

Determinación de la Resistencia a Cortadura en Uniones AA7075-Alúmina Soldadas por Difusión

POR J. QUIÑONES, A. UREÑA y J.M. GÓMEZ DE SALAZAR *

Presentado en la Sesión Científica
celebrada el 17 de abril de 1991

I. Introducción.

En los últimos años se han conseguido importantes avances en el campo de los materiales cerámicos, lo que ha producido un aumento en sus campos de aplicación. Esto ha sido debido a las singulares propiedades tanto físicas como químicas que presentan estos materiales, como son sus elevadas resistencias a la compresión, abrasión, corrosión junto a sus bajos coeficientes tanto de conductividad térmica como eléctrica. Gracias a estas propiedades los materiales cerámicos han desplazado a los metales en muchas de sus aplicaciones tradicionales. La utilización conjunta de ambos materiales plantea el problema de la fabricación de uniones metal-cerámico. En la actualidad es la soldadura por difusión en estado sólido una de las técnicas más investigadas para este tipo de uniones. (1) (2).

En el presente artículo se estudia la soldadura por difusión de un cerámico de elevada resistencia, como es la alúmina, a la aleación de aluminio AA 7075, considerada dentro del grupo de aleaciones de aluminio de alta resistencia.

La soldadura entre la alúmina y la aleación de aluminio AA 7075 se realizó de forma directa, sin utilizar láminas de intermediarios metálicos, debido a que la aleación de aluminio tiene un comportamiento lo suficientemente dúctil para amortiguar la existencia de tensiones residuales producidas durante el enfriamiento, que es el principal problema que plantea en este tipo de uniones. (3) (4).

* Dpto. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metálica. Facultad de Ciencias Químicas.
Universidad Complutense de Madrid.

II. Proceso Experimental.

Los materiales empleados para este trabajo fueron:

- 1) Una aleación AA 7075 con una composición porcentual (%peso) de Al- (5.1-6.1) Zn - (2.1-2.9) Mg- (1.2-2.0) Cu - 0.5Fe- 0.4Si- 0.3Mn- (0.18-0.28)Cr- 0.05Zr. Dicho material fue suministrado en forma de chapas con espesores de 2.5 mm, en un estado "T4".
- 2) La alúmina era un material sinterizado de muy baja porosidad y una alta pureza (99.99%), conteniendo pequeñas trazas de magnesia y circonia. El material fue suministrado en forma de cilindros ($\Phi = 10$ mm, $L = 100$ mm).

Las piezas a ser soldadas fueron preparadas superficialmente con un desbaste en papel abrasivo hasta grado 600 y lavadas ultrasónicamente en acetona.

La soldadura por difusión se realizó en un horno de vacío modificado para poder aplicar una presión a compresión a las piezas a soldar durante el proceso de unión. Se prefijaron las condiciones de presión de soldadura (6 MPa) y una atmósfera ligeramente oxidante (10^{-3} Pa). La presión de soldadura seleccionada tiene como misión producir un íntimo contacto entre los materiales a unir, a la vez que conseguir, una rotura parcial de la capa de alúmina γ , que se forma instantáneamente cuando se ponen en contacto las aleaciones de aluminio con la atmósfera.

En todos los ensayos de soldadura realizados, los procesos de enfriamiento fueron lentos (20.8°C/s), para de esta manera intentar relajar, en lo posible, las tensiones residuales que aparecen en la intercara de unión debido al diferente coeficiente de dilatación que poseen los dos materiales que se sueldan (3). Asimismo las uniones fueron sometidas posteriormente a procesos de relajación de tensiones consistente en un calentamiento a 200°C durante 3 h.

En primer lugar se realizaron una serie de ensayos previos para determinar las condiciones óptimas de soldadura. Una vez determinadas estas condiciones se procedió a la determinación de la resistencia de las uniones soldadas. Para ello se escogió el ensayo a cortadura de la unión por ser uno de los más empleados en este tipo de uniones (5). Posteriormente se realizó tanto el estudio metalográfico de la intercara de unión, como un estudio fractográfico de las uniones realizadas.

III. Resultados y Discusiones

3.1.- Determinación de las condiciones y resistencia a cortadura de la unión

En una primera secuencia de ensayos se determinaron las condiciones óptimas de soldadura para esta unión, en las cuales no se produce una deformación plástica excesiva en el material metálico. En esta serie de ensayos solamente se modificaron las variables "temperatura y tiempo de soldadura", manteniendo la presión como parámetro fijo (6MPa). Se trabajó con temperaturas del orden de 0.6 Tf de la aleación AA 7075 (de 360 a 400°C). Se utilizaron períodos de soldadura prolongados con tiempos comprendidos entre 300 y 3600 minutos. La secuencia de ensayos viene recogida en la tabla 1. En la figura 1 se puede observar unas macrografías de los ensayos realizados. Es de destacar el quemado de grano que se produce en el caso "a" cuando la temperatura de soldadura es de 400°C, mientras que en las uniones "b" y "c" se produce una elevada deformación. Sólo las uniones "d" y "e", soldadas a temperaturas comprendidas entre 360 y 380°C, han experimentado una deformación comprendida dentro del rango permitido por la industria. (< 10%)

Tabla 1. Ensayos previos para la determinación de las condiciones de

Probeta	P (MPa)	T (°C)	t (min)	Observaciones
P1	6	440	300	Fusión
P2	6	425	3600	Deformación elevada
P3	6	400	3600	Deformación
P4	6	380	3600	Deformación reducida
P5	6	360	3600	Sin deformación
P6	6	360	3000	Soldada
P7	0	360	3000	Soldadura defectuosa
P8	6	330	3600	No soldó

Una vez determinadas las condiciones de soldadura para las cuales no se producía ni una elevada deformación, ni tampoco un quemado de grano en la aleación AA 7075, se realizaron un segundo ciclo de ensayos para de esta manera determinar la resistencia de la unión. Para ello se realizaron uniones a temperaturas de 360 y 380°C con tiempos comprendidos entre 3200 y 6000 minutos.

Para ello se diseñó una probeta cuyas dimensiones vienen recogidas en el esquema de la figura 2. Dicha probeta fue ensayada a cortadura como muestra la figura 3; utilizando para ello unas mordazas especialmente diseñadas para que la tensión fuera a través de la intercara de soldadura.

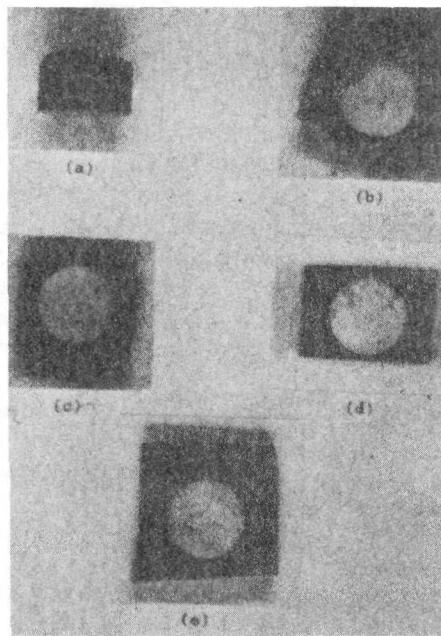


Fig. 1. Ensayos previos de soldadura

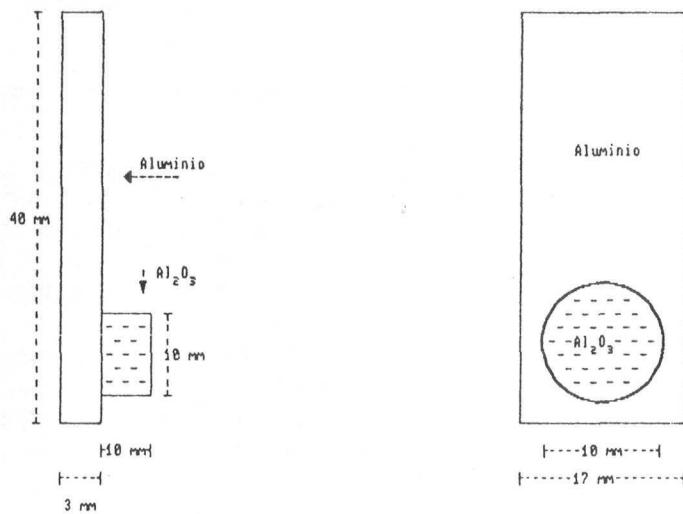


Fig. 2. Esquema de la probeta para ensayos de cortadura

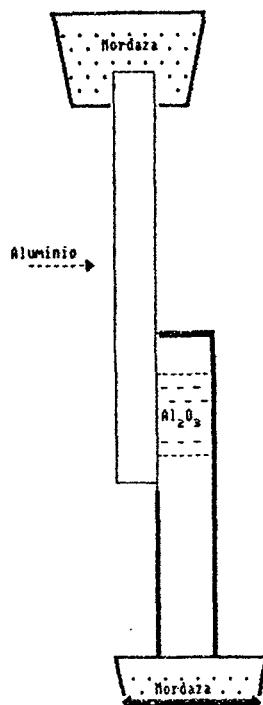


Fig. 3. Esquema del ensayo de cortadura.

Las condiciones de los ensayos así realizados junto con las resistencias a cortadura obtenidas, vienen recogidos en la Tabla 2, donde se comprueba que las máximas resistencias medidas fueron de aproximadamente 60 MPa, en una unión soldada a 360°C durante un período de tiempo muy prolongado (100 h).

Tabla 2. Resistencia a cortadura de uniones AA 7075-Alumina

Probeta	P (MPa)	T (°C)	t (min)	c (MPa)
C1	6	360	3200	13.6
C2	6	360	3600	18.0
C3	6	360	4000	43.8
C4	6	360	6000	60.2
C5	6	380	3200	14.0
C6	6	380	3600	33.5
C7	6	380	4000	---

Algunas de las curvas tensión/deformación obtenidas vienen representadas en la figura 4, pudiéndose deducir los siguientes extremos:

a) Se observan dos tramos claramente diferenciados en la curva, que pueden ser debidos, tanto a la deformación producida en los inicios del ensayo de la aleación de aluminio, mientras que el segundo tramo, se debe principalmente a la ruptura de la unión por el cerámico base.

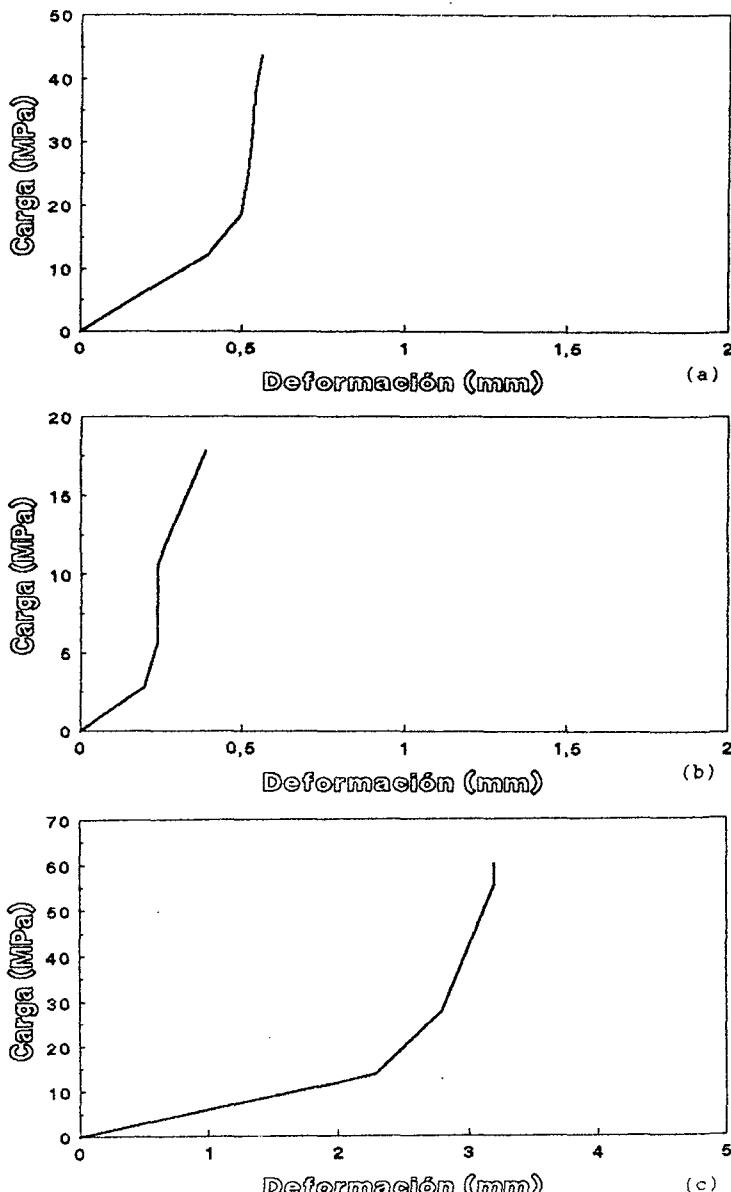


Fig. 4. Curvas tensión/deformación para ensayos de cortadura de uniones soldadas

b) Cuanto mayor es la resistencia a cizalladura de la unión mayor es la deformación producida durante el ensayo. Dicha deformación se produce en la aleación de aluminio antes de que comience la ruptura del cerámico, lo que demuestra la alta calidad de la unión en las condiciones de soldadura antes señaladas.

En la figura 5 se representa la resistencia a cortadura medida en función del tiempo de soldadura, como puede apreciarse a medida que aumenta el tiempo de soldadura (a una temperatura de 360°C), aumenta la resistencia mecánica de la unión, hasta alcanzar el valor máximo antes señalado (60.14 MPa), cuando el tiempo de soldadura es de 100 h. Cuando la temperatura de soldadura utilizada es de 380°C, se obtiene una resistencia máxima de 34 MPa para un tiempo de 60 h, pero a medida que aumentamos el tiempo de soldadura se produce un aumento de la deformación, superando el límite del 10% antes comentado lo que hace que sea imposible determinar la resistencia a cizalladura en estas condiciones.

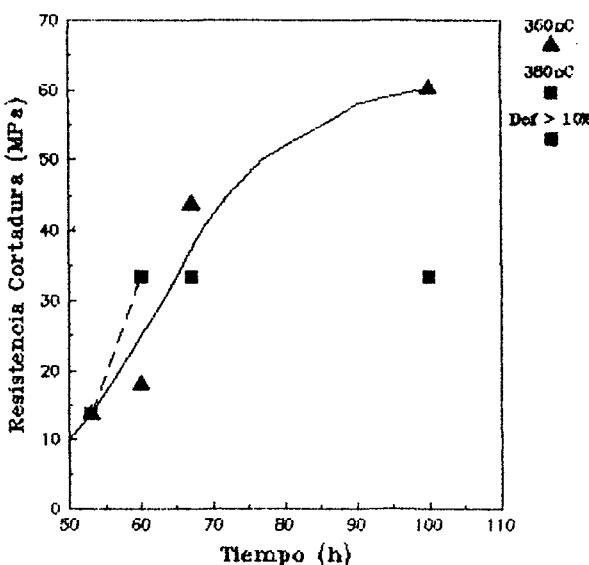


Fig. 5. Relación entre la resistencia a cortadura y el tiempo de soldadura

3.2. Estudio fractográfico de uniones ensayadas.

Mediante el estudio fractográfico de las uniones ensayadas a cortadura realizado mediante microscopía electrónica de barrido se pudo deducir algunos aspectos relacionados con los mecanismos de rotura que participan en el fallo de estas uniones.

Aunque el enfriamiento fue lento y se realizaron procesos de relajación de tensiones, no se pudo reducir en su totalidad las tensiones residuales

existentes en la unión y en especial en el cerámico, como se puede deducir de la rotura concoidea que presenta este último material (fig. 6.)



Fig. 6. Fractografía de una unión AA 7075-Alúmina ensayada a cortadura.

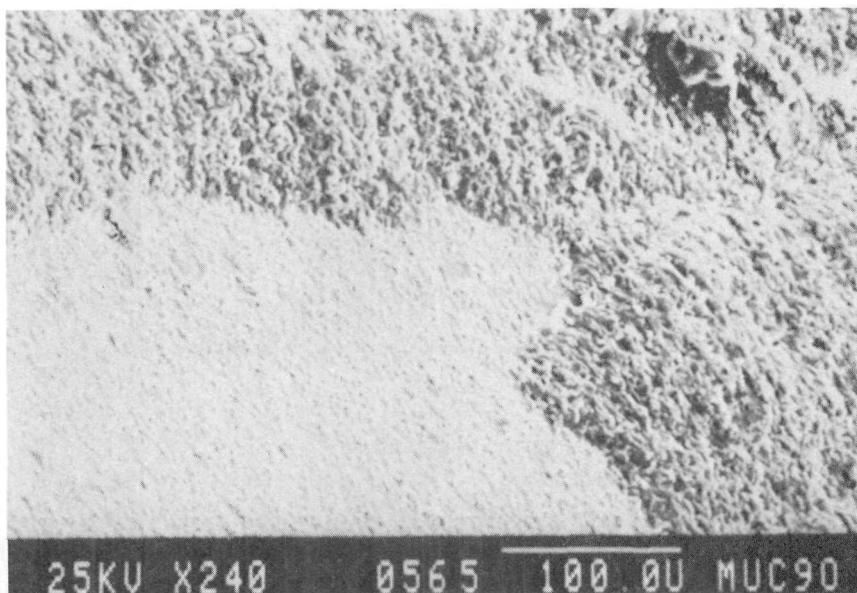


Fig. 7. Detalle de la rotura trans-e intercristalina del cerámico.

A mayores aumentos podemos observar más claramente esta fractura concoidea (fig. 7), así como la rotura trans-e-intercristalina que experimentó el cerámico junto a la presencia de cristales de alúmina adheridos a la superficie de la aleación de aluminio AA 7075.

En la figura 8 se observa con mayor claridad la rotura trans-e-intercristalina del cerámico, así como también la existencia de una fase oscura, cuya naturaleza pudo ser determinada más tarde con el estudio microestructural realizado sobre uniones soldadas.

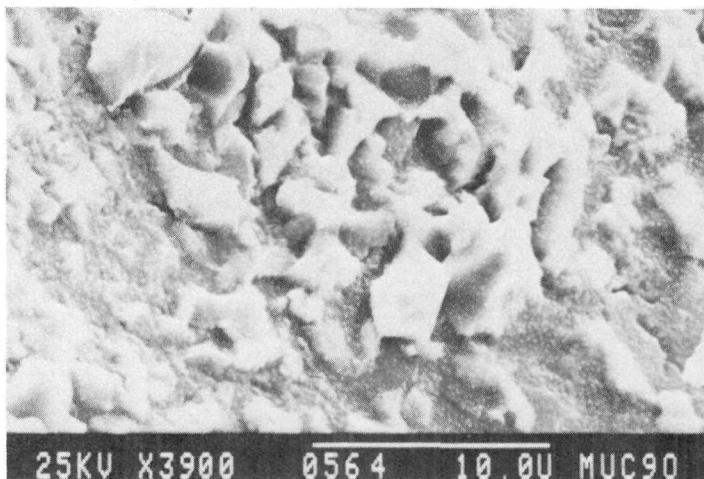


Fig. 8. Detalle de cristales de Al_2O_3 adheridos a la aleación.

3.3. Estudio microestructural de las uniones soldadas

Mediante el estudio con microscopía electrónica de barrido (SEM), y microanálisis EDX, de secciones transversales de las uniones previamente atacadas con Keller, se pudo comprobar la gran continuidad que se obtiene en la unión soldada (fig. 9), así como la existencia de una fase que se extiende por la intercara de soldadura (fig.10). Mediante microanálisis EDS se determinó que esta fase era un compuesto oxidado mixto de Al, Cu y Zn.

En las figuras 11 a y b vienen representadas las líneas de intensidad de las radiaciones $\text{K}\alpha$ del Zn y del Cu, respectivamente medidas a lo largo de una línea transversal en la intercara de soldadura que se propaga desde la aleación hasta el cerámico base. En ambos casos se comprueba cómo la intensidad alcanza un máximo justo en la intercara de soldadura. El resto de los picos de intensidad que se aparecen en la matriz de la aleación de aluminio, son originados al atravesar los precipitados que se forman como consecuencia del lento proceso de enfriamiento al que se somete a la unión en el horno. Dicho enfriamiento produce un descenso en la solubilidad de

los elementos aleantes, especialmente; Zn y Cu en la matriz de aluminio, lo que origina la precipitación de fases ricas en estos elementos.

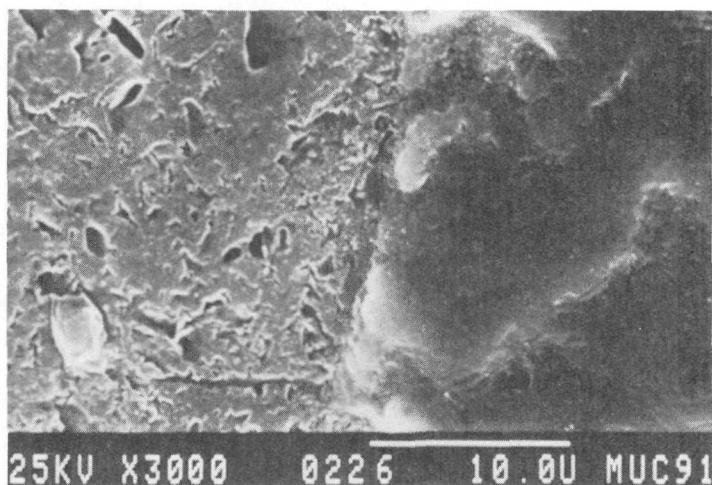


Fig. 9. Intercara de soldadura de una unión Al₂O₃-AA7075

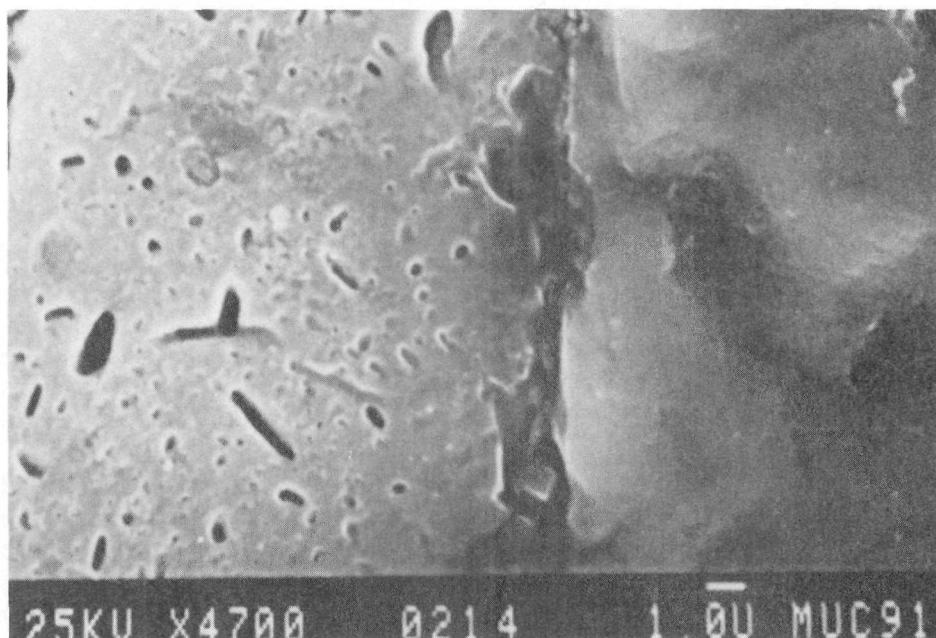


Fig. 10. Detalle de la capa de reacción formada durante la soldadura.

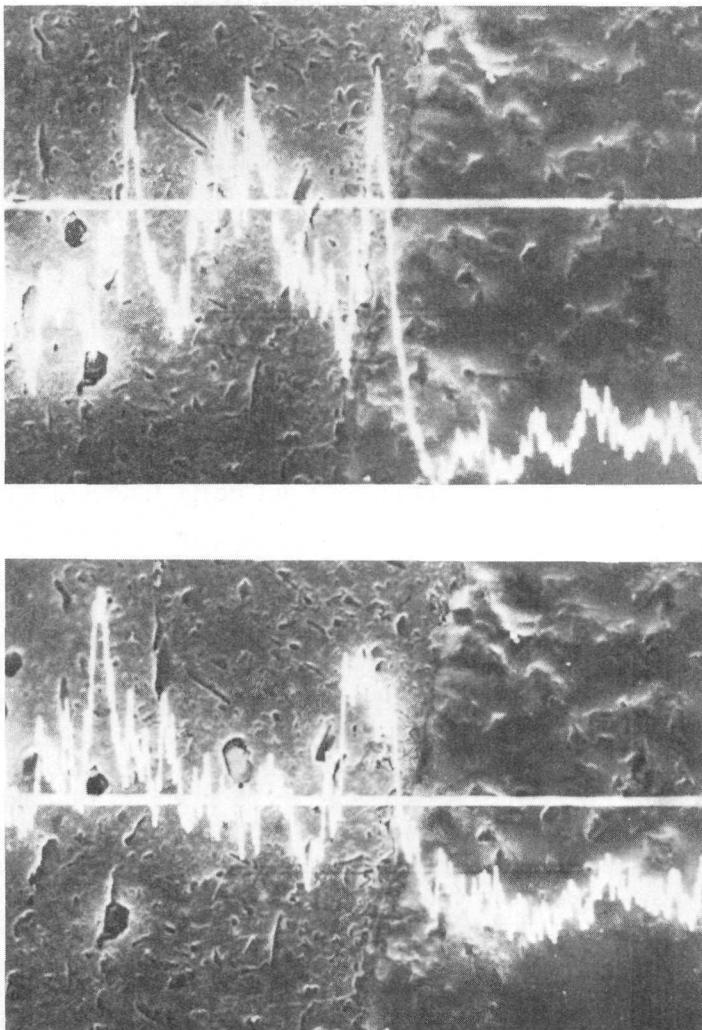


Fig. 11. Línea de intensidad de radiación X a través de la intercara de unión. a) radiación $K\alpha_{Zn}$. b) radiación $K\alpha_{Cu}$.

En la Tabla 3, se encuentran reflejados los resultados medios de los análisis semicuantitativos realizados en la matriz de la aleación AA 7075, en el cerámico, en los precipitados, en la intercara de unión, y en una zona en el interior del cerámico próxima a la intercara ($\approx 5 \mu\text{m}$). De estos datos, se puede deducir que se ha producido una difusión de los elementos aleantes de la AA 7075 (Cu y Zn), dentro del cerámico como lo muestra la existencia

de pequeñas concentraciones de estos elementos a 5 μm en el interior del cerámico.

Tabla 3. Emisividad de las líneas K (E.D.X.) en diferentes zonas de la unión AA 7075-Alumina. Valores medios

Zona	K α Al	K α Cu	K α Zn	I/I ₀ (x1000) (Cu/Al)	I/I ₀ (x1000) (Zn/Al)
Matriz AA 7075	643.5	2.4	9.2	3.7	14.3
Precipitados	582.7	9.6	12.9	16.4	22.2
Alumina base	309.5				
Intercara	268.0	5.8	4.8	21.6	17.7
Alumina (5 μm)*	298.6	0.9	1.0	2.9	3.3

* Matriz de Alumina a 5 μm de la Intercara

En la intercara de soldadura aparece la fase oscura anteriormente comentada (fig. 10), cuyo análisis muestra una caída en el número de cuentas medidas para el Al, respecto al detectado en el caso de la aleación base. Dicho comportamiento también se observa aunque en un menor grado para el caso del Zn, aumentando por el contrario para el caso del Cu.

No obstante, a partir de las intensidades relativas medidas (I_x/I_0) tanto para el Cu como el Zn, se comprueba el enriquecimiento que en estos elementos experimenta la fase presente en la intercara de soldadura.

El descenso en Al medido en esta fase puede explicarse considerando que dicho compuesto es un óxido mixto de Zn y Cu, aunque la presencia de oxígeno no puede ser confirmada al no poseer el equipo empleado detector de elementos ligeros.

En cuanto a estos resultados se puede afirmar que el principal mecanismo de formación de la unión metal-cerámico estudiado es la existencia de una reacción química entre ambos materiales. Dicha reacción química se produce gracias a la existencia en la aleación de elementos activos como son el Cu y especialmente el Zn; que en las condiciones de soldadura difunden hacia las superficies libres de la aleación donde son oxidadas, formando, preferentemente "ZnO" y "Cu₂O". La presencia de estos óxidos es lo que permite la existencia de reacciones topotácticas con el Al₂O₃ formando los óxidos mixtos de Cu, Zn y Al antes comentados, y cuya formación ha sido explicada ya en otros sistemas metal-cerámico. (6-7)

IV. Conclusiones

- 1.- La unión de una aleación AA 7075 y un cerámico como la alúmina puede lograrse mediante soldadura por difusión directa, obteniéndose una resistencia máxima a cortadura de 60 MPa.
- 2.- Las condiciones de soldadura óptimas deducidas para este tipo de unión son las siguientes: presión de soldadura de 6 MPa, presión parcial de oxígeno de 10^{-3} Pa, temperatura de soldadura de 360°C y tiempo de soldadura de 100 h.
- 3.- En este tipo de unión se debe controlar perfectamente tanto la presión como la temperatura de soldadura para evitar una excesiva deformación plástica, así como el posible quemado o crecimiento del grano de la aleación.
- 4.- Además del mecanismo por adherencia física (deformación y por termofluencia de la aleación de aluminio AA 7075), que existe en este tipo de uniones y que origina un anclaje de tipo mecánico; se produce una unión predominantemente de tipo químico, debido a la migración, por difusión de los elementos aleantes (Zn y Cu) hacia la intercara de soldadura. Mediante reacciones topotácticas de estos elementos difundidos con el Al_2O_3 , producen la formación de un compuesto de óxidos mixtos de Al, Zn y Cu en la intercara de unión.

Bibliografía

- [1] M.G. NICHOLAS, D.A. MORTIMER. Mat. Sci. Tech. 1. 1985:657
- [2] A.S.M. "Metal Hanbook". American Society for metals. Metals Park. Ohio. 1983
- [3] K. SUGANUMA, T. OKAMOTO, K. KAMACHI. J. Mat. Sci. 22, 1987: 2702-2706
- [4] K. SUGANUMA, T. OKAMOTO, M. KOIZUMI, M. SHIMADA. J. Am. Ceram. Soc. 69, 1986: 235-236
- [5] C. COLIN, J.L. KOITNY, Y. BIENVENU. Proc. Int. Conf. "Diffusion BondingII" Elgeurer Appered Science. London. 1991. 202-223
- [6] A. UREÑA, J.M. GÓMEZ DE SALAZAR, J. QUIÑONES. J. Mater. Science (en imprenta)
- [7] A. UREÑA. Tesis Doctoral. Universidad Complutense de Madrid. Diciembre 1987