ Al_2O_3 /10p	5-10	600-605	AA4047	190
AA6061/ Al_2O_3 /20p	5	600-605-620	AA4047	190
AA7005/ Al_2O_3 /10p	5-10	600-605	AA4047	190

III.4.5.- Tratamientos térmicos postsoldadura.

Se realizó un tratamiento térmico de globulización a las uniones en T soldadas en las condiciones anteriormente citadas, con el objeto de modificar la estructura del baño fundido que une las piezas, para mejorar sus propiedades. Las condiciones del tratamiento de globulización fueron, para todas las uniones, temperaturas de $530 \pm 5^{\circ}\text{C}$ y tiempos de 24 horas, seguidos de temple en agua-hielo. El tratamiento se llevó a cabo en un horno de mufla, *Carbolite* modelo *EML 11/2*.

Este tratamiento no se corresponde con las condiciones del tratamiento de solubilización para estas aleaciones ($T_{AA6061/Al2O3/XXp} = 560^{\circ}C$ durante 2 h, $T_{AA70005/Al2O3/10p} = 482^{\circ}C$ durante 2 h seguido de temple en agua).

Para evaluar el efecto del tratamiento de globulización sobre la unión, se realizaron ensayos de microdureza sobre las probetas soldadas en T, con y sin tratamiento térmico. Las huellas de microdureza se realizaron a un lado y otro de la intercara de soldadura (hacia el material de aporte y hacia el material base), con lo que también se obtiene información de la interdifusión de elementos de aleación de la matriz y del aporte a través de la intercara de unión.

III.4.6.- Ensayos de soldadura fuerte a solape simple

La misión de estos ensayos era la de evaluar la capacidad de penetración o propagación del aporte en una junta y la realización de ensayos mecánicos posteriores a cizalladura, con el fin de evaluar la resistencia mecánica de las uniones. No obstante, hay que indicar que dichos ensayos mecánicos de cortadura no fueron realizados bajo norma (245), por lo que los resultados son meramente indicativos y sólo comparables entre sí. Tras el ensayo mecánico, se realizó un estudio fractográfico de las superficies de rotura para analizar cuáles habían sido los mecanismos de la misma.

El diseño de la probeta es muy semejante al detallado para las probetas de cizalladura de soldadura por difusión (III.3.2). Las características geométricas de estas probetas se recogen en la figura III.15 y en la tabla III.20.

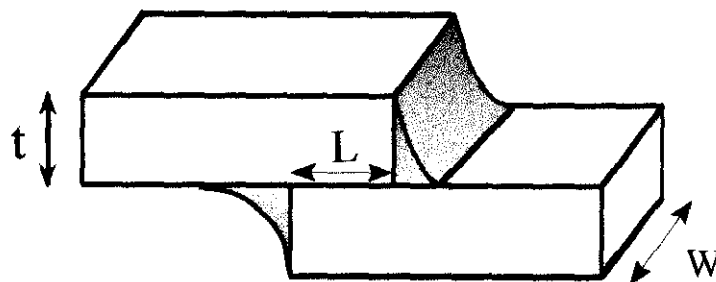


Fig. III.15 Probeta de solape simple

Tabla III.20 Medidas de las probetas de solape simple

Aleación	L (mm)	l (mm)	W (mm)	t (mm)
AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp	5	30	6	6
AA7005/Al ₂ O ₃ /10p				
AA2014/SiC/XXp	3	25,7	10,8	1,4

Como ya se ha discutido en el apartado III.3.2, para obtener un valor de cizalladura real, el valor del solape debe ser tal que la relación L/t sea aproximadamente 0,8. En el caso de la soldadura de la aleación AA2014/SiC/XXp, se eligió un solape de 3 mm, a pesar de ser un valor ligeramente elevado, debido al pequeño espesor de la chapa, por la dificultad técnica que conlleva el hecho de soldar solapes inferiores a 3 mm. Se realizaron dos tipos de ensayos de soldadura fuerte sobre probetas de solape simple: soldadura en horno y a la llama (utilizando soplete de gas: butano-oxígeno).

III.4.6.1.- Ensayos de solape en horno

Se realizaron ensayos de soldadura fuerte a solape en horno con los materiales compuestos AA6061/Al₂O₃/XXp y AA7005/Al₂O₃/10p. El ciclo térmico aplicado y las condiciones de temperatura y tiempo de soldadura (Tabla III.19) son las mismas que las descritas para el ensayo de soldadura fuerte en T, para que los ensayos resulten comparativos. El horno utilizado fue el mismo que para los ensayos previos y el control de temperatura se realizó de forma semejante a los casos anteriores.

Para la realización de la unión, se colocaron las chapas de material compuesto, previamente preparadas superficialmente, según el montaje de la figura III.15. Se aplicó fundente en la zona del solape y se colocó un trozo de varilla de aporte de 10 mm de longitud en la posición en que debía formarse la unión. Se aplicó fundente sobre el material de aporte y se calentó hasta la temperatura de soldadura.

Estas probetas se ensayaron posteriormente con objeto de determinar la resistencia a cizalladura de las uniones.

III.4.6.2.- Ensayos de solape a la llama

En primer lugar, se sometió a las piezas al proceso de preparación superficial ya descrito anteriormente para facilitar la mojabilidad y favorecer la unión. Una vez finalizada la operación de decapado, limpieza y desengrasado, se aplicó fundente sobre la zona de solape y se colocaron las chapas que se iban a unir según la disposición que se indica en la figura III.15. El ciclo térmico aplicado fue el siguiente:

1. Se precalentaron las chapas que se iban a unir con la llama del soplete.
2. Se aplicó el aporte, junto con fundente y se mantuvo a la temperatura de soldadura (T_s) mientras se producía la unión durante un tiempo t_s .
3. Se dejó enfriar hasta la solidificación del aporte y se templó la muestra en agua-hielo.

Para la realización de los ensayos de soldadura a la llama, se utilizó un equipo de soldadura por gas (butano-oxígeno) convencional, como el que se muestra en la figura III.16.

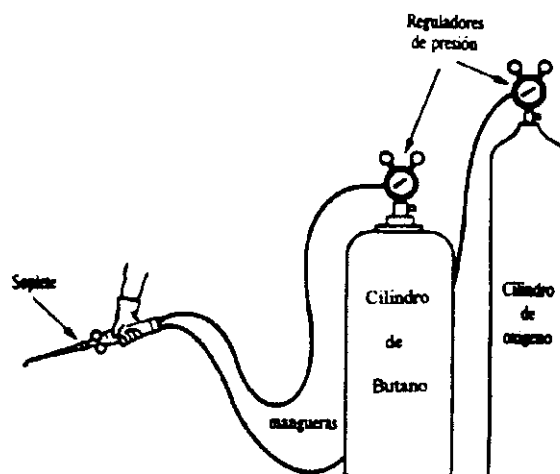


Fig. III.16 Equipo empleado para la soldadura

Las probetas soldadas se estudiaron metalográficamente con el objeto de evaluar la penetración en juntas del aporte en ensayos realizados a la llama. Para ello se cortaron en dirección transversal a la unión y se prepararon adecuadamente. Se realizaron estudios de microscopía óptica, (MO), microscopía electrónica de barrido (SEM), así como análisis por EDS de variación de composición a través de la intercara de unión y en el baño fundido.

III.5.- Técnicas de caracterización microestructural

III.5.1.- Preparación de las muestras

Tanto los materiales base, en estado de recepción y tratados térmicamente, como las diferentes uniones soldadas, fueron estudiadas utilizando técnicas de caracterización microestructural, química y mecánica para obtener la máxima información sobre ellas. En primer lugar, para su caracterización microestructural, se procedió a establecer un método de preparación metalográfica que se adaptara a las características particulares de los materiales compuestos de refuerzo discontinuo cerámico con que se trabajaba.

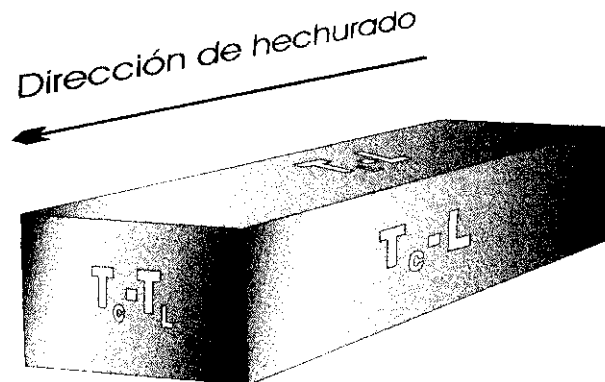


Fig. III.17 Planos estudiados según la dirección de hechurado

Para el estudio de los materiales base, éstos se cortaron siguiendo los tres planos $L-T_c$, $L-T_L$ y T_c-L (Figura III.17), con objeto de analizar la influencia del hechurado mecánico en la distribución del refuerzo y en la forma, tamaño y orientación de los granos de la matriz metálica.

Para el estudio de las intercaras de unión, de los ensayos de gota y de las juntas (ensayos de soldadura en T y a solape simple), las muestras se cortaron por la mitad, de forma perpendicular a la intercara de unión. Para proteger las uniones y las gotas durante la operación de corte, éste se realizó en una microcortadora *REMET* con disco de diamante, a baja velocidad y para facilitar su manejo, las probetas se embutieron en una resina termoestable.

Una vez embutidas se prepararon siguiendo el siguiente método:

1. Desbaste progresivo en papeles abrasivos de grado 400, 500, 600, 1200.
2. Pulido en pasta de diamante de 3 y 1 μm , en un disco giratorio, utilizando como lubricante etilenglicol.
3. Pulido final en gel de sílice o magnesia.
4. Limpieza y desengrasado en acetona en el baño de ultrasonidos.

Hay que destacar la importancia de la correcta preparación de las muestras cuando se trabaja con materiales compuestos. Se trata de un material constituido por dos fases de muy distintas propiedades como son un cerámico (muy duro) y un metal (blando) y que, por tanto, no se comportan igual frente a los procesos de preparación como desbaste o pulido.

El peligro más importante es el “repulido” (Fig. III.18) que se produce ya que, mientras la fase matriz metálica se pule y se elimina en parte, el cerámico resiste la acción de los agentes abrasivos, permaneciendo intacto. La diferencia de altura que se genera entre ambos componentes en la muestra hace difícil su observación, sobre todo en microscopia óptica, donde la profundidad de foco de la que disponemos es más limitada. Además, al sobresalir el refuerzo sobre la superficie del material compuesto, aparecen como de mayor tamaño al que realmente poseen.

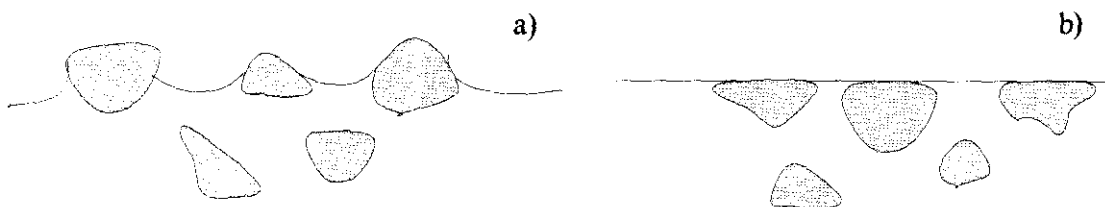


Fig. III.18 Efecto del repulido. a) Probeta repulida. b) Calidad de pulido óptima.

El efecto anteriormente descrito es tanto más acusado cuanto más tiempo se emplee en los procesos finales de preparación. Si la etapa de desbaste no se realiza correctamente, eliminando en su totalidad los restos de huellas de papeles abrasivos anteriores, habrá que alargar el tiempo de pulido en diamante y la muestra se repulirá. Ocurre lo mismo si no se consigue un buen pulido en pasta de diamante antes de pasar al pulido final con gel de sílice o magnesia.

Una vez pulidas las probetas, se atacaron químicamente para revelar su microestructura por inmersión con agitación suave en reactivo Kellers. La composición de este reactivo de ataque metalográfico es:

Kellers (100 ml)

0,5-1 ml de HF al 48%
1,5 ml de HCl
2,5 ml de HNO₃
95-95,5 ml de H₂O

En el caso de las probetas soldadas con aporte Zn-3Al, para revelar mejor la microestructura del eutéctico que se forma se utilizó, además, otro tipo de ataque:

Solución alcohólica ácida de FeCl₃ (100 ml)

5 g de FeCl₃
2 ml de HCl conc.
95 ml de C₂H₅OH (90°)

El tiempo de ataque es variable, ya que depende de la reactividad de la microestructura de cada probeta, condicionada por la matriz, el porcentaje de refuerzo y el tipo de éste, materiales del intermediario o de aporte empleado, tratamiento térmico aplicado, etc. Por esta razón, el control de esta operación se llevó a cabo de forma escalonada, observando al microscopio en cada paso hasta conseguir el nivel óptimo.

III.5.2.- Microscopia óptica

Una vez preparadas metalográficamente las probetas objeto de estudio, se procedió a su observación microscópica, utilizando en primer lugar un banco metalográfico óptico *Neophot-21 Carl Zeiss* que permite alcanzar hasta 1000 aumentos. Dicho banco posee una cámara fotográfica *Ricoh* acoplada, que puede obtener imágenes de las zonas más interesantes de la microestructura.

La observación con microscopía óptica permite calibrar, desde un punto de vista microestructural, la calidad de la unión formada, así como localizar las zonas de mayor interés para su posterior estudio con técnicas de mayor poder de resolución.

III.5.3.- Microscopía electrónica de barrido (SEM-EDS)

Esta técnica microscópica también se aplicó al estudio metalográfico de los materiales base, de las intercaras de unión, de los ensayos de gota y de las juntas soldadas, ya observados con microscopía óptica. Además, se utilizó para la observación de las superficies de fractura de las probetas ensayadas mecánicamente. Esto es posible ya que esta técnica permite una gran resolución vertical o profundidad de foco.

Para la correcta observación de las superficies de rotura (estudio fractográfico), es necesario proceder simplemente a la limpieza de las muestras con acetona en ultrasonidos para eliminar restos de suciedad y desengrasarlas y, posteriormente, fijarlas al portamuestras con pegamento conductor de grafito. Las probetas para estudios metalográficos con la preparación descrita en el apartado anterior se recubrieron de oro, con un sistema de "sputtering" y se fijaron también a los portamuestras con pegamento de grafito. En el caso de las muestras reforzadas con carburo de silicio, el recubrimiento conductor no es necesario ya que el SiC es un semiconductor. Sin embargo, cuando el refuerzo es alúmina, el empleo de recubrimientos de oro es totalmente imprescindible.

El equipo SEM empleado es un microscopio electrónico *Jeol JSM-35C* de 60 Å de resolución que tiene acoplado un microanalizador EDS (espectrómetro de dispersión de energía) *KeveX 7000* conectado a un PC que nos permite determinar la composición de las distintas fases.

III.5.4.- Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Con el objeto de caracterizar tanto las intercaras matriz-refuerzo (que poseen una gran importancia en el comportamiento de material compuesto como se ha indicado en II.1.3),

como la matriz y los precipitados presentes en el estado de recepción de los materiales, se realizaron estudios de microscopia electrónica de transmisión (TEM) y de difracción de electrones sobre los materiales compuestos. Así mismo, se estudiaron las intercaras de unión formadas por soldadura por difusión.

La preparación de las muestras de materiales compuestos para su observación mediante microscopia electrónica de transmisión es muy compleja, debido a la existencia de dos componentes de muy distinto comportamiento. Además, cuando la zona que se quiere observar es la intercara de unión, la preparación se complica aún más. Ha sido necesario ajustar el proceso para poder obtener muestras lo suficientemente delgadas como para poder observar las diferentes zonas de interés.

El proceso de preparación consta de las siguientes etapas:

1. Microcorte de una sección perpendicular a la intercara de unión, utilizando una microcortadora *REMET* con disco de diamante para obtener una lámina de 0,5 mm de espesor.
2. Desbaste con papel de grado 1200 hasta un espesor de entre 50 y 70 μm .
3. Corte de disco de 3 mm de diámetro mediante ultrasonidos (en el caso de probetas soldadas, con la intercara situada en el centro del disco) mediante una cortadora ultrasónica de discos *Gatan modelo 601*.
4. Adelgazamiento de la zona central del disco hasta el espesor menor posible (cerca a 15 μm) mediante una pulidora "dimple", que tiene un útil especial en forma de disco. En la figura III.19 se puede observar la disposición del aparato.
5. Perforación del disco adelgazado en su zona central. Para ello se utilizó un equipo de bombardeo iónico (ion mill). Dicho dispositivo proyecta un chorro de iones (Ar^+) sobre la zona central de la probeta que se va adelgazando progresivamente. Justo en

el momento de la perforación, los laterales del agujero formado son de un espesor de unos pocos Angström, adecuados para su observación en el microscopio electrónico de transmisión. Se emplearon tiempos inferiores a 15 horas para el material con refuerzo de whiskers y de entre 20 y 40 horas para los materiales reforzados con partículas.

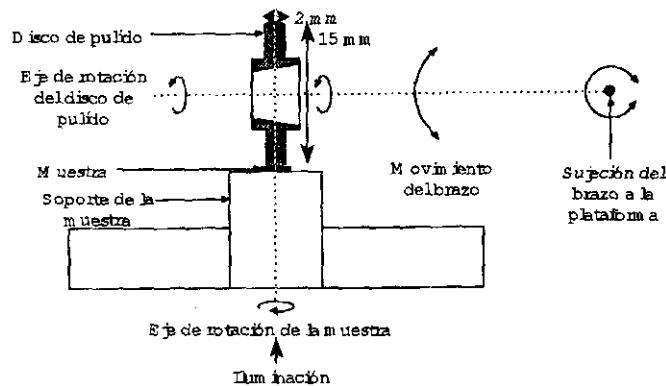


Fig. III.19 Esquema de una pulidora "dimple"

Los equipos empleados en la preparación de las muestras fueron una pulidora "dimple" *Gatan modelo 656* y un equipo de bombardeo iónico *Gatan modelo 600*.

Hay que tener en cuenta dos consideraciones a la hora de preparar uniones soldadas de materiales compuestos para su estudio por TEM:

- i) Las partículas son mucho más duras que la matriz del material compuesto, por lo que se resisten más a los procesos de abrasión y adelgazamiento. Es importante para una correcta observación de la muestra, sobre todo cuando lo que se quiere estudiar son las intercaras matriz-refuerzo, conseguir un espesor homogéneo tanto en la matriz como en el refuerzo. Para ello, la probeta se debe adelgazar mediante pulido en la pulidora "dimple" hasta el menor espesor posible, para limitar el tiempo de adelgazado/perforación en el "ion mill" y evitar el repulido. Además, cuando la probeta permanece demasiado tiempo en el "ion mill", el refuerzo tiende a desprenderse, ya que se ataca preferentemente la interfase que es la zona más débil. El efecto del refuerzo sobre la preparación también depende del tipo de refuerzo. Los whiskers poseen espesores muy pequeños por lo que su preparación resulta más

fácil. En cambio, las partículas son gruesas (10-20 μm) y tienden a desprenderse durante el proceso de preparación, antes de lograr la perforación del disco.

- ii) En el caso de probetas soldadas, existe la dificultad añadida de situar la intercara que se quiere observar en la zona cercana a la perforación, donde se forman las playas, zonas lo suficientemente delgadas para que sea posible su observación por transmisión del haz de electrones.

Para este estudio, se emplearon dos microscopios electrónicos de transmisión: un Jeol 2000 EX (200 kV) con analizador EDS incorporado y un Jeol 4000 FX (400 KV) que alcanzan una resolución estructural o punto a punto de 3,1 Å y 1,8 Å respectivamente.

III.6.- Técnicas de caracterización mecánicas

III.6.1.- Caracterización mecánica de los materiales base

Para obtener unos datos de referencia que comparar con los valores obtenidos en la caracterización mecánica de las soldaduras realizadas, se realizaron ensayos mecánicos sobre probetas no normalizadas. Se realizaron ensayos tanto en el estado de recepción como con los tratamientos térmicos postsoldadura aplicados en cada caso a las uniones. En la tabla III.21. Se reflejan las dimensiones de las probetas y las condiciones de ensayo utilizadas:

Tabla III.21 Ensayos mecánicos de los materiales base

Aleación	Tratamiento térmico	Dimensiones(mm)	V_{ensayo} (mm/min)
AA2124/SiC/12,5w	Soldadura por difusión	5,4*3,4	0,1
AA2014/SiC/XXp	T6	5*6*56,5	0,05
AA7005/Al ₂ O ₃ /10p	Estado de recepción	6*6*60	0,1
	De soldadura fuerte	6*6*60	0,1
AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp	Estado de recepción	6*6*60	0,1
	De soldadura por difusión	5,8*6,2*36	0,5
	De soldadura fuerte	6*6*60	0,1

El tratamiento de soldadura por difusión consistió en simular un ciclo de soldadura análogo a los descritos en el apartado correspondiente, en el que la etapa de mantenimiento se realizó a 520°C durante una hora. El tratamiento “de soldadura fuerte” es el mismo tratamiento postsoldadura que recibieron las uniones soldadas por este método y que se utilizó para globulizar el aporte. La probeta se mantuvo a 530°C durante 24 horas y después se templó de forma que el material base se encontraba en estado solubilizado. El tratamiento T6, realizado para alcanzar el pico de máximo endurecimiento se llevó a cabo en las mismas condiciones que el tratamiento post-soldadura aplicado a las uniones de soldadura por difusión de este material que se ensayaron mecánicamente, para poder establecer una correlación.

III.6.2.- Ensayos de cizalladura

Se realizaron ensayos mecánicos para determinar la resistencia a cizalladura de las uniones soldadas tanto por soldadura heterogénea como por soldadura por difusión. Este ensayo es especialmente adecuado para la evaluación de uniones soldadas, sobre todo en el caso de chapas, por dos razones: se adapta muy bien a las características geométricas de las chapas y es más sensible que el ensayo de tracción a posibles defectos presentes en la intercara como porosidad o faltas de unión. Los ensayos mecánicos de cortadura no fueron realizados bajo norma por lo que su utilidad se reduce a comparar los resultados obtenidos en esta investigación. P.e.: determinar la influencia de las condiciones de soldadura empleadas.

Las probetas se prepararon soldando dos chapas según se ha indicado en los apartados III.3.2. y III.4.6. Para eliminar la deformación producida durante la soldadura y reducir en lo posible el efecto de borde, se procedió a limar o a desbastar los bordes laterales de la probeta antes del ensayo.

En la figura III.20 se observa el montaje del ensayo a cortadura. Como se puede observar, se añadieron a la probeta unos suplementos en la zona de mordazas para asegurar que el eje de aplicación del esfuerzo de tracción estuviera en la misma dirección que la intercara, para que la rotura se produjera puramente a cizalladura.

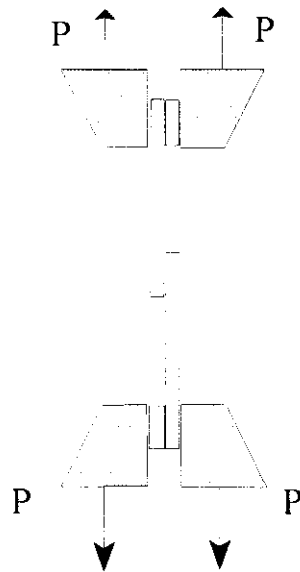


Fig. III.20 Ensayo de resistencia a cizalladura

El equipo utilizado es una máquina universal, *Servosis* de 100 kN modelo *MIC-1000*, con un sistema de control y registro computerizado. Las velocidades de sollicitación empleadas se reflejan en la siguiente tabla.

Tabla III.22 Velocidades de sollicitación

Técnica	$V_{\text{solicitud}}$ (mm/s)
Soldadura por difusión	0,05
Soldadura fuerte	0,10

Las variables medidas fueron la carga de rotura (Q_{rotura}) y la resistencia a cizalladura que se calcula como:

$$\tau = \frac{Q_{\text{rotura}}}{S} \quad [30]$$

siendo S = Superficie de solape

$$S = L * w \quad [31]$$

La resistencia mecánica se determinó a partir de la carga máxima y el área inicial de solape, aunque, en ocasiones, el área de soldadura se recalculó después del ensayo, teniendo en cuenta el área real soldada, para que el valor de resistencia se adaptara más a lo real.

Dunford et al. (232) consideran que, para evaluar la calidad de la unión, el valor de resistencia a cizalladura obtenido se debe comparar con el valor de resistencia a cizalladura del material que se suelda. Este valor se calcula frecuentemente a partir de la resistencia a tracción, aceptando que existe una relación entre la resistencia a tracción y la resistencia a cizalladura:

$$\tau = 0,6 \sigma_L \quad [32]$$

La eficacia de la unión se define como:

$$Eficacia \text{ (\%)} = \frac{P}{\tau A} \star 100 \quad [33]$$

siendo: P: Carga máxima de la unión
 τ : Resistencia a cizalladura del material base
 A: Área de soldadura

III.6.3.- Ensayos de dureza y microdureza

La realización de medidas de microdureza sobre los materiales compuestos conlleva (112) una serie de dificultades, como son:

- Se necesita una cierta cantidad de área de matriz libre para obtener una indentación de un tamaño lo suficientemente grande para la medida correcta del valor de dureza, por lo que hay que elegir las zonas donde el refuerzo se encuentra suficientemente separado. Esto resulta complicado, sobre todo, cuando el porcentaje de refuerzo es alto.
- El refuerzo puede estar situado justo por debajo de la superficie de indentación y alterar la medida

Por ello, las medidas de dureza realizadas sobre materiales compuestos tienen una gran dispersión, lo que obliga a realizar un tratamiento estadístico correcto de los valores medidos e interpretar los resultados teniendo en cuenta estos factores que se acaban de exponer. Durante la presente investigación, las medidas de dureza y microdureza se han empleado con varios fines:

1. Como método para evaluar la cinética de envejecimiento de la matriz de la serie 2xxx, endurecible por precipitación. Se realizaron medidas de dureza con una carga de 10 Kg y de microdureza con una carga de 25 g.
2. Como método indirecto para evaluar la difusión de elementos que forman precipitados endurecedores a través de las intercaras de unión, tanto desde el material compuesto al aporte o intermediario como en sentido contrario. Se realizaron curvas de microdureza por indentación a distancias medidas, a un lado y a otro de las intercaras de soldadura, sobre las mismas probetas utilizadas para la observación metalográfica. Las cargas empleadas se reflejan en la siguiente tabla:

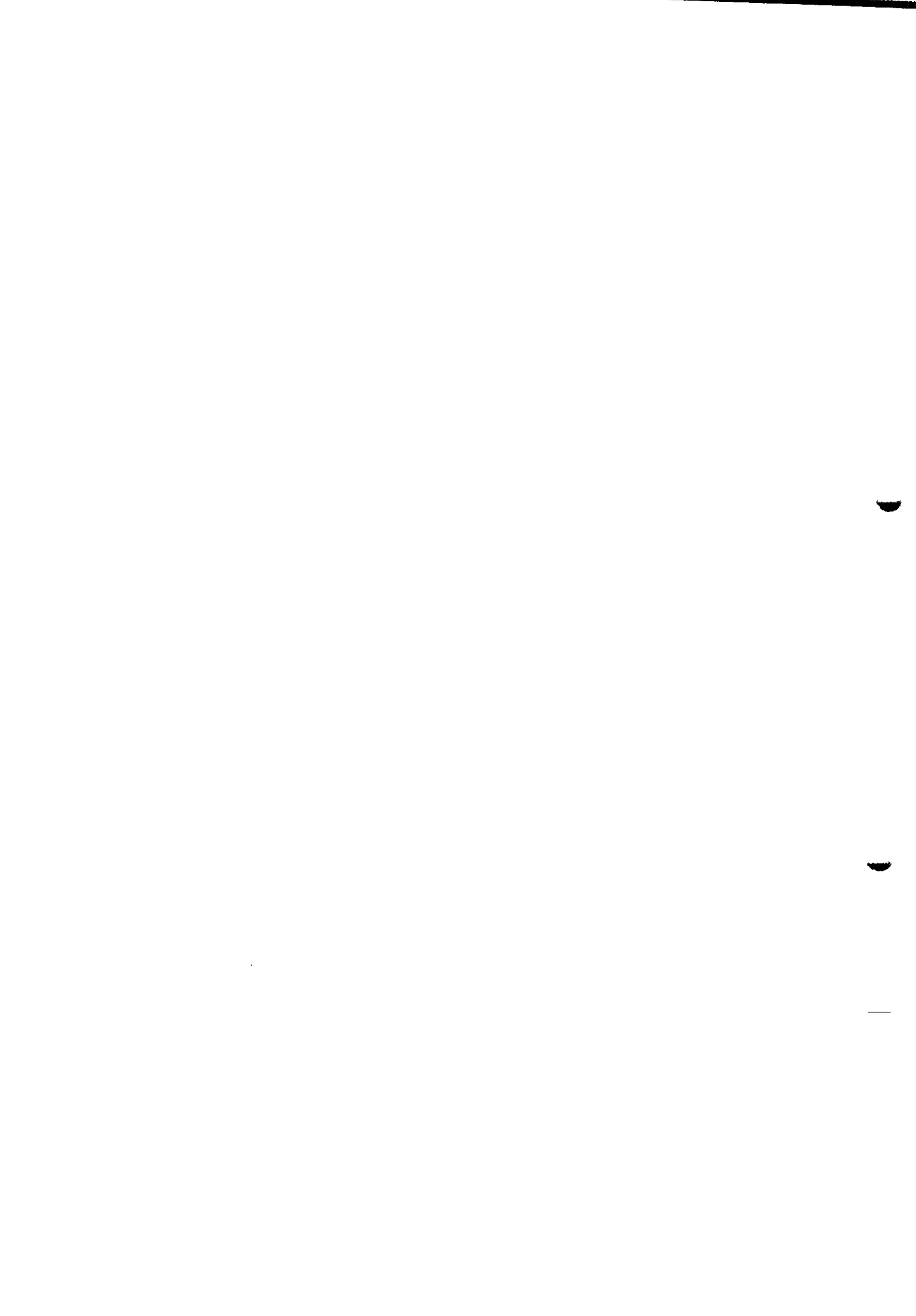
Tabla III. 23 Carga empleada en los ensayos de microdureza

Técnica	Material	Intermediario/Aporte	Carga (g.)
SD	AA2014/SiC/13p AA2124/SiC/12,5w	AA 8090	10
SF	AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp AA7005/Al ₂ O ₃ /10p	AA 4047	25
TLP	AA6061/Al ₂ O ₃ /XXp	AA 4047	25

*SD= Soldadura por difusión; SF= Soldadura fuerte; TLP= Soldadura con fase líquida transitoria.

Se utilizó un durómetro Vickers *Akasi AVK-II* y un microdurómetro Vickers *Akasi MVK-E3*, acoplado a un registrador *Akasi VG-101*. La distancia entre huellas se midió utilizando el banco metalográfico ya nombrado.

IV.- Resultados y Discusión



IV.- Resultados y discusión

IV.1.- Caracterización de los materiales compuestos

En primer lugar, se realizaron análisis de la composición de todos los materiales utilizados, tanto por espectrometría de emisión de plasma, como por métodos espectroscópicos de vía húmeda, obteniéndose los valores que se indican en la tabla IV.1. Sólo se analizaron algunos elementos, ya que el objetivo era simplemente comprobar la exactitud de los datos proporcionados por el fabricante. Además, con las técnicas analíticas de las que se disponía no era posible discernir en los datos obtenidos los elementos pertenecientes a la matriz y al refuerzo.

Tabla IV.1 Composición de la aleación

Material	Mes	Cu	Mg	Si	Fe	Cr	Zn	Ti	Ni	Sn	Mn	Pb	Al
2124/SiC/12,5w	VH	3,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2014	ES VH	4,3 3,8	,002	,206	,147	,001	,002	,001	,001	,0022	,002	,0013	95,74
2014/SiC/6p	ES VH	3,5 3,8	,0221	7,73	,166	,00376	,0283	,00955	,0113	,0151	,00699	,00117	<88,11
2014/SiC/13p	ES VH	3,45 3,3	,0124	11,13	,185	,00634	,0270	,0123	,00843	,0253	,00516	,0135	<85,11
2014/SiC/20p	ES VH	2,66 2,9	,0205	20,58	,174	,00436	,0251	,0216	,0106	,0210	,00743	,0189	<76,46
6061/Al ₂ O ₃ /10p	VH	0,24	,75	*	,005	0,11	,050	-	-	-	,003	-	-
6061/Al ₂ O ₃ /20p	VH	0,20	,88	*	,29	0,12	,019	-	-	-	,003	-	-
7005/Al ₂ O ₃ /10p	VH	,073	,98	*	,60	0,15	3,8	-	-	-	0,39	-	-

VH = Métodos espectroscópicos de vía húmeda. ES = Espectrometría de emisión. * No se pudo analizar debido al método de análisis empleado.

A la hora de interpretar estos resultados hay que tener en cuenta que:

- Estos porcentajes están calculados sobre la masa total de la muestra de material compuesto, incluyendo el refuerzo, por lo que los contenidos en elementos de aleación de la matriz son realmente algo más elevados que los indicados.

- Cuando se utiliza la espectrometría de emisión como método de análisis, el porcentaje de magnesio y de cobre se ve enmascarado por el elevado contenido en silicio procedente del refuerzo, por lo que los valores reales deben ser más altos que los encontrados. Esto se puede comprobar si comparamos los valores de concentración en cobre medidos por espectrometría de emisión y por vía húmeda.
- Los porcentajes de los elementos que, como el silicio, forman parte del refuerzo, no sólo corresponden a la composición de la matriz sino que también reflejan el contenido de ese elemento existente en el cerámico.

Teniendo en cuenta estas consideraciones, se puede decir que los datos obtenidos corroboran los indicados en el desarrollo experimental. Solamente destacar dos puntos: que el contenido en manganeso en las aleaciones de la serie 2XXX es más bajo que el indicado en la composición nominal y que la aleación 2014 que se suministró como matriz de los materiales compuestos 2014/SiC/XXp tiene un menor contenido en Mg y, probablemente, en Si. La reducción en el porcentaje de estos dos elementos hace variar de forma importante las fases que precipitan y, por tanto, la microestructura de material, ya que como se indica en el apartado IV.1.2, el contenido de Mg y Si tiene una gran importancia en la secuencia de precipitación del material. Esto puede hacer variar la soldabilidad de la aleación.

IV.1.1.- Microestructura de los materiales base

A continuación se analiza la microestructura de partida de todos los materiales base utilizados, tanto de los materiales compuestos como de la aleación matriz AA 2014.

IV.1.1.1.- Microestructura de 2124/SiC/12,5w

Este material está formado por whiskers de SiC en una matriz de AA 2124. Los whiskers son monocristales aciculares de β -SiC con una longitud media entre 3 y 15 μm y un diámetro entre 1 y 1,5 μm . La microestructura de esta aleación reforzada no se resuelve en el microscopio óptico, debido al pequeño tamaño de grano que posee la matriz y a las

reducidas dimensiones de los whiskers. El examen a bajos aumentos permite apreciar la alineación de los whiskers en la dirección de laminación, así como la existencia un bandeado, en el que se alternan zonas de alta densidad de whiskers con otras en que, prácticamente, no hay refuerzo. Solamente cuando se realiza un examen a más aumentos, utilizando el microscopio electrónico de barrido, se aprecian detalles de la microestructura. Se confirma la distribución del refuerzo en bandas, orientadas en la dirección de hechurado. Esta distribución se distingue con más detalle en el montaje de la figura IV.1.

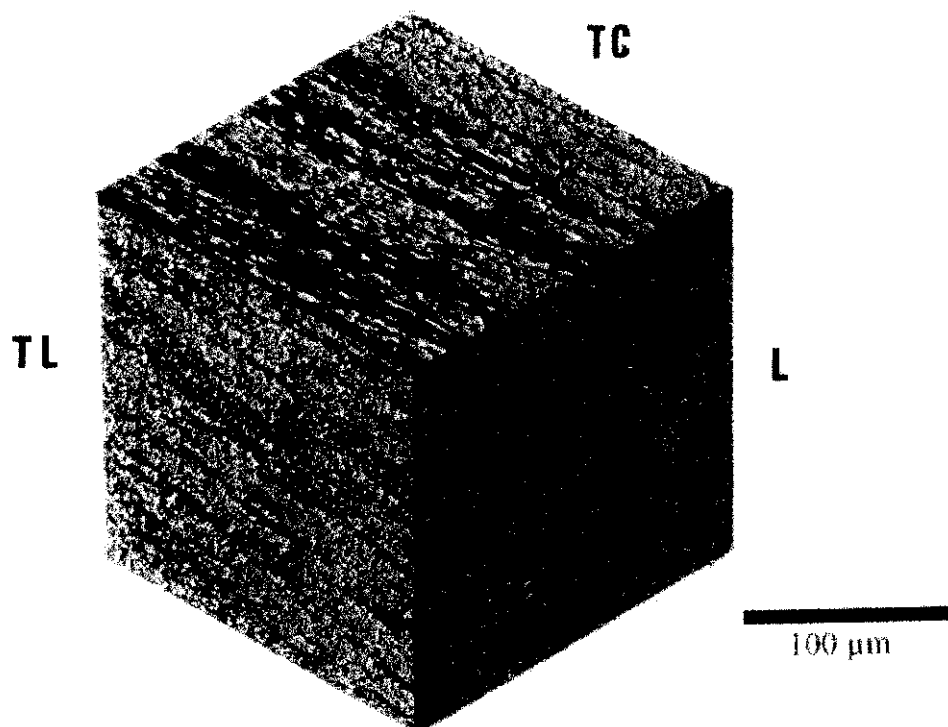


Fig. IV.1 Microestructura de AA2124/SiC/12,5w

Se observa que en la superficie T_c -L, el SiC se dispone totalmente paralelo a la dirección de laminación, mientras que en la superficie T_l -L, que es la que sufrió un menor grado de reducción durante el conformado, el cerámico se encuentra más aleatoriamente orientado. El corte realizado en la superficie T_l - T_c muestra los whiskers seccionados en la dirección perpendicular a su eje mayor. Se aprecian, así mismo, en todas las zonas, agrupaciones locales de whiskers. A este fenómeno se le conoce con el nombre de "clustering" (Fig. IV.2). Esta estructura tiene un importante efecto sobre las propiedades mecánicas del material, ya que las agrupaciones de whiskers son puntos en los que existe una elevada

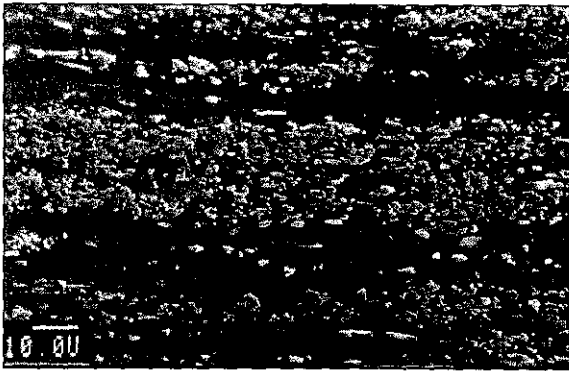


Fig. IV.2 Detalle del bandeado y los clusters

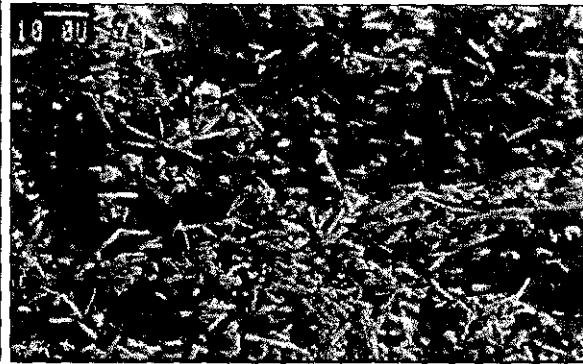


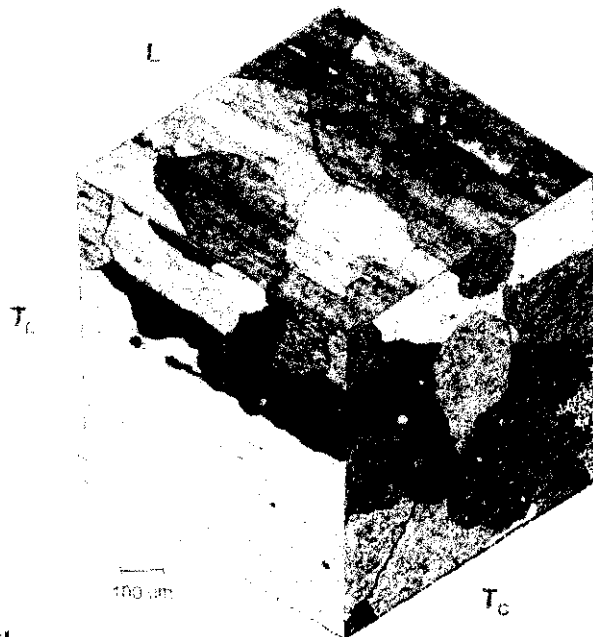
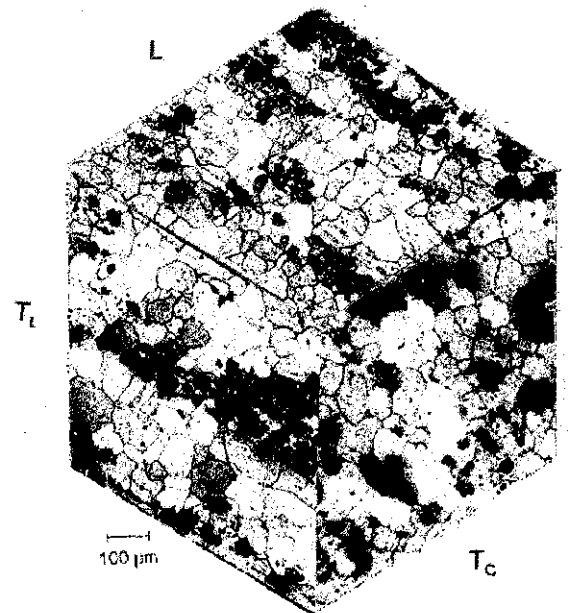
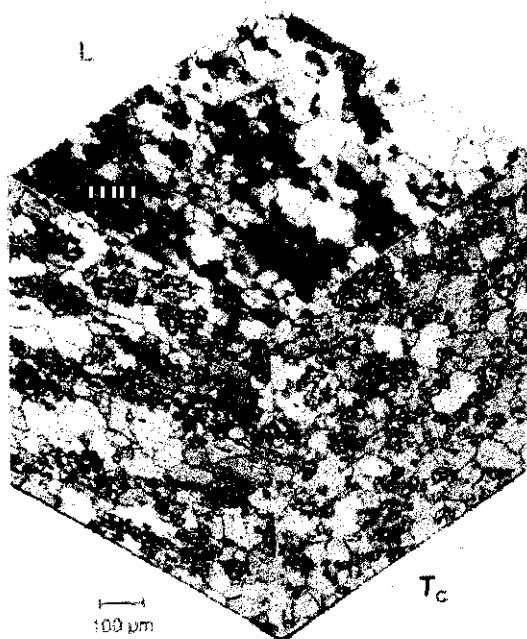
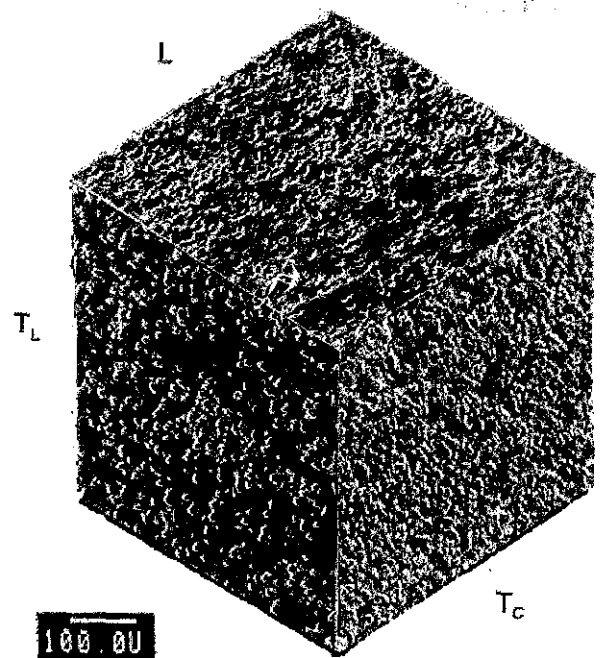
Fig. IV.3 Detalle de las impurezas

tensión triaxial y, por tanto, según algunos autores (246), se comportan como iniciadores de grietas de fatiga, lo que reduce la resistencia a esfuerzos cíclicos de este tipo de materiales. Además, son puntos preferentes de fallo, lo que reduce la tenacidad.

A mayores aumentos, se comprueba que, aunque los whiskers son mayoritarios, también existen partículas de pequeño tamaño con formas heterogéneas (impurezas del refuerzo) (Figura IV.3). Así mismo, se puede apreciar la reducción de la relación l/d que sufre el refuerzo durante el proceso de laminación e incluso, cómo algunos de los whiskers aparecen fracturados. Aunque el límite de grano no se llega a definir totalmente, se puede apreciar que el tamaño de grano de la matriz es muy pequeño. Esto se debe tanto a la elevada proporción de refuerzo, como a su pequeño tamaño, que impide el crecimiento de grano y favorece la nucleación durante la recristalización que ocurre en el proceso de laminación.

Fig. IV.4 Precipitados de Al_2CuMg

Mediante el examen de SEM, también se observó la presencia de precipitados gruesos de la fase S (Al_2CuMg), típica de la aleación matriz (Fig. IV.4). El tamaño medio de estos precipitados oscila entre 3 y 10 μm . El gran tamaño de estos precipitados hace pensar que el material se encuentra recocido en horno.

**Fig. IV.5 AA 2014****Fig. IV.6 AA2014/SiC/6p****Fig. IV.7 AA 2014/SiC/13p****Fig. IV.8 AA 2014/SiC/20p**

IV.1.1.2. - Microestructura de AA2014/SiC/XXp

Las figuras IV.5, 6, 7, 8 muestran los montajes tridimensionales realizados con los tres planos ortogonales (L-T_C, L-T_L, T_C-T_L), referidos a la dirección de extrusión (DE), de los tres materiales compuestos de matriz AA 2014 y de la misma aleación sin reforzar.

Como aspectos generales, puede destacarse que los cuatro materiales presentan una matriz parcialmente recristalizada, cuyo tamaño de grano disminuye de forma evidente con la adición de partículas de SiC. Además, la forma de grano es alargada en la matriz sin reforzar y equiaxial en los materiales compuestos, ya que en éstos está favorecida la recristalización dinámica durante el proceso de extrusión.

Se aprecia, así mismo, cómo las partículas de refuerzo se encuentran dispuestas, preferentemente, formando bandas orientadas en la dirección de extrusión (Fig. IV.9). Esta distribución del refuerzo, ya observada en el material reforzado con whiskers, es típica de los materiales compuestos de matriz metálica que han sido sometidos a algún proceso de fabricación secundaria como la laminación o la extrusión. Se puede comprobar, además, la existencia de agrupamientos locales de las partículas de SiC o "clusters" dentro de las bandas de mayor proporción en refuerzo (Fig. IV.10). Esta distribución es semejante a la encontrada en el material compuesto AA2124/SiC/12,5p y afecta de la misma manera a sus propiedades.

Las partículas de SiC empleadas para el refuerzo de estos tres materiales compuestos poseen tamaños del orden de 10 µm con relaciones de forma que varía desde 3:1 a 1:1. El

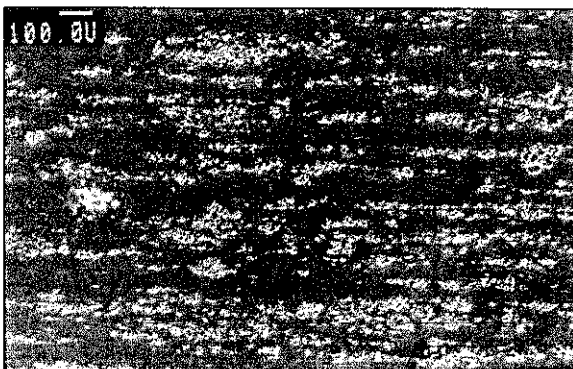


Fig. IV.9 Bandeado

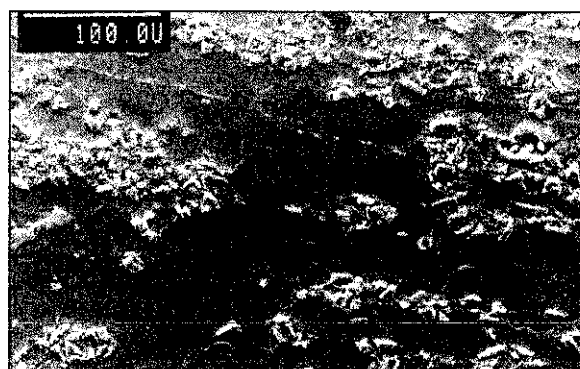


Fig. IV.10 Clusters de partículas



Fig. IV.11 Precipitados en estado de recepción



Fig. IV.12 Precipitación en la interfase

aumento del porcentaje en volumen de refuerzo en los tres materiales estudiados se produce mediante el aumento del número de partículas y no del tamaño de éstas como ocurre en otros materiales. Mediante la aplicación de la microscopía electrónica de barrido, es posible distinguir la presencia, en la matriz de los tres materiales compuestos en estado de recepción, de los precipitados propios de esta aleación (Fig. IV.11), fundamentalmente fase θ (Al_2Cu) con un tamaño de entre 5 y 10 μm . Estos precipitados aparecen tanto en el límite como en el interior de los granos. El examen a grandes aumentos del MMC permite detectar que otra zona de precipitación preferente en estos materiales son las interfases matriz-partícula, tal y como se puede observar en la figura IV.12. El análisis EDS de los precipitados indicó la existencia de Al, Cu y Si.

A continuación se detallan las características microestructurales de cada uno de estos materiales:

A) Aleación 2014 sin reforzar

La figura IV.13 muestra un detalle de la microestructura de la aleación matriz sin reforzar, obtenida del plano T_L -L. En ella se aprecia que la aleación presenta una microestructura parcialmente recristalizada de tamaño de grano grande, en la que existen granos equiaxiales junto a granos alargados en la dirección de extrusión. Las longitudes de este grano varían entre 300 y 500 μm , mientras que los granos equiaxiales tienen un tamaño que oscila entre 100 y 300 μm .

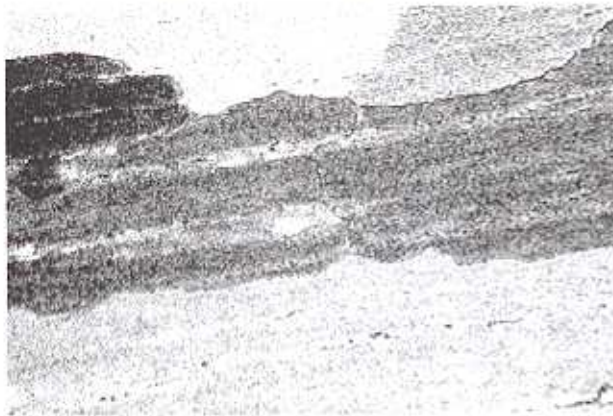


Fig. IV.13 Microestructura de AA2014 (X312)

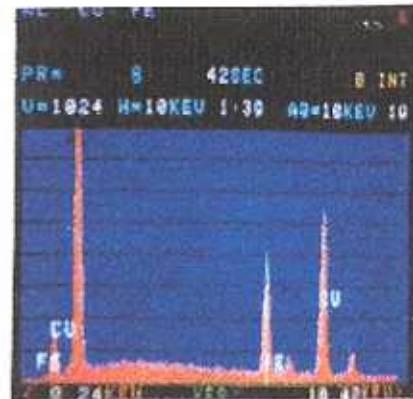


Fig. IV.14 Análisis de los precipitados de la Fig. IV.15 por EDS

Un estudio a mayores aumentos permite distinguir también la presencia de los precipitados de equilibrio, propios de esta aleación (fundamentalmente fase θ , Al_2Cu), que aparecen, tanto en el límite de grano como en el interior del grano.

La aplicación, a este material, de un tratamiento de solubilización a $500^\circ C$ durante 4 h., seguido de un temple en agua/hielo, logra la disolución total de los precipitados de equilibrio, aunque se sigue apreciando la presencia de pequeños precipitados intercristalinos cuyo análisis EDS (Fig. IV.14) revela que están compuestos por Fe, Cu y Al. Estos precipitados presentan morfología fundamentalmente acicular (Fig. IV.15 a y b). También se ha detectado la presencia de Si. Se trata, por tanto, de fases complejas de estos elementos que, generalmente, son responsables de la disminución de la ductilidad y tenacidad de este material. Este tipo de fases no solubles no ha sido detectado en la matriz (2124) del material reforzado por whiskers de SiC objeto de estudio, ya que contiene menor cantidad de impurezas de Fe y Si, responsables de la formación de dichos precipitados.

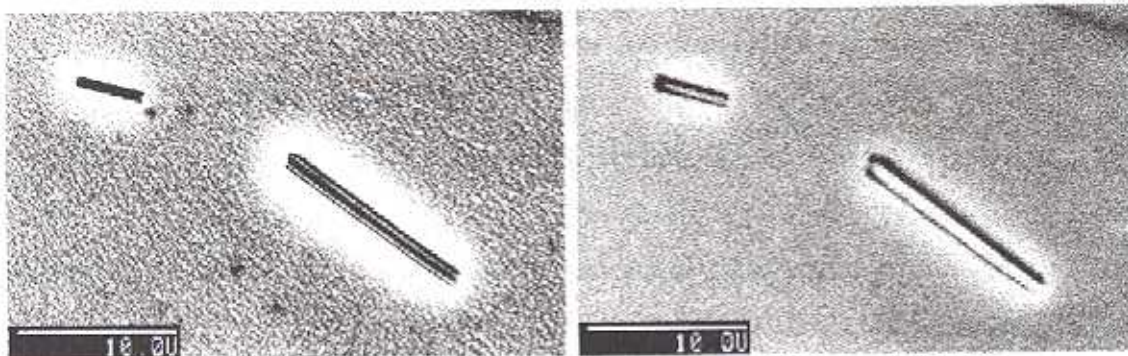


Fig. IV.15 Precipitados presentes en la aleación AA 2014 solubilizada. a) SE. b)BS.

B) Material compuesto AA2014/SiC/6p

En la figura IV.16, se aprecia un detalle de la distribución en bandas ya mencionada. Las bandas ricas en refuerzo se alternan con otras en las que la presencia de las partículas es muy escasa o nula, debido a que el porcentaje de SiC en este material es relativamente bajo. Un hecho destacable es la importante reducción de tamaño de grano (aproximadamente de 100 μm) que ha experimentado este material respecto al de la aleación sin reforzar, aún estando sometida al mismo procesado. La matriz posee una estructura recrystalizada con granos de morfología equiaxial, incluso en la dirección de extrusión. Ambos fenómenos están favorecidos por la presencia de partículas de refuerzo, ya que se acelera la nucleación de nuevos granos durante la recrystalización dinámica del material y se impide el crecimiento de los mismos.

Las imágenes de SEM (secundarios y retrodifundidos), obtenidas a mayores aumentos, muestran la presencia de precipitados intra e intercrystalinos de las fases de equilibrio (Fig. IV.17).

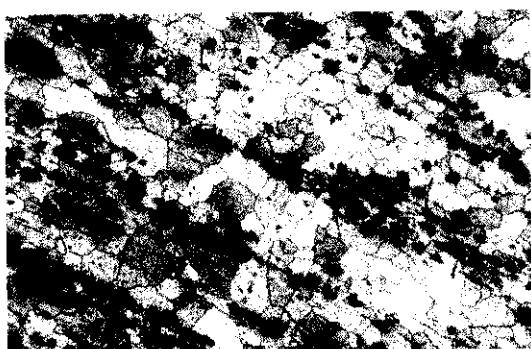


Fig. IV.16 Bandedo y tamaño de grano (X125)

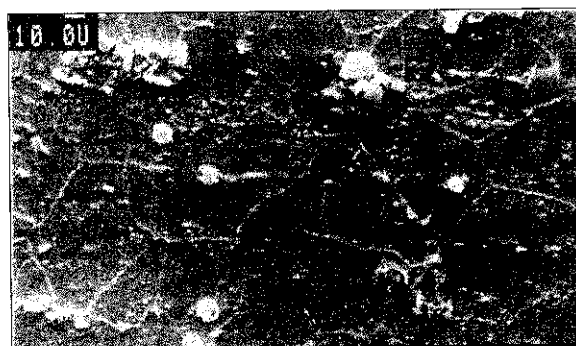


Fig. IV.17 Precipitados de equilibrio en el material de recepción

C) Material compuesto AA2014/SiC/13p

La aleación reforzada con un 13% de partículas de SiC presenta una microestructura similar a la del 6%, aunque destaca el aumento relativo del número de partículas y la disminución del tamaño de grano (Fig. IV.18). Esta reducción es aún más evidente si se compara con la aleación matriz sin reforzar, sometida al mismo tratamiento. Mientras que el tamaño de grano medio en la aleación reforzada oscila entre 50 y 100 μm , en la aleación matriz el

tamaño varía entre 300 y 500 μm . Al igual que en el caso anterior, la matriz ha recristalizado dinámicamente durante el conformado y el grano es equiaxial.

En cuanto a la distribución del refuerzo, hay que decir que, aunque siguen existiendo bandas alternadas con distinta densidad de refuerzo, el tamaño de las zonas libres de partículas de SiC es bastante menor que en el caso anterior, obviamente a causa del aumento del porcentaje de refuerzo que hace que quede menor volumen de aleación sin reforzar.

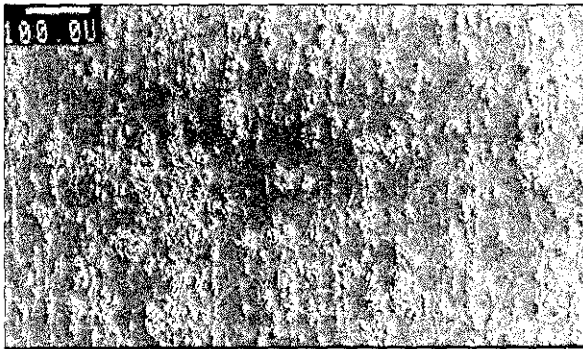


Fig. IV.18 Microestructura de 2014/SiC/13p.

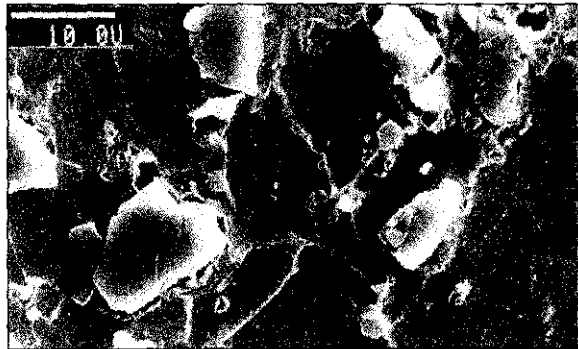


Fig. IV.19 Detalle del pequeño tamaño de grano

D) Material compuesto AA2014/SiC/20p

Es el material más reforzado, por lo que presenta un empaquetamiento de las partículas mayor que en los casos anteriores. Las zonas libres de refuerzo, en este caso, no existen y, aunque se sigue observando una orientación de las partículas en la dirección de trabajado, es mucho menos evidente, debido a la elevada densidad de refuerzo. La distribución de éste se hace, por tanto, mucho más homogénea.

El tamaño de grano del material, en este caso, es muy reducido, especialmente en las zonas que presenta una mayor proporción de partículas. Se comprueba la existencia de granos equiaxiales recristalizados con tamaños inferiores a 10 μm (Fig. IV.19).

IV.1.1.3.- Microestructura de AA6061/Al₂O₃/XXp

En las figuras IV.20 a y b se presentan los montajes tridimensionales de las microestructuras de los dos materiales compuestos de matriz AA 6061. En ambos casos, las partículas se

hayan orientadas en la dirección de extrusión como ocurría en casos anteriores. La distribución del refuerzo es más homogénea que en los materiales de matriz AA 2014, pero se siguen presentando los fenómenos de “clustering” y de bandeado que originan puntos de heterogeneidad en dicha distribución. En la figura IV.21 se aprecia un detalle a mayores aumentos de uno de estos “clusters”.

Otro aspecto que se debe tener en cuenta es el tamaño y forma del grano de la matriz de AA6061. La matriz ha experimentado una recrystalización durante el proceso de extrusión, formándose granos equiaxiales. Sin embargo, el tamaño de éstos es poco homogéneo en el espesor de la chapa. Éste varía en función de la cantidad local de partículas de refuerzo y de su tamaño. Así, por ejemplo, en las zonas donde existe una mayor agrupación de partículas, el tamaño de grano es menor que en aquellas donde las partículas son más escasas.

Se puede destacar que estos dos MMCs presentan una diferencia fundamental. Cuando se compara el tamaño de las partículas, se observa que éste es tanto menor, cuanto más reducido es el % de refuerzo que presenta la matriz. El aumento del porcentaje en volumen de partículas en el material AA6061/Al₂O₃/20p no se produce por un aumento del número de partículas, sino por un mayor tamaño de éstas. El factor de forma es siempre 5:1.

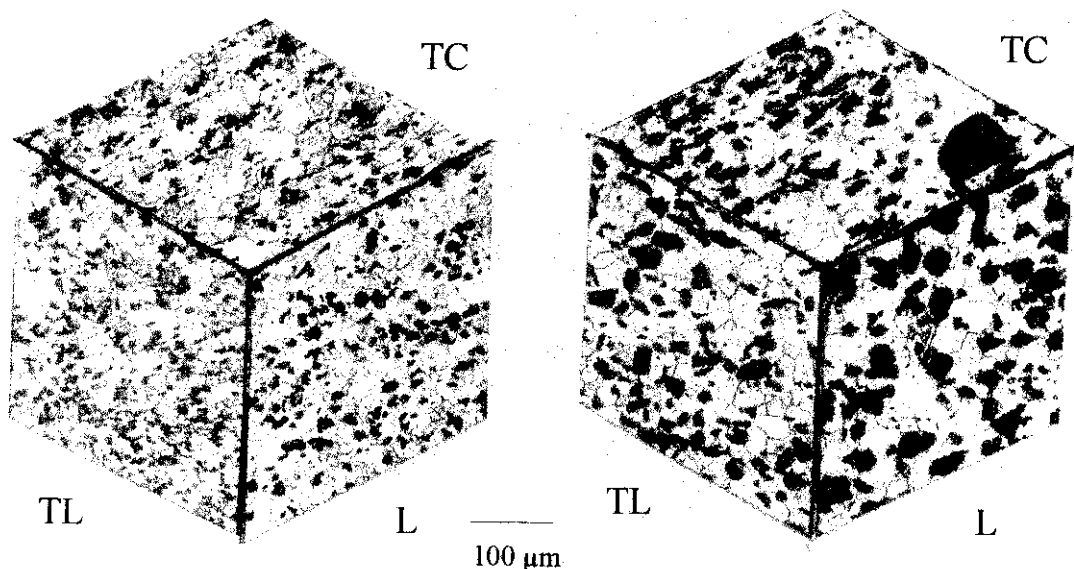


Fig. IV.20 Microestructura. a) AA 6061/Al₂O₃/10p, b) AA 6061/Al₂O₃/20p

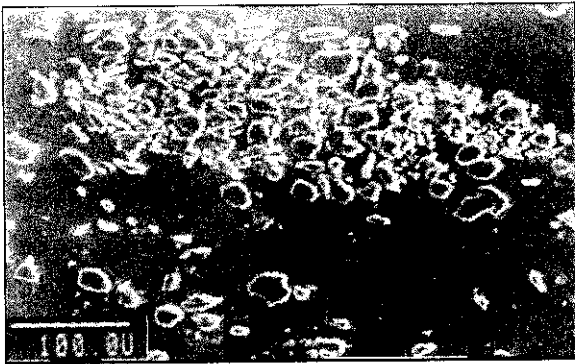


Fig. IV.21 Detalle de un cluster

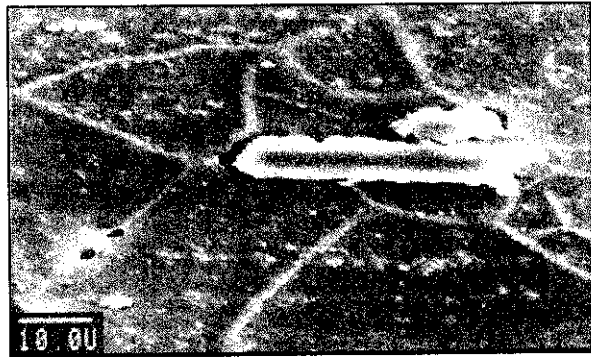


Fig. IV.22 Detalle de cavitación

IV.1.1.3.1.- Material compuesto A6061/Al₂O₃/10p

Los estudios a mayores aumentos con microscopía electrónica de barrido han permitido caracterizar las partículas de refuerzo de este material. Las partículas de alúmina presentan un tamaño medio de 10 μm, aunque se encuentran partículas con tamaños próximos a 20 μm y restos de tamaños inferiores a 5 μm. Se ha detectado que, debido al proceso de extrusión, se han producido procesos de cavitación en los extremos de algunas partículas con factores de forma l/d elevados y que se encontraban orientadas en la dirección de extrusión (Fig IV.22).

En la matriz se detecta, además de las partículas de refuerzo, algunos precipitados que se corresponden con los de equilibrio de la aleación 6061, fundamentalmente Mg₂Si.

Como ya se ha indicado, la matriz ha sufrido un proceso de recristalización dinámica durante el conformado y presenta una grano equiáxico con un tamaño medio aproximado de 60-80 μm.

IV.1.1.3.2.- Material compuesto AA6061/Al₂O₃/20p

Aunque la matriz de este material es la misma que la del caso anterior, al aumentar el porcentaje de refuerzo (20%), se originan algunas diferencias microestructurales. Éstas afectan no sólo al propio refuerzo y su distribución, sino, además, a las características microestructurales de la matriz. Tal y como se deduce de las imágenes de SEM (figura

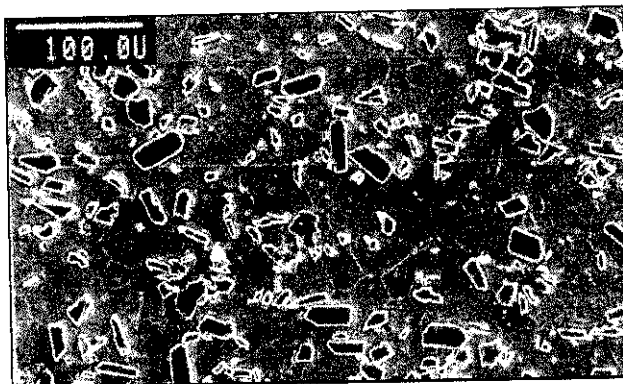


Fig. IV.23 Tamaño de partícula y de grano

IV.23), las partículas de alúmina poseen, en este caso, tamaños medios de, aproximadamente, $20\ \mu\text{m}$ aunque, de nuevo, se observan algunas con tamaños muy superiores ($40\text{-}50\ \mu\text{m}$) y restos de tamaños inferiores a $10\ \mu\text{m}$.

En este caso y como consecuencia del mayor tamaño de partículas, el bandeo es menos evidente que en el caso anterior, aunque siguen existiendo fenómenos de “clustering”. El tamaño de grano en este material es menor que el observado en el material anterior, del orden de $40\text{-}50\ \mu\text{m}$, influido por el mayor tamaño de partícula. Esto también se aprecia en la figura IV.23.

IV.1.1.4.- Microestructura de AA7005/ Al_2O_3 /10p

Al igual que en los anteriores, se observan de nuevo los fenómenos de “clustering” y bandeo, como muestra el montaje de la figura IV.24, ya que estos fenómenos dependen del refuerzo y del proceso de conformación del material y son independientes del tipo de matriz. El tamaño y forma de las partículas de alúmina, que actúan como refuerzo, coinciden con los medidos en la aleación 6061 reforzada con un 10% de partículas, lo que es lógico si tenemos en cuenta que ambos fueron suministrados por el mismo fabricante. El tamaño medio de la alúmina es de unos $10\ \mu\text{m}$, aunque es posible encontrar algunas partículas de un tamaño superior a $20\ \mu\text{m}$. Durante el proceso de fabricación, además, el refuerzo puede romperse. Se ha detectado que también existe un cierto porcentaje de partículas con un tamaño menor de $5\ \mu\text{m}$, procedentes probablemente de la rotura de las mismas.

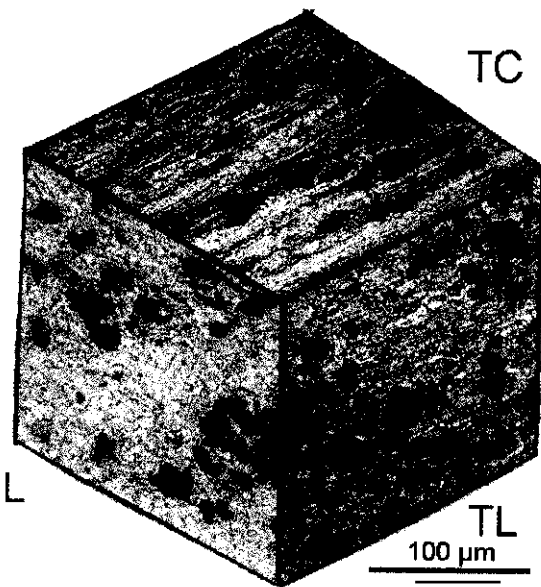


Fig. IV.24 AA 7005/Al₂O₃/10p



Fig. IV.25 Estructura de subgranos

La microestructura de la matriz es bastante diferente a la de los demás materiales compuestos. Tras el ataque con Keller se revela una estructura de subgranos, como se puede observar en la micrografía de la figura IV.25, que presenta muchas evidencias del proceso de deformación sufrido durante el procesado secundario, como un gran alargamiento en la dirección de extrusión. El límite de grano no se define claramente, por lo que es imposible medir su tamaño, aunque se puede indicar que es mucho menor que en los casos anteriores. Todo esto indica que este material se ha extruido a una temperatura inferior a la de recristalización dinámica y que no ha sufrido tratamiento térmico posterior.

Esta aleación es autotemplable, es decir, se temple por enfriamiento al aire desde la temperatura de extrusión, por lo que no es posible detectar en la aleación matriz los precipitados de equilibrio característicos de las aleaciones de Al-Mg-Zn (fase M = MgZn₂ y fase T = Al₃₂(Mg, Zn)₄₉) (5) ya que se encuentra solubilizada.

IV.1.1.5.- Comparación de las microestructuras

Si comparamos la microestructura de todos los MMCs, hay que destacar la diferencia entre el tamaño de grano y de refuerzo existente entre los distintos materiales utilizados, sobre todo dentro de los que tienen una matriz común y distintos porcentajes de refuerzo. Esta

variación en el tamaño de grano y de refuerzo influye de forma muy importante en la soldabilidad de los mismos, tanto por difusión como por soldadura heterogénea. La variación en el tamaño de refuerzo se debe no sólo a los distintos tipos de refuerzo considerados (partículas y whiskers), sino también a la variación del tamaño de las partículas en los distintos materiales.

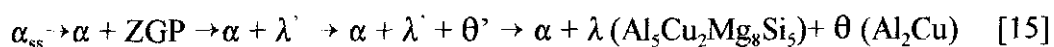
En el caso de los materiales compuestos de matriz AA2014, el aumento de porcentaje de refuerzo se debe a un aumento del número de partículas, mientras que en el caso de los materiales AA6061/Al₂O₃/XXp se debe a una variación de su tamaño. La importancia de este hecho radica en que, cuanto mayor sea el número de partículas y menor su tamaño para un porcentaje de refuerzo dado, mayor va a ser el número de intercaras metal-cerámico presentes en el material, con todo lo que esto conlleva respecto a la soldabilidad del material. Dichas intercaras actúan como caminos preferentes de difusión y favorecen la penetración de los fundidos por los límites de grano, entre otros factores. Otro punto en el que puede influir la existencia de gran número de interfases es en la cinética de los elementos de aleación, ya que son puntos de precipitación preferente. Además, el crecimiento del grano durante los procesos de recristalización, que son el último paso de la soldadura por difusión, se ve más impedido si el número de partículas es mayor, favoreciéndose en cambio la nucleación.

La variación del tamaño de grano sigue una tendencia inversa al tamaño de partícula. Cuanto mayor es el porcentaje de fase reforzante, menor es el tamaño de grano del material. La diferencia existente en el tamaño de grano de los distintos materiales también influirá en su comportamiento frente a la soldadura. Los límites de grano representan un papel muy importante en la soldadura por difusión tanto en estado sólido como TLP, puesto que son procesos difusivos. Por ello, es de esperar que la presencia de gran número de límites de grano existente en los materiales compuestos, generado por la presencia del refuerzo, favorezca los procesos difusivos y disminuya el tiempo y la temperatura necesarios para la realización de la soldadura. Así mismo, fenómenos como la penetración, que pueden aparecer en la soldadura heterogénea y que se producen a través de los límites de grano, pueden verse favorecidas.

IV.1.2.- Determinación de la cinética de precipitación en los MMCs envejecibles de la serie 2XXX

Según algunos autores (ver II.1.6), la cinética de precipitación de los materiales compuestos se ve acelerada como consecuencia de la presencia del refuerzo. Esta variación de la velocidad de precipitación se justifica, teniendo en cuenta la diferencia existente en la densidad de vacantes y de dislocaciones si se compara el material compuesto con su aleación matriz sin reforzar. Para comprobar esta teoría y encontrar las condiciones adecuadas para los tratamientos postsoldadura, se realizó un estudio de la cinética de precipitación de la aleación 2014 reforzada con SiC. Se eligió esta aleación para realizar el estudio ya que se disponía de una cierta variedad de porcentajes de refuerzo y de la aleación matriz.

Como se ha indicado en la introducción, los estudios realizados sobre aleaciones 2014 sin reforzar indican que la secuencia de precipitación de esta aleación consta de dos fases endurecedoras: la fase θ' (Al_2Cu metaestable) y la fase cuaternaria λ' ($\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_5$) que sustituye, en las aleaciones que contienen una cantidad significativa de Si, a la fase S (Al_2CuMg). Según la bibliografía, la precipitación en las aleaciones Al-Cu-Mg-Si como la AA2014 sigue la siguiente secuencia:



La secuencia de precipitación no se altera en los materiales compuestos si no existen reacciones en la intercara. Partiendo de esta idea para realizar el estudio de la influencia del refuerzo sobre la precipitación, se ha comparado la cinética de precipitación entre la matriz sin reforzar y los materiales compuestos. Las medidas de dureza y microdureza Vickers realizadas para las diferentes condiciones de envejecimiento (170°C y 190°C) se muestran en la figura IV.26.

Para la interpretación de estas gráficas, es necesario tener en cuenta las alteraciones que produce el refuerzo sobre los valores de dureza. En la realización de medidas de

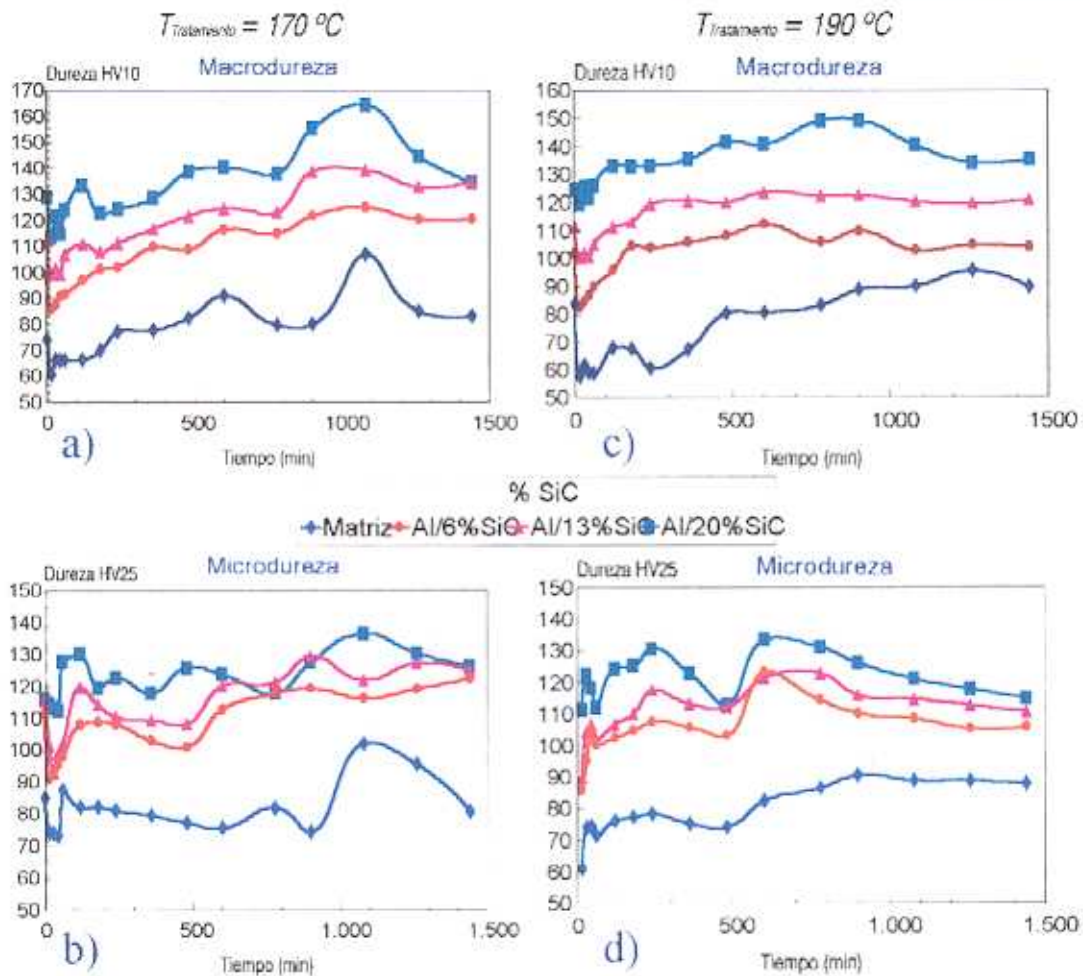


Fig. IV.26 Curvas de dureza. $T=170^{\circ}\text{C}$ a) Macrodureza b) Microdureza.
 $T=190^{\circ}\text{C}$ c) Macrodureza. d) Microdureza.

macrodureza, la indentación siempre abarca área ocupada por partículas y por matriz, por lo que el valor que se obtiene es promediado. En cambio, en microdureza se controla de una forma más precisa la situación de la indentación, aunque la medida también se puede alterar por partículas situadas bajo la superficie, el campo de deformación generado por partículas próximas etc... Por ello, las medidas realizadas tienen una gran dispersión y hay que recurrir a varias técnicas experimentales para poder corroborar las observaciones.

Otro factor destacable es que, en los materiales compuestos, no se produce una precipitación homogénea a lo largo de la matriz por dos razones fundamentales:

a) La densidad de dislocaciones en el seno de la matriz no es homogénea, ya que se producen por la diferencia de coeficientes de dilatación térmica entre el metal que

constituye la matriz y el cerámico que constituye el refuerzo. Por tanto, el número de dislocaciones será mayor en zonas con alto contenido de refuerzo y en las proximidades del mismo.

b) Los elementos de aleación tienden a segregarse hacia las intercaras matriz-refuerzo. Es frecuente en los materiales compuestos que se produzca segregación del Mg hacia las interfases matriz partícula (247), quedando la concentración de este elemento (y a veces también de silicio) más alta alrededor de las partículas que en la matriz, lo que puede afectar de forma importante a la precipitación y a los tratamientos térmicos.

Lo primero que se observa en estas curvas es que la cinética de endurecimiento de los materiales compuestos depende del % de refuerzo. El pico de mayor dureza para la aleación sin reforzar aparece a tiempos mayores que en la matriz reforzada y conforme aumenta el porcentaje en refuerzo, disminuye el tiempo necesario para alcanzar la dureza máxima. Este pico de dureza se corresponde con la precipitación de la fase metaestable θ' . La dureza máxima en estas aleaciones se corresponde con la presencia de una mezcla de las fases metaestables θ' y λ' .

Las curvas de dureza presentan otro pico de dureza algo menor, para tiempos más cortos de maduración, que se corresponde a la precipitación de la fase metaestable λ' . Ésta se ve ligeramente retrasada con el aumento de la densidad de partículas de SiC en el material. Este fenómeno se observa, fundamentalmente, cuando la maduración se realiza a 190 °C. En la figura IV.27, se idealiza la curva de dureza que experimenta esta aleación,

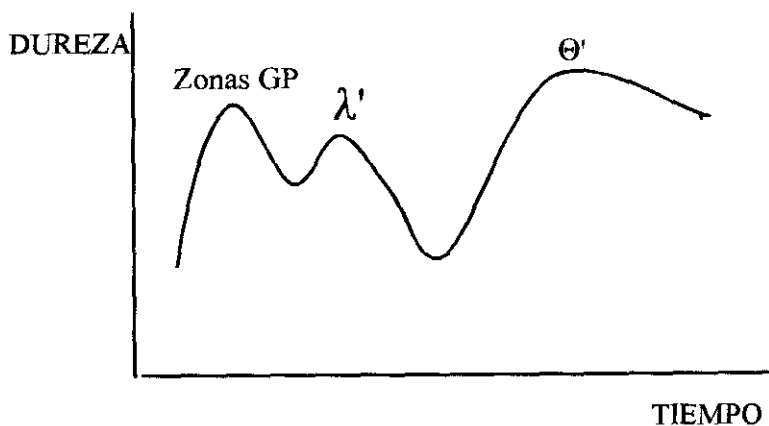


Fig. IV.27 Curva de dureza ideal de la aleación AA2014

señalándose los máximos de dureza que corresponden a cada una de las fases endurecedoras que aparecen durante el tratamiento de maduración.

La diferencia existente en la variación de la cinética de precipitación de estas dos fases está relacionada con la diferente forma en que nuclean ambas. En primer lugar, aparecen las zonas GP que nuclean homogéneamente o sobre las vacantes que se crean por el temple. Cuando estas zonas se disuelven, actúan como lugares de nucleación para la precipitación de la fase λ' , es decir, esta fase nuclea fundamentalmente en las vacantes. En cambio la fase θ' lo hace en las dislocaciones.

Debido a la diferencia existente entre el coeficiente de dilatación (Tabla IV.2) de las aleaciones de aluminio y los cerámicos que actúan como refuerzo, en este caso carburo de silicio, en los materiales compuestos, se crea durante el temple una mayor densidad de dislocaciones que en las aleaciones sin reforzar. De esta forma, se acelera la cinética de precipitación de la fase θ' , al aumentar el número de puntos de nucleación y aumenta la cantidad de este precipitado endurecedor. En cambio, al aumentar el número de partículas de SiC en el material, se produce una disminución de la concentración de vacantes, ya que, tanto las intercaras matriz-partícula, como el mayor número de límites de grano y dislocaciones existentes actúan como sumideros de estos defectos, por lo que se reduce y se retarda la precipitación de λ' .

Tabla IV.2 Coeficientes de dilatación

Componente	Coeficiente de dilatación (K^{-1})
Al	$30 * 10^{-6}$
SiC	$3 * 10^{-6}$

Algunos autores han indicado que, en estas aleaciones, es posible que el pico máximo de dureza tenga un menor valor para los materiales compuestos que para la aleación base. Este comportamiento podría estar causado, según los mismos autores, por disminución de la concentración de Cu y Mg en la matriz, debida a la formación de óxidos y espinelas en la

intercara durante la fabricación. Las observaciones realizadas en esta investigación han arrojado unos resultados opuestos.

Se ha observado que la dureza alcanzada en los materiales compuestos es mayor que la de la matriz sin reforzar y que el valor de este máximo de dureza aumenta conforme lo hace el porcentaje de refuerzo. Este hecho se atribuye a dos factores. Por un lado el aumento de la densidad de dislocaciones, conforme aumenta el porcentaje de refuerzo, produce una mayor homogeneidad en la distribución de los precipitados y favorece una precipitación más fina. Por otro lado, hay que considerar la influencia de la presencia del refuerzo sobre las medidas de macro y microdureza realizadas. Como ya se ha indicado en el desarrollo experimental, la obtención de valores representativos de dureza en los materiales compuestos resulta compleja por tratarse materiales heterogéneos.

La temperatura de tratamiento también influye en la respuesta al tratamiento térmico que tienen estas aleaciones. La proporción de fase λ' que se forma disminuye con la temperatura a la que se realiza el tratamiento de envejecimiento, lo que se refleja en la altura del pico de dureza correspondiente a esta fase. Este hecho se puede justificar ya que, a temperaturas de tratamiento bajas, la movilidad de las vacantes también lo es, por lo que la reducción de la concentración de vacantes es menor que a alta temperatura (76). Los máximos de dureza en la curva realizada a 170°C aparecen a tiempos mayores y son menos acusados que en el caso de 190°C.

Estos hechos han sido comprobados con ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) cuyos resultados se muestran en la figura IV.28. En todas las curvas, se observa la presencia de dos picos endotérmicos correspondientes a la precipitación de las fases λ' y θ' . En la curva correspondiente al análisis de la matriz sin refuerzo, es posible apreciar, además, la existencia a una temperatura de 195 °C de un pequeño pico que correspondería con la aparición de las zonas GP. Este pico no aparece en los materiales reforzados, ya que la presencia del refuerzo acelera su cinética y lo enmascara. El desplazamiento de los picos según varía el porcentaje de refuerzo confirma los datos obtenidos mediante micro y macrodurezas.

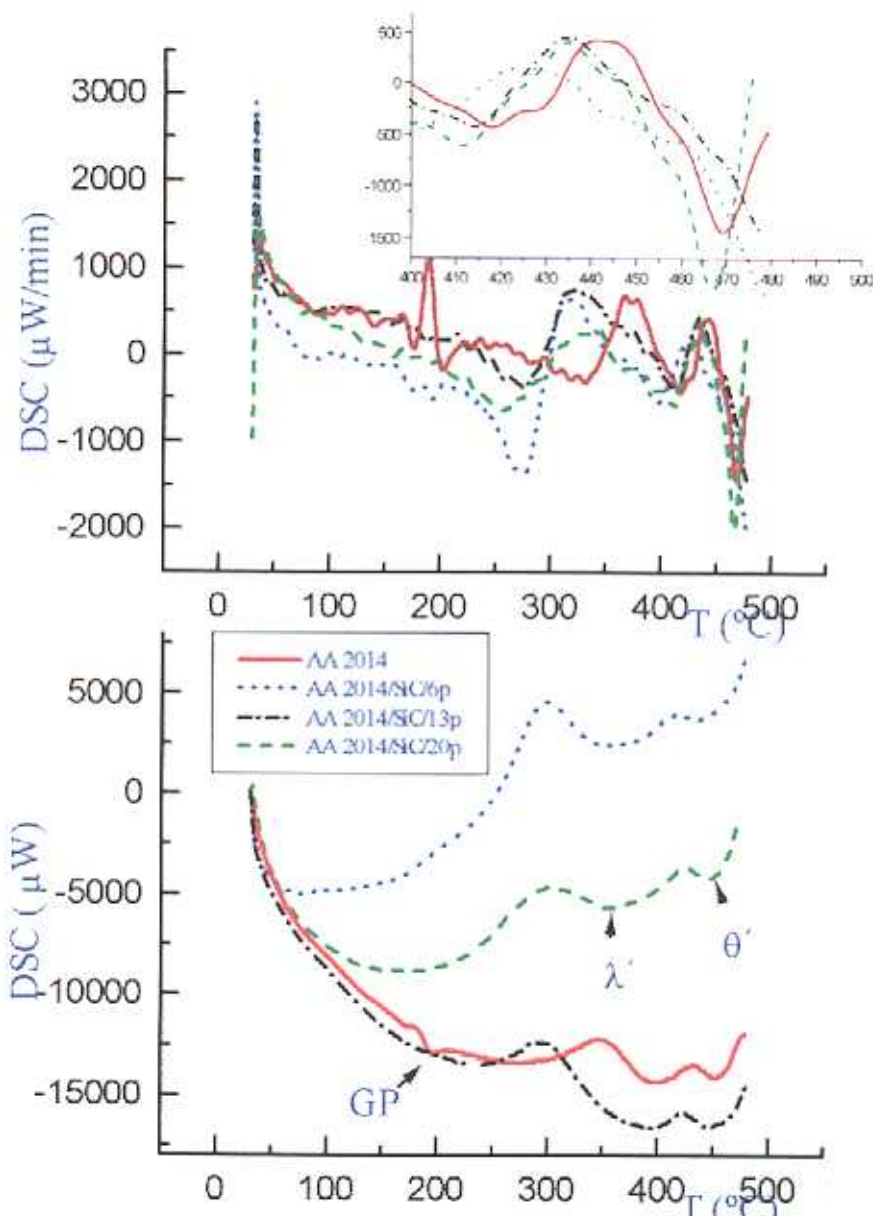


Fig. IV.28 Curvas de DSC para los 4 materiales

IV.1.3.- Estudio de las intercaras matriz partícula. TEM.

La interfase matriz-partícula es una zona de particular importancia en cuanto al comportamiento de los materiales compuestos, tal y como se ha discutido ampliamente en la Introducción de la presente memoria. Por ello, se ha considerado necesario conocer cómo influyen los procesos de soldadura en esta zona y, para lo cual, se ha hecho uso de una técnica de alto poder de resolución como es la microscopía electrónica de transmisión.

Como paso previo, se procedió a la caracterización de los materiales base, antes de efectuar el estudio de los materiales soldados.

IV.1.3.1. - AA 2124/SiC/12.5w

En la figura IV.29, se muestra la microestructura típica de esta aleación, cuando se observa mediante TEM. La aleación había recibido un tratamiento de solubilización y envejecimiento por lo que se aprecia un gran número de precipitados correspondientes a este estado, con morfología acicular, distribuidos por toda la matriz y orientados en las direcciones preferentes de la red del aluminio (Fig. IV.30). Aunque no se han identificado, probablemente se trata de la fase S' (Al_2MgSi) metaestable semicoherente.



Fig. IV.29 AA2124/SiC/12,5w



Fig. IV.30 Detalle de los precipitados (fase S')

En los límites de grano, se produce la precipitación preferente de una fase de mayor tamaño y con morfología redondeada que corresponde con la fase de equilibrio S, de estructura ortorrómbica. En estos materiales, existe gran número de lugares de nucleación heterogénea, por la elevada densidad de dislocaciones que son generadas por la gran diferencia de coeficientes de dilatación entre la matriz y el refuerzo y el gran número de

límites de grano, que surgen como consecuencia del efecto de afino de grano que favorece el refuerzo. A pesar de ello, es evidente que la nucleación homogénea tiene también una participación importante.

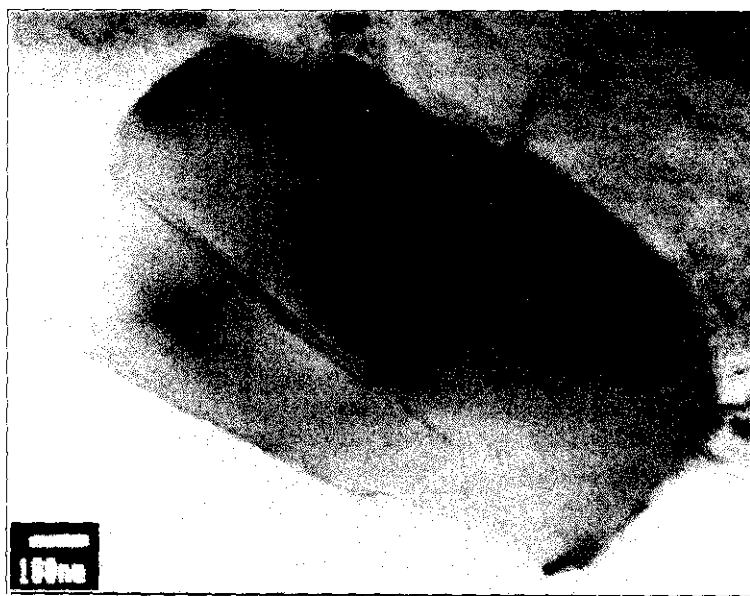


Fig. IV.31 Precipitado de Al-Si-Cu-Mn mostrando falta de apilamiento

También aparecen dispersoides en los puntos triples. El análisis por EDS de su composición indica que son fases complejas formadas por Al, Cu, Mn y Si, en las que aparecen defectos como faltas de apilamiento (Fig. IV.31). En la zona próxima al límite de grano y asociada a la precipitación preferente de las fases de equilibrio en los mismos, se sitúa una zona libre de precipitados (ZLP). No se ha encontrado precipitación preferente asociada al refuerzo.

En lo referente a la microestructura granular de la matriz, se debe indicar que ésta presenta granos alargados lo que indica que no se ha producido una recristalización completa. Esto se debe a que el refuerzo actúa impidiendo el movimiento de los límites de grano y restringe su crecimiento. Se observan, además de los límites de grano de gran ángulo que dividen estos granos, numerosos límites de grano de bajo ángulo que definen una estructura de subgrano finamente dividida, con tamaños que oscilan entre 0,5 y 2,0 μm . El tratamiento térmico ha permitido la recuperación de parte de los defectos que se generan por temple durante la fabricación y sólo se observa presencia de dislocaciones ancladas en los límites de grano.

El refuerzo de esta aleación está formado por monocristales de β -SiC, como se comprobó mediante la difracción de electrones. Este compuesto cristaliza en el sistema cúbico, con una estructura cristalina cúbica centrada en las caras. En la figura IV.32 se puede observar el aspecto típico de un corte transversal de uno de estos whiskers.



Fig. IV.32 Corte transversal de un whisker y su difracción de electrones

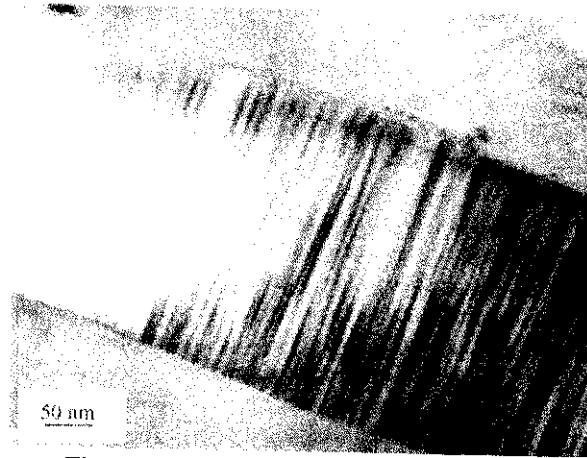


Fig. IV.33 Corte longitudinal de un whiskers

Su hábito parece hexagonal y presenta caras planas debido a que esta estructura tiene una dirección de crecimiento $[111]$. Cuando los whiskers se sitúan con su eje mayor perpendicular a la dirección de incidencia del haz de electrones, se encuentran una serie de líneas paralelas que son la evidencia de la existencia de maclas en los planos $\{111\}$ perpendiculares a la dirección de crecimiento $[111]$, y que son típicas de la estructura cristalina de este tipo de refuerzo (Fig. IV.33). La longitud media de los whiskers determinada en este material es de $2,5 \mu\text{m}$ y su diámetro medio es $0,5 \mu\text{m}$. La longitud del refuerzo es variable, debido al fraccionamiento que se produce durante el proceso de conformado secundario y se han encontrado whisker de hasta $10 \mu\text{m}$ de longitud. Aunque es frecuente que los whiskers se sitúen en los límites de grano, también es posible encontrarlos en el interior de los mismos. Mediante la técnica de campo oscuro, se ha observado que los whiskers y los precipitados de la matriz pueden presentar la misma orientación cristalográfica, como se ve en la figura IV.34 (ambos aparecen claros). Esto es

debido a que, durante los procesos de conformación, los precipitados se reorientan en la dirección de trabajado.



Fig. IV.34 Imagen de campo oscuro de un whisker y de los precipitados de la matriz

El estudio de la interfase existente entre los whiskers y la matriz en el material en estado de recepción indica que, en los whiskers, no se ha producido la reacción de formación de carburo de aluminio (Al_4C_3) en la interfase. La mayoría de ellos se encuentran libre de capas de reacción en la intercara, lo que es más frecuente en materiales fabricados por vía pulvimetalúrgica, como ocurre en este caso. La interfase muestra una morfología plana.



Fig. IV.35 Capa de reacción de SiO_2

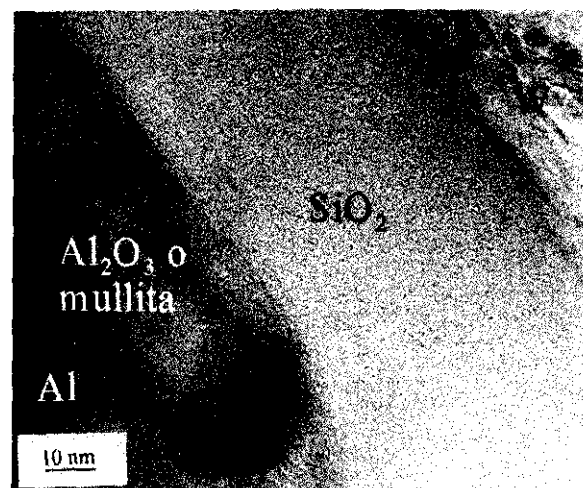


Fig. IV.36 Detalle

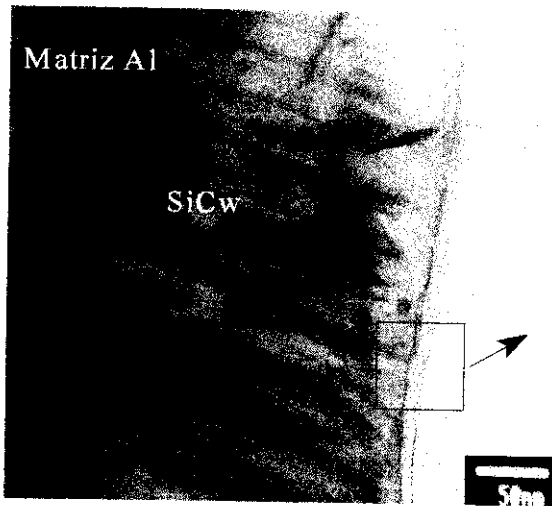


Fig. IV.37 Capa de óxido en la superficie de un whisker en sección longitudinal

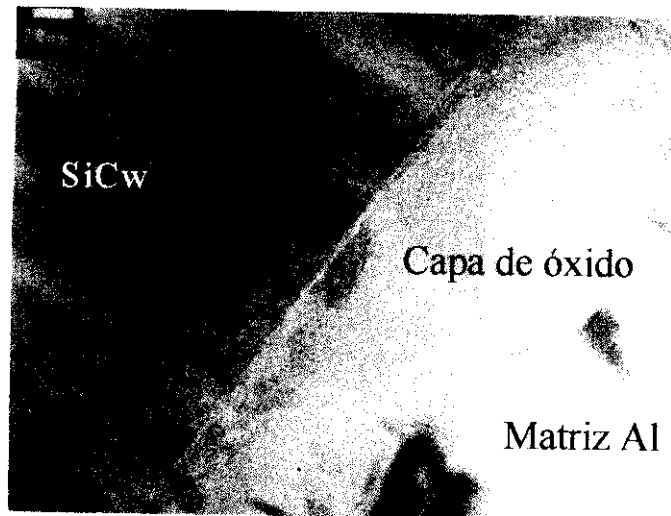
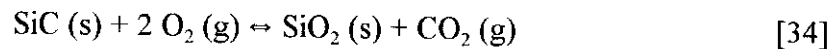
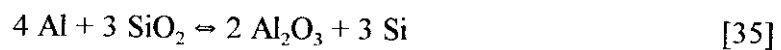


Fig. IV.38 Detalle de la capa de óxido

Sin embargo, se ha detectado, alrededor de algunos monocristales de SiC, la existencia de una capa continua y homogénea, de un espesor que oscila entre 30 y 40 μm ., como se puede ver en las figuras IV.35 y IV.36. Esta capa de reacción es evidente, tanto en cortes transversales como longitudinales del refuerzo (Fig. IV.37 y IV.38). El examen a mayores aumentos muestra que en ella no existen detalles propios de la matriz (como precipitados o dislocaciones) ni del cerámico que constituye el refuerzo (como las bandas de maclado). El análisis por EDS dio como resultado Si y O, lo que indica que podría tratarse de SiO_2 formado por oxidación del refuerzo durante el proceso de fabricación según la reacción [38]. Este compuesto ya ha sido detectado por otros autores, formando una capa de reacción tanto en partículas como en monocristales de SiC (26, 27).



Otras posibles reacciones que pueden aparecer, a partir de esta primera, son:



Es posible que, tras la formación de SiO_2 , la oxidación haya proseguido y se haya formado alúmina o incluso mullita. En la figura IV.36, se detecta la existencia de una estrecha capa

de reacción formada entre la capa de SiO_2 y el aluminio de la matriz, distinta de la sílice. Debido a su pequeño tamaño, no se ha podido realizar análisis sobre la misma, aunque su posición parece indicar que se trata del producto de una de las dos reacciones anteriores.

Existen, por tanto, dos tipos de interfases: las primeras, en las que no se detectan productos de reacción, y éstas que se acaban de comentar, en las que se observan productos de oxidación. Según los estudios realizados por otros autores (22), la oxidación superficial del refuerzo de SiC reduce la resistencia del material compuesto.

En los análisis EDS (Fig. IV.39) realizados en las cercanías de la intercara, se ha detectado que existe una mayor concentración en Mn, lo que indica cierta segregación del elemento hacia estas zonas. Este elemento también forma parte de las fases complejas que precipitan en los puntos triples. No se pudo comprobar la segregación en magnesio, que otros autores han encontrado (25-27), por el método de análisis empleado. No se ha encontrado precipitación preferente de ninguna fase que contenga Mg sobre las intercaras que es lo que produce la segregación, aunque podría haberse producido un ligero aumento de la concentración en esta zona.

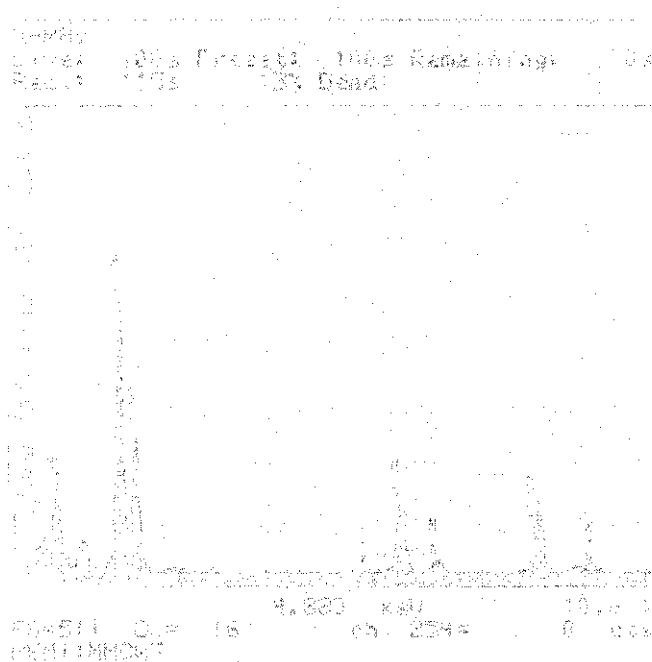


Fig. IV.39 Análisis EDS realizado en las proximidades de la intercara matriz/partícula.

IV.1.3.2. - AA2014/SiC/XXp



Fig. IV.40 Precipitados θ' en la matriz del material compuesto AA2014/SiC/6p



Fig. IV.41 Precipitados θ' en la matriz del material compuesto AA2014/SiC/6p

En las figuras IV.40 y IV.41, se muestra el aspecto de la matriz de este material en estado de recepción cuando se observa mediante TEM. Es evidente la gran abundancia de precipitados con morfología tabular que se distribuyen según tres direcciones de precipitación preferentes en la matriz. Estos precipitados, en algunos casos, tienen apariencia acicular, mientras que en otros parecen placas poligonales. Esto depende de la orientación de esta fase con respecto al plano de observación de la muestra. Puesto que su hábito es aplanado cuando se orientan con su cara más ancha paralela al haz de electrones se observan como pequeñas acículas, mientras que, cuando se sitúan perpendiculares al haz, aparecen como poligonales. Estos precipitados, por su forma, se pueden identificar como fase θ , que es una fase que precipita con una relación de orientación $[001]_{\theta'} \parallel \langle 001 \rangle_{Al}$.

El refuerzo, en este caso, está constituido por partículas de α -SiC, lo que ha sido comprobado por difracción de electrones (Fig. IV.42). Este compuesto es romboédrico por

lo que no presenta las bandas de maclado típicas de los whiskers. Las bandas que aparecen en la partícula se deben a la orientación de los planos con respecto al haz de electrones.

En cuanto a la interfase matriz partícula, se encuentra libre de productos de reacción, no habiéndose encontrado, en ningún caso, la presencia de carburo de aluminio (Fig. IV.43). La interfase actúa, en ocasiones, como lugar de precipitación preferente, por lo que a su alrededor aparece un rosario de precipitados correspondientes a las fases que también se encuentran presentes en el resto de la matriz. Sobre la partícula, se pueden observar líneas de Moire, debidas a la difracción de los electrones incidentes sobre determinados planos.



Fig. IV.42 Partícula de SiC y su difracción de electrones



Fig. IV.43 Detalle

La obtención de imágenes de microscopía electrónica de transmisión ha resultado muy compleja, como ya se explicó en el desarrollo experimental de esta memoria. Esta dificultad se debe, fundamentalmente, a que, para que el material se transparente a los electrones, debe tener un espesor inferior al micrómetro. Las partículas poseen tamaños del orden de $10 \mu\text{m}$, muy superiores a este valor mínimo. Además, el bombardeo iónico no ataca por igual a la matriz y al refuerzo, por lo que, si se prolonga mucho, se ataca la interfase entre

ambos y la partícula se desprende. Para lograr “playas de buena calidad, es necesario adelgazar mediante pulido “dimple” la muestra hasta el mínimo espesor posible, preferiblemente por debajo de 10 μm , con objeto de reducir el tiempo empleado en el bombardeo iónico.

IV.1.3.3.- AA 6061/ Al_2O_3 /XXp

El estudio mediante microscopía de transmisión de los materiales reforzados con partículas es más difícil aún que el de los reforzados con whiskers, ya que, debido al mayor tamaño de las partículas, no es fácil conseguir secciones transparentes a los electrones.

La observación mediante TEM (Fig. IV.44) de estos materiales revela una matriz recristalizada de granos equiaxiales separados por límites de grano de gran ángulo, así como algunos límites de bajo ángulo que dividen subgranos. Los límites de grano actúan como punto de precipitación preferente y, en ellos, se puede observar la existencia de precipitados incoherentes de morfología redondeada de fase β (Mg_2Si).



Fig. IV.44 AA6061/ Al_2O_3 /10p



Fig. IV.45 Difracción de ϵ de Al_2O_3

El refuerzo de estos materiales está constituido por alúmina α , que se ha identificado mediante difracción de electrones (Fig. IV.45), que posee una estructura cristalina hexagonal. Las líneas que se pueden observar en el interior de la partícula se deben a la orientación de los planos cristalinos con respecto al haz de electrones.

Se ha detectado, en la interfase matriz-partícula, la existencia de unos precipitados discontinuos (E) de aspecto cristalino (Fig. IV.46), con una longitud de $1 \mu\text{m}$ y una anchura de $0,5-0,75 \mu\text{m}$. Esta fase crece a partir de la alúmina (A), nuclea sobre ella y tiene alguna relación de orientación cristalográfica con la estructura del cerámico. En algunos puntos, se puede decir incluso, que se mantiene la coherencia entre ambas fases (Fig. IV.47).



Fig. IV.47 Formación de espinelas

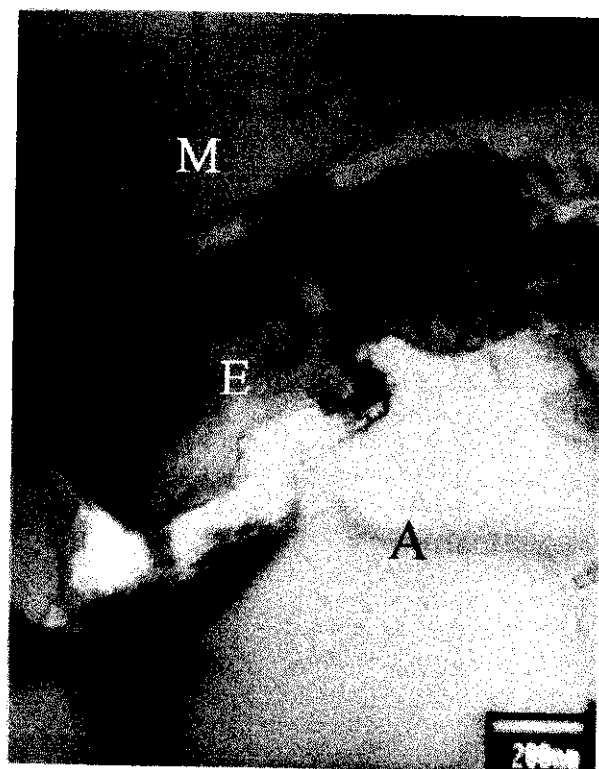
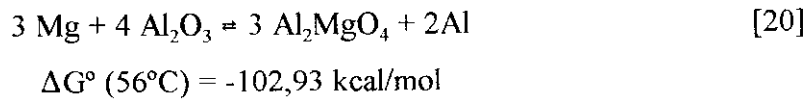


Fig. IV.46 Detalle

El análisis por EDS de este compuesto dio como resultado Al, O y Mg, por lo que esta fase se identificó como la espinela $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$, con estructura cristalina cúbica diamante. La

formación de esta espinela en los materiales compuestos reforzados con alúmina y que tienen como elemento aleante de la matriz Mg, se produce según la reacción directa:



Se realizaron medidas de composición por microanálisis EDS en la matriz, en los precipitados y en los alrededores del refuerzo (Fig. IV.48). Se vio que, alrededor de las partículas de alúmina, existe una zona de la matriz de bajo contenido en magnesio (M), debido a que se ha producido segregación de este elemento hacia la interfase, a causa de la reacción de formación de la espinela.

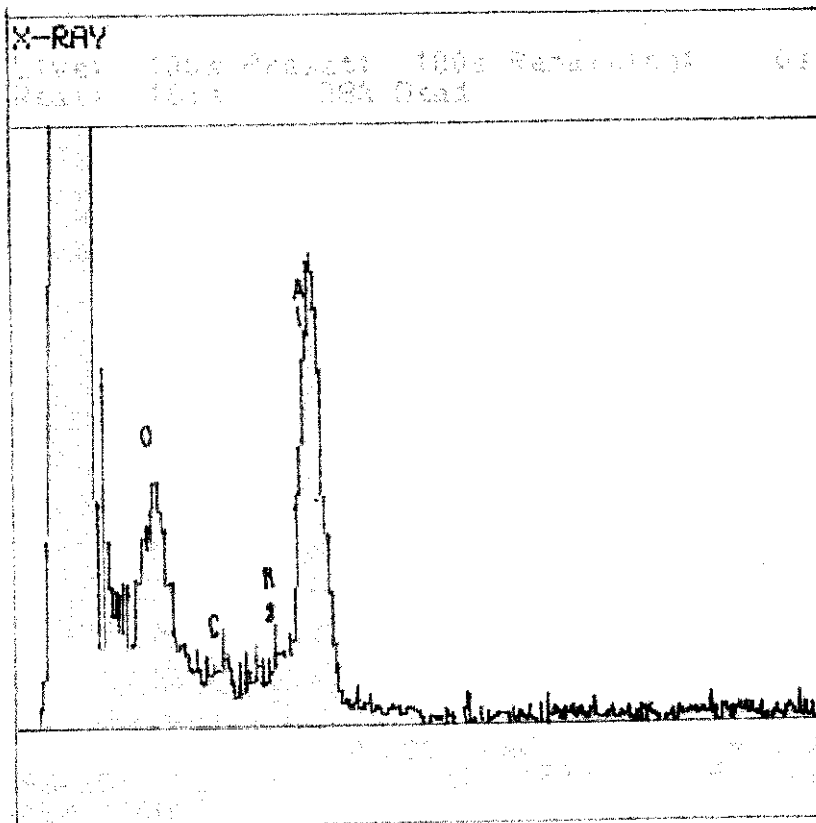


Fig. IV.48 Pérdida de Mg en las proximidades de Al_2O_3

IV.1.4.- Caracterización mecánica de los materiales base

A la hora de interpretar los resultados obtenidos de estos ensayos, hay que considerar que no se realizaron sobre probetas normalizadas, por lo que los resultados obtenidos sólo tienen sentido para compararlos con los de las uniones soldadas. Serán el punto de referencia a la hora de interpretar los resultados de los ensayos de cizalladura. Los resultados de estos ensayos se recogen en la Tabla IV.3.

Tabla IV.3. Medidas de resistencia del material base.

Material	Resistencia máxima a tracción (MPa)		
	Sin tratamiento	T.T. de soldadura por difusión	T.T. de soldadura fuerte
AA2124/SiC/12,5w	-	164	-
AA6061/Al ₂ O ₃ /10p	213	175	269
AA6061/Al ₂ O ₃ /20p	238	177	330
AA7005/Al ₂ O ₃ /10p	483	-	344
		T6	
AA2014/SiC/6p		251	
AA2014/SiC/13p		205	
AA2014/SiC/20p		305	

De ellos se deduce que los materiales de matriz 6061 presentan una menor resistencia a tracción que el de matriz 7005 en estado de recepción.

La aplicación de tratamiento post-soldadura utilizado en soldadura fuerte origina un incremento de resistencia en los materiales AA 6061/Al₂O₃/XXp. Por el contrario, el material de matriz 7005 disminuye su resistencia al ser tratado térmicamente (343 MPa frente a 483 MPa).

También hay que indicar que el ciclo de soldadura por difusión, con enfriamiento lento en el horno, produce un sobreenviejamiento de los materiales que hace caer de forma importante la resistencia de todos los materiales.

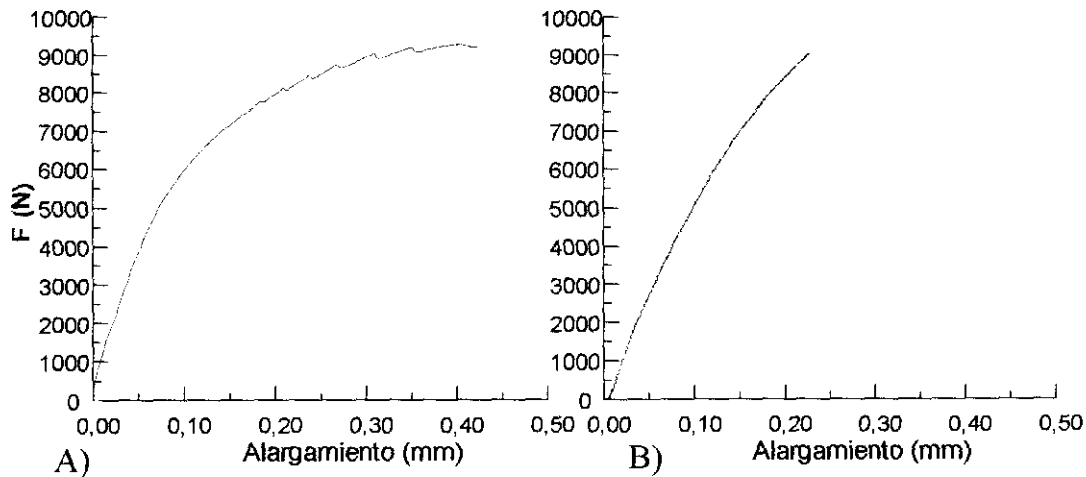


Fig. IV.49 Curvas de tracción. A) AA 2014/SiC/6p B) AA 2014/SiC/20p

En los ensayos realizados sobre el material de matriz AA 2014, se observa que la resistencia aumenta conforme aumenta el porcentaje de refuerzo, lo cual coincide con los datos y teorías que se han expuesto en la parte teórica. El valor del material con un contenido del 13% en partículas supone una discrepancia en esta tendencia, que puede estar originada por el hecho de que los ensayos no se han realizado sobre probetas normalizadas. En este caso, la rotura se produjo en la zona cercana a las mordazas de la máquina de ensayos, por lo que se pudo reducir la carga soportada. Es de suponer que la resistencia de este material sea algo más elevada, con un valor comprendido entre el de los otros dos materiales que poseen la misma matriz. En la figura IV.49, se puede observar el aspecto típico de las curvas de tracción de estos materiales. Se observa que el aumento de la resistencia conlleva una reducción de la ductilidad que se refleja en el menor alargamiento a rotura que se produce (las probetas ensayadas tenían la misma longitud).

IV.1.4.1.- Fractografía

Una vez ensayados a tracción los materiales base, se estudiaron las superficies de rotura de las probetas. En el estudio de la superficie fractográfica, la nucleación de defectos asociados

con las partículas, como la rotura de las mismas o la descohesión interfacial, es relativamente difícil de identificar. La presencia de grietas secundarias en las partículas, fuera del plano de fractura, indica el fallo por rotura del refuerzo, mientras que la descohesión interfacial se reconoce por la presencia de fragmentos de matriz sobre la superficie de las partículas o por la existencia de zonas planas, de apariencia porosa, en la superficie de fractura de la matriz, que corresponden con la descohesión en la cara de la matriz (248). La participación relativa de la matriz y del refuerzo en la fractura se refleja en el número de partículas expuestas en la superficie de la fractura y en los huecos existentes en la matriz. Cuanto más profundos sean los huecos y menor número de refuerzos se observe, mayor será la contribución de la matriz, apareciendo al mismo tiempo una tendencia mayor a la estricción macroscópica.

A) AA2124/SiC/12,5 w

La superficie de rotura de este material presenta claras evidencias de rotura dúctil. El tamaño del hueco dúctil es muy pequeño, como se puede apreciar en la figura IV.50 que muestra el aspecto general de la superficie de rotura. En el examen a mayores aumentos (Fig. IV.51), se detectan huellas de “pull out”, pequeños poros de donde se han arrancado los whiskers, aunque en éstos no se encuentran restos del refuerzo. Este modo de rotura consiste en que las fibras se despegan de la matriz y quedan extraídas, sin alcanzar su resistencia teórica, según el esquema de la figura IV.52. El número de huellas de este modo de rotura sobre la superficie del material es pequeño, lo que indica que contribuye poco al fallo y que la resistencia de la interfase es buena.

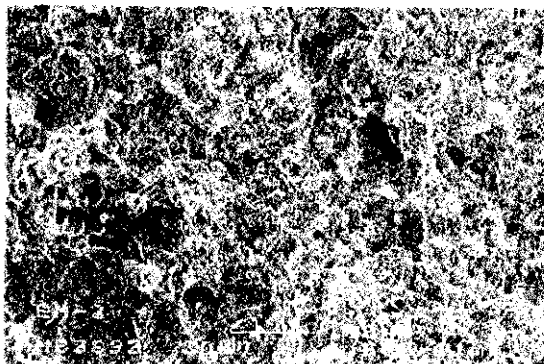


Fig. IV.50 Rotura dúctil de 2124/SiC/12.5w

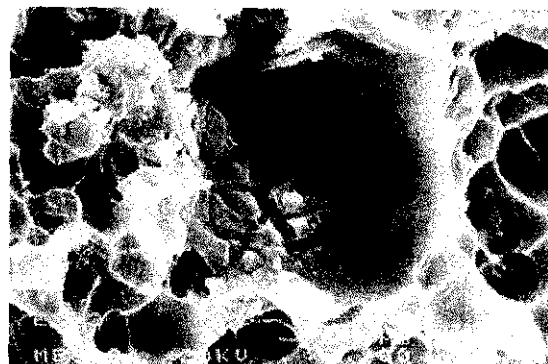


Fig. IV.51 Detalle

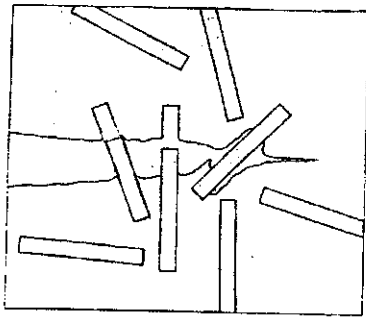


Fig. IV.52 Esquema de "pull out"

La pequeña proporción de refuerzo existente en la superficie de rotura indica que el fallo se ha producido en la matriz, que se encontraba sobrevenjeada. En el fondo de los huecos de rotura dúctil se observan, de hecho, precipitados gruesos de fase S (Al_2CuMg), que, probablemente, sean el punto de nucleación de la fractura.

B) AA2014/SiC/XXp

El estudio fractográfico de estos materiales se realizó tanto en un corte transversal como sobre la superficie de rotura, para determinar con mayor claridad las causas del fallo. El corte transversal de las probetas de tracción de estos cuatro materiales presenta una morfología en forma de diente de sierra (Fig. IV.53), procedente del mecanismo dúctil de copas y conos que produce la fractura. Se observa cómo la grieta avanza, enlazando una partícula con otra. Además, tiende a desviarse hacia las zonas con elevado contenido en partículas, es decir, hacia los clusters. También se observa la presencia de grietas

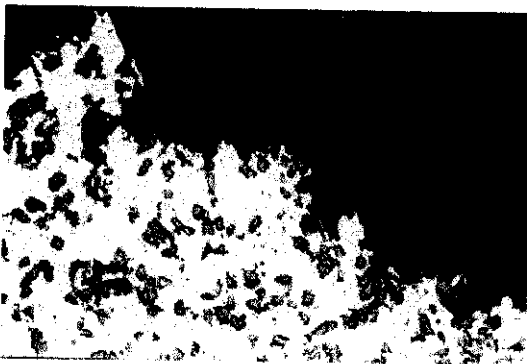


Fig. IV.53 Corte transversal de la zona de rotura de AA2014/SiC/20p T6.



Fig. IV.54 Detalle

secundarias que avanzan hacia el interior del material y que normalmente se encuentran asociadas, de nuevo, a altas densidades de refuerzo. En un detalle a más aumentos (Fig. IV.54), se puede observar con precisión un gran número de detalles que nos permiten establecer cómo se produce la rotura. Existen evidencias de que comienzan a generarse huecos, tanto en las interfases matriz partícula, como en el interior de la propia matriz. La

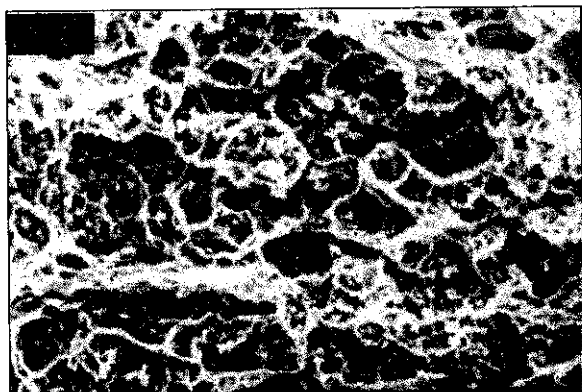


Fig. IV.55 Superficie de rotura de AA2014/SiC/6p

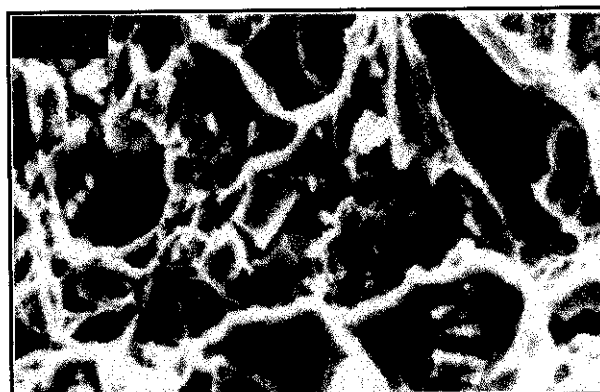


Fig. IV.56 Partícula rota por límite de macla

generación de huecos en la matriz es más frecuente en las zonas donde las partículas se encuentran más aglomeradas, ya que en estos puntos existe una elevada tensión triaxial. Al mismo tiempo, algunas partículas (que puede que contengan algún tipo de defecto) superan su límite de resistencia y rompen, creando a la par nuevos huecos. En un momento dado, algunas de estas microcavidades se agrupan y generan una grieta que progresa a través de los huecos que se han ido formando, hasta la total rotura del material.

La observación de la superficie de fractura también muestra detalles interesantes de rotura dúctil, mediante el mecanismo que se acaba de describir. A pocos aumentos (Fig. IV.55), se aprecia un gran número de huecos dúctiles en el centro de los cuales se sitúan frecuentemente partículas de refuerzo. El tamaño del hueco depende de si se ha generado en una partícula o en el material base. Cuando es el refuerzo el punto de nucleación del hueco, éste es más grande.

A más aumentos, se observa que existen multitud de partículas rotas (Fig. IV.56). Cuando el refuerzo cerámico se rompe, las superficies de fractura que aparecen en él tienen un aspecto muy liso, como corresponde a la fractura frágil de estos compuestos. La rotura del refuerzo es más frecuente cuando éste contiene defectos como límites de macla o faltas de apilamiento (57). Cuando el fallo se genera en la intercara matriz partícula, la mayor parte de las veces lo hace por despegue, ya que las superficies resultantes son muy lisas y no quedan restos de matriz adheridos a la partícula. Pero éste no es el único modo existente

de fallo, ya que, sobre algunas partículas, se detectan restos de matriz con evidencias de rotura microdúctil (Fig. IV.57).



Fig. IV.57 Detalles de rotura microdúctil

Si comparamos las superficies de rotura de los tres materiales compuestos (6%-13% y 20% SiC), para evaluar el efecto del porcentaje de refuerzo en la rotura, se observa que, conforme aumenta éste, es más frecuente encontrar partículas dentro de los huecos dúctiles (ya que existe una mayor cantidad de ellas). También se homogeneiza el tamaño de hueco, ya que, al existir más partículas, el mecanismo de nucleación de huecos en la matriz, que genera huecos pequeños, deja de tener importancia y sólo aparecen los huecos más grandes creados por las partículas de refuerzo.

C) AA6061/Al₂O₃/XXp

El estudio de la superficie de rotura AA6061/Al₂O₃/10p en estado de recepción (Fig IV.58) revela numerosas huellas de rotura dúctil, como copas, desgarro en grietas secundarias en el material base, etc. A más aumentos (Fig. IV.59), se aprecia la existencia de partículas rotas, lo que indica que se ha sobrepasado la resistencia máxima de las mismas. También se encuentran evidencias de despegues en la intercara. El refuerzo se haya situado en muchas ocasiones en el fondo de las copas dúctiles, de lo que se deduce que actúan como nucleadoras de estos fallos. Por tanto, en general, se puede decir que la rotura es dúctil y que a ella contribuyen varios mecanismos como son rotura de partículas, despegues en la intercara matriz/partículas y fallo de la matriz.

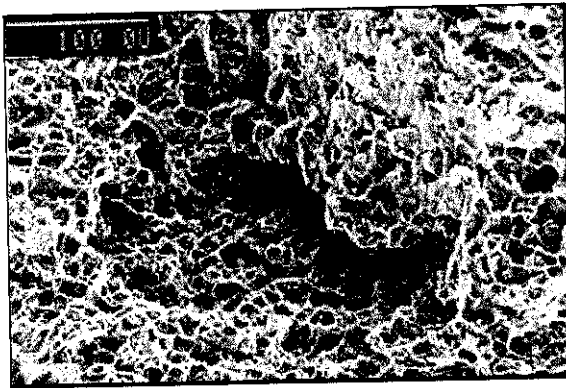
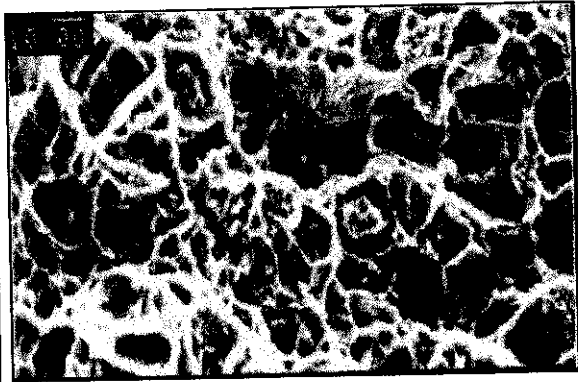
Fig. IV.58 Fractografía de AA6061/Al₂O₃/10p

Fig. IV.59 Detalle

Tras el tratamiento térmico correspondiente a la soldadura fuerte, se observa que la rotura sigue siendo fundamentalmente dúctil, aunque el tamaño de las copas se hace menor, sobre todo, en la zona externa de la probeta. El examen a mayores aumentos (Fig. IV.60), indica que la contribución del refuerzo, y sobre todo de su interfase, a la rotura se hace mayor. Se observan más partículas sobre la superficie de rotura y, aunque algunas de ellas están rotas, en la mayoría existen evidencias de despegue en la interfase matriz-partículas, como restos de matriz adheridos a la alúmina. La causa de este comportamiento puede encontrarse en que el prolongado tiempo de tratamiento a alta temperatura favorezca la formación de productos de oxidación, como MgAl₂O₄ en la interfase por reacción del magnesio, presente como aleante en la matriz, y la alúmina, que ya han sido detectados por microscopía electrónica de transmisión. La formación de estas fases lleva asociada una pérdida de magnesio en las zonas adyacentes a la partícula que produce un ablandamiento de la matriz.

Las superficies de rotura de AA6061/Al₂O₃/20p en estado de recepción son muy semejantes a las del material anterior. Presentan las mismas características, con la diferencia

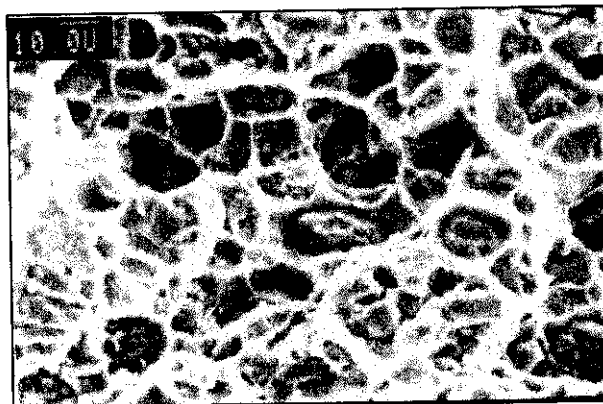


Fig. IV.60 Efecto del tratamiento térmico.

fundamental de que existe una importante variación en el tamaño de partícula. Como se trata de partículas de mayor tamaño, los huecos dúctiles que se nuclean en ellas también tienen un tamaño algo mayor.



Fig. IV.61 Partículas rotas

Tras el tratamiento térmico, la variación de la microestructura es semejante a la que se produce en el caso anterior, con crecimiento del tamaño de los huecos y abundancia de partículas sobre la superficie de rotura, aunque, junto con claras evidencias de fallo a través de la intercara, se encuentran partículas que han alcanzado su resistencia máxima y han roto (Fig. 61).

D) AA7005/Al₂O₃/10p

Si se compara la superficie de rotura de este material compuesto en estado de recepción (Fig. IV.62) con la de su homólogo en porcentaje de refuerzo AA6061/Al₂O₃/10p, se encuentran muchas semejanzas, pero también ciertas diferencias que, obviamente, son debidas a la diferente composición de la matriz. Entre las semejanzas, cabe citar que la rotura presenta claras evidencias de un modo de fractura dúctil con abundancia de huecos dúctiles. Las partículas, que se observan en mayor número en este material que en el que contiene el mismo porcentaje de refuerzo en una matriz AA6061, aparecen situadas, en la mayoría de los casos, en el interior de los citados huecos. Entre las diferencias que se pueden mencionar, la más llamativa es que se encuentran muy pocas partículas rotas. La

mayor contribución a la rotura se produce por parte de la matriz y de las interfases refuerzo partícula.

En este caso, el efecto que produce el tratamiento térmico sobre el aspecto de la superficie de rotura (Fig. IV.63) es distinto que en los dos casos anteriores. El tamaño del hueco dúctil no sufre variación alguna, mientras que se observan muchos menos detalles que indiquen rotura a través de la interfase de la matriz con el refuerzo. Además, el número de partículas que se encuentran sobre la superficie de rotura disminuye con respecto al material sin tratamiento térmico. Se deduce, entonces, que el tratamiento al que se ha visto sometido el material no sólo no degrada la interfase, como ocurría en el caso anterior, sino que la refuerza.

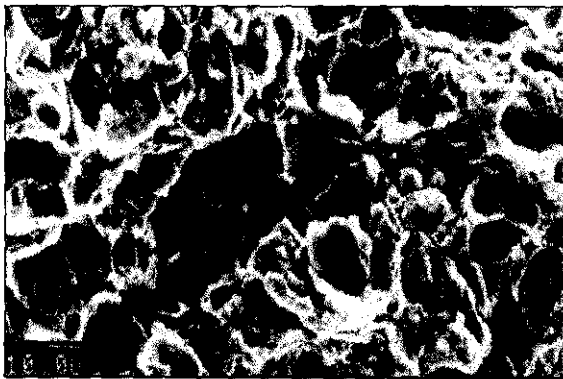


Fig. IV.62 Superficie de fractura de 7005/Al₂O₃/10p

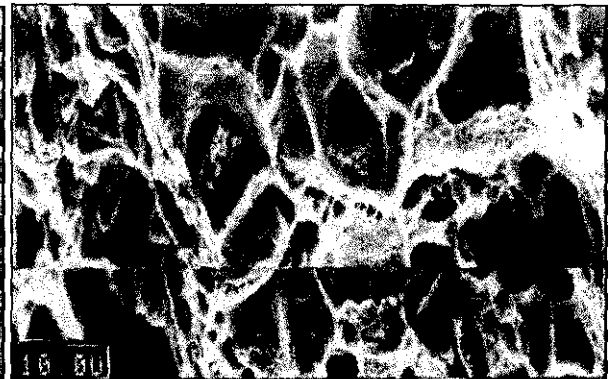


Fig. IV.63 Efecto del tratamiento térmico

Estos hechos se pueden correlacionar con los valores de resistencia obtenidos. Mientras que, en los materiales con matriz AA6061, el tratamiento térmico produce un ligero aumento de la resistencia del material, en el caso del material AA 7005, se produce una disminución.

En el primer caso, el aumento del tamaño de hueco y del número de partículas de refuerzo sobre la superficie indica que la matriz se hace más resistente durante el tratamiento, por lo que su contribución a la rotura se hace menor y la resistencia total del material aumenta. En el segundo caso ocurre lo contrario, con una gran contribución de la matriz en el fallo del material.

IV.1.5. Conclusiones parciales

- I. El tamaño de grano en los materiales compuestos depende del porcentaje y del tamaño del refuerzo. Disminuye con el aumento del porcentaje de refuerzo y con la reducción de su tamaño (por ejemplo cuando el refuerzo es de whiskers en vez de partículas). La presencia del refuerzo favorece la recristalización dinámica durante la fabricación.
- II. Se puede aumentar el porcentaje de refuerzo mediante un aumento del tamaño o del número de elementos. Según se elija una opción u otra, se produce una evolución distinta de la microestructura.
- III. La distribución del refuerzo no es homogénea, sino que se producen fenómenos de bandeo y "clustering", debido a los procesos de conformado. La distribución heterogénea del refuerzo hace variar de forma local el tamaño de grano, que es menor en las zonas de alta densidad de cerámico.
- IV. En los materiales AA 2014/SiC/XXp, la adición del refuerzo acelera la cinética de las zonas GP y la precipitación de θ' , mientras que disminuye la velocidad de formación de precipitados λ' . Debido a esto, el tiempo necesario para alcanzar el pico de máxima dureza en los tratamientos de envejecimiento de los materiales compuestos es menor que en la matriz sin reforzar. En general, se puede decir que la aceleración o el retraso de la cinética de precipitación de los materiales compuestos dependerá de cuáles sean los lugares de precipitación preferentes, ya que se produce una disminución en la concentración de vacantes y un aumento de la densidad de dislocaciones con respecto al material sin reforzar con la misma historia térmica.
- V. La presencia de refuerzo favorece la precipitación heterogénea tanto en la interfase matriz-partícula como en límites de grano.

-
- VI. Las reacciones que se producen en la interfase, como consecuencia de los tratamientos térmicos a los que se pueden someter los materiales compuestos, pueden alterar las propiedades mecánicas del mismo.
- VII. En el estudio mediante microscopía de transmisión de la interfases SiC/matriz, no se han encontrado evidencias de formación de Al_4C_3 , aunque sí se ha detectado la formación de capas de oxidación formadas por SiO_2 . Este compuesto no se encuentra en todas la interfases, sino sólo en algunas.
- VIII. La reacción del magnesio con los refuerzos de alúmina, cuando este elemento se haya presente en la matriz, produce la formación de espinelas (Al_2MgO_4) en forma de cristales discretos en las interfases de las partículas de alúmina y la pérdida de este elemento en la matriz que rodea al refuerzo.
- IX. La rotura de los materiales compuestos es fundamentalmente dúctil. La resistencia alcanzada depende de en qué medida participa cada uno de los factores que contribuyen a la rotura (rotura del refuerzo, despegue de la interfase, fallo de la matriz). Cuando el refuerzo es de whiskers, pueden aparecer fenómenos de “pull out”.

ABRIR IV.2.-

