CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



FACTIBILIDAD DE UNIÓN DEL SISTEMA DISÍMIL: COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DE ALUMINIO REFORZADO CON GRAFITO/A380 MEDIANTE EL PROCESO BRAZING SIN Y CON DEPOSICIÓN DE NANOCAPAS DE BISMUTO

POR

JORGE TAPIA LÓPEZ

TESIS

EN OPCIÓN COMO MAESTRO EN TECNOLOGÍA DE LA SOLDADURA INDUSTRIAL

SALTILLO, COAHUILA, MÉXICO

DICIEMBRE 2018

CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



FACTIBILIDAD DE UNIÓN DEL SISTEMA DISÍMIL: COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DE ALUMINIO REFORZADO CON GRAFITO/A380 MEDIANTE EL PROCESO BRAZING SIN Y CON DEPOSICIÓN DE NANOCAPAS DE BISMUTO

POR

JORGE TAPIA LÓPEZ

TESIS

EN OPCIÓN COMO MAESTRO EN TECNOLOGÍA DE LA SOLDADURA INDUSTRIAL

SALTILLO, COAHUILA, MÉXICO

DICIEMBRE 2018

Corporación Mexicana de Investigación en Materiales Gerencia de Desarrollo Humano División de Estudios de Posgrado

Los miembros del Comité Tutorial recomendamos que la Tesis "FACTIBILIDAD DE UNIÓN DEL SISTEMA DISÍMIL: COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DE ALUMINIO REFORZADO CON GRAFITO/A380 MEDIANTE EL PROCESO BRAZING SIN Y CON DEPOSICIÓN DE NANOCAPAS DE BISMUTO", realizada por el alumno JORGE TAPIA LÓPEZ, con número de matrícula 17-MS064 sea aceptada para su defensa como Maestro en Tecnología de la Soldadura Industrial.

El Comité Tutorial

Dr. Héctor Manuel Hernández García Director de Tesis Dra. Rita Muñoz Arroyo Co-director de Tesis

Dr. Martin Ignacio Pech Canul Asesor Dra. Pamela Chiñas Sánchez Asesor

Dr. Pedro Pérez Villanueva Tutor en Planta Vo.Bo. **Dr. Pedro Pérez Villanueva** Coordinador de Posgrado

Corporación Mexicana de Investigación en Materiales Gerencia de Desarrollo Humano División de Estudios de Posgrado

Los abajo firmantes, miembros del Jurado del Examen de Grado del alumno JORGE TAPIA LÓPEZ, una vez leída y revisada la Tesis titulada "FACTIBILIDAD DE UNIÓN DEL SISTEMA DISÍMIL: COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DE ALUMINIO REFORZADO CON GRAFITO/A380 MEDIANTE EL PROCESO BRAZING SIN Y CON DEPOSICIÓN DE NANOCAPAS DE BISMUTO", aceptamos que la referida Tesis revisada y corregida, sea presentada por el alumno para aspirar al grado de Maestro en Tecnología de la Soldadura Industrial durante el Examen de Grado correspondiente.

Y para que así conste firmamos la presente a los 13 días del mes de diciembre del 2018.

Dr. Arturo Isaías Martínez Enríquez Presidente Dr. Melvyn Álvarez Vera Secretario

Dr. Héctor Manuel Hernández García Vocal Dedicado a las personas que siempre me brindaron su apoyo incondicional, pero sobre todo su amor, su tiempo y su cariño. Gracias por estar siempre a mi lado y darme los ánimos para seguir mis sueños.

> A mis padres: Juan Manuel Tapia López y Gabriela López Garduño

> > Con cariño para mis hermanas: Gaby y Jazmín

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a la Corporación Mexicana de Investigación en Materiales S.A. de C.V. por las facilidades prestadas para la realización y culminación de este proyecto.

Agradezco a los docentes que ayudaron en mi formación en el posgrado, pero sobre todo al Dr. Héctor Manuel Hernández García y a la Dra. Rita Muñoz Arroyo por ser mis guías en este proceso de formación, por sus enseñanzas, pero sobre todo por creer en mi y estar siempre que los necesitaba.

Agradezco a mis padres quienes siempre estuvieron pendientes y me dieron su apoyo en todo momento.

Agradezco a mis amigos que siempre me apoyaron en los momentos difíciles y estuvieron a mi lado de la forma más leal, con su constante motivación.

ÍNDICE

RESUM	EN1
ABSTRA	ACT 3
CAPÍTU	LO 15
INTROD	UCCIÓN Y ANTECEDENTES5
1.1.	Antecedentes5
1.2.	Objetivos7
1.2.1.	Objetivo General7
1.2.2.	Objetivos Específicos7
1.3.	Justificación
1.4.	Planteamiento del Problema8
1.5.	Hipótesis9
1.6.	Alcance y Delimitación del Estudio 9
CAPÍTU	LO 2 10
ESTADO) DEL ARTE 10
2.1.	Soldadura brazing 10
2.1.1.	Descripción del proceso y aplicación 10
2.1.2.	Soldadura brazing por horno 13
2.1.3.	Tipos de defectos comunes en el brazing 14
2.1.4.	Metales de aporte 15
2.1.5.	Capilaridad y mojabilidad 16
2.1.6.	Procedimiento básico para la soldadura brazing 17
2.2.	Aleaciones de Al-Si 18
2.2.1.	Aleación de aluminio A380.0
2.2.2.	Composición química y propiedades mecánicas del aluminio A380.022
2.2.3.	Cristalinidad y efectos sobre la solución sólida Al– α
2.2.4.	Microestructura de aleaciones Al-Si 24
2.2.5. y micro	Efecto de los elementos de aleación sobre las propiedades mecánicas pestructura de las aleaciones Al–Si 24
2.2.6.	Proceso de solidificación
2.2.7.	Efecto del Mn en la formación de las fases α –AlFeSi y β –AlFeSi 27

2.2.8.	Efecto del Mg en la formación de las fases α –AlFeSi y β –AlFeSi	28		
2.2.9.	Incremento del área superficial	28		
2.3.	Modificación de intermetálicos de Fe de aleaciones Al-Si	29		
2.4.	Compuesto de matriz metálica (MMC)	36		
2.4.1.	Compuesto de matriz metálica de aluminio	37		
2.4.2.	Mojabilidad de substratos	41		
2.4.3.	Mojado no reactivo	43		
2.5.	Modificación superficial por sputtering	46		
2.5.1.	Efecto de diferentes factores en la mojabilidad	49		
2.5.2.	Oxidación	49		
2.5.3.	Reacción Interfacial	50		
2.5.4.	Rugosidad superficial	51		
CAPÍTU	LO 3	52		
METOD	OLOGÍA	52		
3.1 sistema caracter	Primera etapa: Caracterización de la materia prima y soldadura disímil A380/CMM _{Al/G} sin deposición de nanocapas de E ización de la zona de unión	del 3i y 53		
3.1.1.	Meta	53		
3.1.2.	Actividad para soldar por brazing sin nanocapas de Bi	53		
3.2 deposici A380/CM	Segunda etapa: Soldadura y caracterización de la zona de unión ón de nanocapas de Bi por evaporación térmica del sistema dis MMAI/G	con símil 54		
3.2.1.	Meta	54		
3.2.2. térmic	Actividad 1: soldar y deposición de las nanocapas de Bi por evapora a54	ción		
3.2.3. Actividad 2: Prueba de unión del sistema A380/CMM _{Al/G} usando el proceso brazing, con modificación superficial en el compósito mediante nanocapas de Bi				
3.2.4. depos barrido	Actividad 3: Caracterización microestructural y química sin y ición de nanocapas: microscopia óptica, microscopio electrónico o (MEB) y microscopia de fuerza atómica (AFM)	con de 55		
CAPÍTU	LO 4	56		
DESARI	ROLLO EXPERIMENTAL	56		
4.1.	Primera Etapa	56		
4.1.1	Caracterización de las materias primas	57		

	4.1.2	Preparación de las muestras para soldar por brazing en DSC 57
	4.1.3 metal c	Análisis calorimétrico diferencial de las muestras de A380, CMM _{Al/G} y le aporte previo al brazing
	4.1.4 A380/C	Brazing y análisis por DSC de los sistemas de unión A380/A380 y CMM _{Al/G} sin nanocapas
	4.1.4.1	Preparación de las muestras a soldar por el proceso brazing 59
	4.1.5	Preparación metalográfica de las muestras soldadas por brazing 60
	4.1.6 y micro	Caracterización microestructural por microscopia electrónica de barrido oscopia óptica
4	.2.	Segunda Etapa 61
	4.2.1. proces	Diseño de experimentos para las muestras con deposición de Bi y o brazing
	4.2.2.	Deposición de nanocapas de bismuto por evaporación térmica 62
	4.2.3. sin y co	Análisis topográfico por microscopía de fuerza atómica de la superficie on nanocapas de Bi
	4.2.4. por est	Observación y medición de los ángulos de contacto del metal de aporte ereoscopio sobre superficies sin y con Bi
	4.2.5. nanoca	Análisis de la soldadura del sistema A380/CMM _{Al/G} con deposición de apas de Bi
	4.2.6. unione	Caracterización metalográfica y pruebas de nanoindentación de las s obtenidas por brazing
С	APÍTUL	_O 5
R	ESULT	ADOS Y DISCUSIÓN
5 si	.1 istema /	Primera etapa: Caracterización de la materia prima y soldadura del A380/A380 y disímil A380/CMM _{Al/G} sin deposición de nanocapas de Bi 66
	5.1.1.	Composición química y microestructura de la aleación A380 66
	5.1.2.	Análisis por calorimetría diferencial de barrido de la materia prima 68
	5.1.3. sobre l	Análisis por calorimetría diferencial de barrido de la reacción de la pasta a superficie de la aleación A380 y el CMM _{Al/G} 71
	5.1.4. A380/A	Brazing por DSC y caracterización microestructural de la unión 380 para establecer las temperaturas para la soldadura brazing 72
	5.1.5. sistema	Soldadura brazing y caracterización microestructural por MEB del a disímil A380/CMM _{AI/G} sin nanocapas de Bi
5	.2	Segunda Etapa
	5.2.1. la solda	Análisis del diseño de experimentos 2 ^k y pruebas de verificación para adura brazing de muestras con nanocapas de Bi

5.2.2. Verificación de las condiciones de soldadura brazing con nanocapas de Bi de 100 y 200 nm
5.2.2.1. Análisis de la topografía de la superficie del compósito con nanocapas de Bi
5.2.2.2. Análisis de la mojabilidad de la pasta sobre muestras de A380 y CMM _{Al/G} sin y con películas de Bi85
5.2.3. Soldadura brazing y análisis por DSC de la unión A380/CMM _{Al/G} con nanocapas de Bi
5.2.4. Caracterización de la zona de unión del sistema disímil A380/CMM _{Al/G} a 650°C con nanocapa de Bi de 100 y 200 nm de espesor
5.2.5. Evaluación de la microdureza por medio del análisis mecánico dinámico analizado por nanoindentación en la zona de la soldadura del brazing de la aleación A380-A380 y del sistema disímil A380-CMM _{Al/G}
CONCLUSIONES
REFERENCIAS
APÉNDICE A 104
APÉNDICE B 105

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Esquema de la secuencia de pasos en el brazing por horno...... 12 Figura 2.2. Esquema del horno para brazing de tipo continuo con cámara de Figura 2.3. Micrografías de aleaciones comerciales de fundición Al-Si. a) Microestructura hipoeutéctica de la aleación (1.65 – 12.6 % peso de Si), 150X, b) Microestructura eutéctica de la aleación (12.6 % de Si), 400X, c) Microestructura hipereutéctica (> 12.6 % Si), 150X. 21 Figura 2.4. Estructura cristalina del Al: a) Celda primaria de una red cristalina cúbica A1 y b) átomos de Al con electrones externos que desarrollan enlaces interatómicos en la red A1. 23 Figura 2.5. Microestructura de una aleación Al-Si...... 24 Figura 2.6. Micrografía de una aleación de aluminio A380 con intermetálicos Figura 2.7. Microestructuras de la aleación A 380, se muestra el efecto la adición de Li. a) Sin Li, b) 0.03 % e.p. de Li c) 0.06 % e.p. de Li y d) 0.1 % e.p. de Li. 29 Figura 2.8. Imagen de SEM, muestra el efecto de la adición de Li en la estructura de la aleación de aluminio A 380. a) Sin Li, b) 0.03 % e.p. de Li, c) 0.06 % e.p. de Figura 2.9. Microestructura de la aleación secundaria AlSi₉Cu₃, ataque Dix-Keller 32 Figura 2.10. Micrografías de fases intermetálicas de la aleación de fundición Figura 2.11. Micrografías de fases intermetálicas en la aleación de fundición Figura 2.12. Microestructura de la aleación de fundición AlSi₈Zn₁₀Si₈Mg, ataque Figura 2.13. Micrografías de fases intermetálicas de la aleación AlSi₈Zn₁₀Si₈Mg, Figura 2.14. Micrografías del efecto del tratamiento térmico en la morfología del Figura 2.15. Micrografías de modificaciones en la morfología de esqueleto de Figura 2.16. Micrografías de secciones transversales de MMCs de aluminio reforzadas con fibras típicas. (a) fibra continua de B4C. (b) fibras discontinuas de grafito. (c) partículas de SiC. (d) whiskers. (e) Al2O3. (f) partículas de SiC. 37

Figura 4.4. a) Equipo AFM para el análisis topográfico de las superficies sin y con Bi y b) Partes para inspeccionar la topografía por AFM [Imagen tomada del Manual de Operación del AFM (COMIMSA)]......63

Figura 5.1. a) Microestructura de la aleación A380: 1) Mg₂Si y 2) β -(AlFeSi). b) Micrografía del CMM_{Al/G}: 3) matriz de aluminio y 4) fibras de grafito. 68

Figura 5.4. a) Curvas del flujo de calor de la unión por brazing de aluminio con aluminio, sin deposición de nanocapas y b) tabla con resumen de las temperaturas y entalpias de fusión presentadas en los materiales analizados. 72

Figura 5.8. Imagen de electrones retrodispersados de la superficie de reacción entre: a) la pasta y el aluminio y b) la pasta con el compósito, después del brazing.

Figura 5.11. Gráficas de efectos principales e interacciones: a) y b) de la microdureza y c) y d) módulo elástico del sistema disímil soldado por brazing. 79

Figura 5.12. Gráfica de correlación entre las tres variables: Al, Bi y soldabilidad. 81

Figura 5.13. a) Imagen de electrones retrodispersados de la superficie del CMM_{AI/G} cubierta a 200 nm de Bi por evaporación térmica previo al brazing. .. 82

Figura 5.19. Imágenes de estereoscopio de ángulos medidos entre el metal de aporte y: a) la aleación A380, b) y c) el CMM_{AI/G} con nanocapas de Bi de 100 y 200 nm de espesor respectivamente, a 650 °C por 1 h de permanencia. 87

Figura 5.20. a) y b) Curvas del flujo de calor de brazing del sistema disímil A380/CMM_{Al/G} con nanocapas de 100 y 200 nm de Bi a 600 y 650°C por 1 h de

Figura B.1. a) Grafica de Pareto de efectos sobre la microdureza y b) Grafica de
residuos para microdureza.	106
Figura B.2. a) Grafica de Pareto de efectos sobre el módulo elástico	y b) Grafica
de residuos para módulo elástico.	108

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1. Comparación de los procesos de soldering, brazing y soldaduraconvencional11
Tabla 2.2. Clasificación y selección relativa de los métodos de calentamiento delproceso de soldadura por brazing13
Tabla 2.3. Sistema de designación para las aleaciones de aluminio conformadas mecánicamente y fundición19
Tabla 2.4. Propiedades mecánicas de aleaciones ferrosas y no ferrosas 20
Tabla 2.5. Composición química de aleaciones de aluminio 380.0 22
Tabla 2.6. Propiedades mecánicas de la aleación de aluminio 380.0 22
Tabla 2.7. Composición química de las aleaciones Al–Si
Tabla 2.8. Reacciones invariantes en la solidificación de la aleación A380 27
Tabla 2.9. Promedio de longitud máxima de agujas β –AlFeSi para dos niveles de Mn y contenidos de 0.35 % e.p. de Mg
Tabla 2.10. Temperaturas del eutéctico de Si para diferentes contenidos de Mgcon velocidades de enfriamiento de 10 °C/s
Tabla 2.11. Promedio de longitud máxima de agujas β–AlFeSi para dos niveles de Mg y velocidades de enfriamiento de 10°C/s y 20°C/s
Tabla 2.12. Composición química de las aleaciones (% e.p.)
Tabla 4.1. Composición química y temperaturas del metal de aporte 57
Tabla 4.2 Parámetros de soldadura brazing para las muestras con deposición deBi
Tabla 5.1. Composición química de la aleación A380
Tabla 5.2. Parámetros para el brazing y las variables de salida a considerar enmuestras con espesores de Bi.78
Tabla 5.3. Datos para el análisis de correlación de la soldadura por brazing con espesores de 600 y 800 nm de Bi
Tabla 5.4. Valores de la microdureza y el módulo elástico en función del espesorde nanocapa y temperatura del brazing
Table A.1. Orden de les pruebes à realizer de souerde con un diseñe

Tabla B.1. Efectos y coeficientes estimados para microdureza (unidadescodificadas)
Tabla B.2. Análisis de varianza para microdureza (unidades codificadas) 105
Tabla B.3. Coeficientes estimados para microdureza utilizando datos en unidadesdescodificadas.105
Tabla B.4. Efectos y coeficientes estimados para módulo elástico (unidades codificadas)
Tabla B.5. Análisis de varianza para Módulo Elástico (unidades codificadas).107
Tabla B.6. Coeficientes estimados para Módulo Elástico utilizando datos en unidades descodificadas

ÍNDICE DE REACCIONES Y

ECUACIONES

RESUMEN

En este trabajo de investigación, se estudió en dos etapas la factibilidad de soldar por brazing, empleando un calorímetro de barrido diferencial (DSC), el sistema disímil A380/CMM_{AVG}, sin y con la deposición previo al brazing de nanocapas de Bi. En este contexto, la factibilidad se centró en un diseño de experimentos, con el fin de correlacionar los parámetros del brazing con las variables de respuesta mecánica (microdureza y módulos elásticos). Debido a que no existe literatura suficiente para establecer los parámetros en este sistema, así como su respuesta mecánica. A continuación, se describen las dos etapas:

En la primera etapa, se llevó a cabo la caracterización de la materia prima por microscopía electrónica de barrido (MEB) y calorimetría de barrido diferencial. La aleación A380 presentó intermetálicos α y β -AIFeSi, así como precipitados de Mg₂Si embebidos en la matriz de aluminio. En el caso del CMM_{AI/G} se observó un refuerzo de fibras discontinuas de grafito como material reforzante en la matriz de aluminio no aleado. El metal de aporte en pasta de AI-Si, presentó un pico endotérmico a 580.47 °C que denota la temperatura liquidus de la pasta. En el CMM_{AI/G} y A380 se presentaron eventos endotérmicos a 597.57° y 660.87 °C, respectivamente. Con base a los eventos endotérmicos detectados por DSC en la pasta, aleación A380 y CMM_{AI/G}, se planteó soldar por brazing del sistema aluminio-aluminio (A380-A380) y el sistema disímil A380/CMM_{AI/G} a 550°, 600° y 650 °C por 1 hora sin nanocapas de Bi. En este caso, el sistema disímil no soldó a ninguna temperatura debido a la formación capas ricas de oxígeno y carbono que interfirieron en la soldabilidad. Excepto, la aleación A380 se soldó a 600 °C por 1 h y observándose por MEB intermetálicos alargados de β -AIFeSi.

Con base a los resultados obtenidos y analizados en la primera etapa, se procedió a realizar el brazing con base a un diseño de experimentos 2^K considerando tres factores y dos niveles, además de cuatro puntos centrales. En este caso, se establecieron los parámetros: temperaturas de 600° y 650°C por 1

h de permanencia con deposición previo por evaporación térmica de nanocapas de 100 y 200 nm de espesor de Bi sobre la superficie del CMM_{Al/G}. Los resultados informaron que a 10 µm de la zona de unión hacía la matriz de la aleación A380 y soldadas a 650° C por 1 h con 200 nm de espesor de Bi, tienen mejores valores de microdurezas y módulos elásticos de 133 HV y 74.89 GPa, respectivamente. Además, tiene un mejor desempeño elástico-dinámico bajo ciclos de carga de 100 a 450 mN ensayadas por nanoindentación usando el módulo DMA (Dynamic Mechanical Analysis, por sus siglas en inglés). En este caso, se argumentó que el Bi con los elementos aleantes del A380 endurecen la matriz. En contraste, las propiedades mecánicas de microdureza y módulo elástico a 10 µm de la zona de unión hacía la matriz de del CMM_{Al/G} disminuyen los valores de microdureza y módulo elástico, así como la fluctuación elástica-dinámica. Se postuló que es debido a que el Bi actúa como impureza en las fibras de grafito restándole fuerza reforzante a la matriz de aluminio del material compuesto. Por otro lado, la matriz de aluminio del CMM_{Al/G} no tiene elementos aleantes capaces de incrementar la respuesta elástica a 650°C de brazing por 1 h de sostenimiento.

ABSTRACT

In this research work, the feasibility of welding by brazing was studied in two stages, using a differential scanning calorimeter (DSC), the dissimilar system A380/MMC_{Al/G} without and with the deposition prior to the brazing of Bi nanolayers. In this context, the feasibility was focused on a design of experiments in order to correlate the parameters of the brazing with the variables of mechanical response (microhardness and elastic modules). Due to that there is not enough literature to establish the parameters in this system, as well as its mechanical response. The two stages are described below:

In the first stage, the characterization of the raw material was carried out by scanning electron microscopy (SEM) and differential scanning calorimetry. The A380 alloy showed α and β -AIFeSi intermetallics, as well as Mg2Si precipitates embedded in the aluminum matrix. In the case of MMCA/G, a reinforcement of discontinuous graphite fibers was observed as a reinforcing material in the unalloyed aluminum matrix. The AI-Si filler metal of paste presented an endothermic peak at 580.47 °C which denotes the liquidus temperature of the paste. In the MMC_{Al/G} and A380 endothermic events were presented at 597.57° and 660.87 °C, respectively. Based on the thermal endothermic events detected by DSC in the paste, alloy A380 and MMC_{A/G}, it was proposed to weld by brazing of the aluminum-aluminum system (A380-A380) and the dissimilar system A380/MMC_{Al/G} at 550 °, 600 ° and 650 ° C for 1 h without Bi nanolayers. In this case, the dissimilar system did not weld at any temperature due to the formation of rich layers of oxygen and carbon that interfered in the weldability. Except, the A380-A380 alloy was welded at 600 ° C for 1 h and, it showed elongated intermetallic of β -AlFeSi by SEM.

Based on the results obtained and analyzed in the first stage, it proceeded to perform the brazing based on a design of 2K experiments considering three factors and two levels, in addition to four central points. In this case, the parameters were established: at 600 ° and 650 ° C for 1 h of holding with previous deposition by thermal evaporation of nanolayers of 100 and 200 nm thickness of Bi on the surface of the MMC_{Al/G}. The results reported that at 10 µm from the bonding zone to the A380 alloy matrix and welded at 650 ° C for 1 h with 200 nm thickness of Bi, the samples have better microhardness and elastics module of 133 HV and 74.89 GPa, respectively. In addition, it has a better elastic-dynamic performance under loading cycles of 100 to 450 mN tested by nanoindentation using the DMA module (Dynamic Mechanical Analysis). In this case, it was postulated that the Bi as the alloying elements of the A380 harden the matrix. By contrast, the mechanical properties of microhardness and elastic modulus at 10 μ m from the bonding zone towards the MMC_{AI/G} matrix decrease the values of the microhardness and elastic modulus, as well as elastic-dynamic fluctuation. It was postulated that it is due to that the Bi acts as an impurity in the graphite fibers, subtracting reinforcing force from the aluminum matrix of the composite material. On the other hand, the aluminum matrix of the MMC_{Al/G} does not have alloying elements capable of increasing the elastic response at 650 ° C for 1 h of holding.

CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN Y ANTECEDENTES

1.1. Antecedentes

El proceso de soldadura por brazing (soldadura fuerte) utiliza un material de aporte cuya temperatura de fusión es mayor a los 450°C. El procedimiento brazing es utilizado en materiales que tienen una limitada soldabilidad y puntos de fusión bajos, por lo que es complicado el tratar de soldarlos mediante procesos de soldadura convencionales como la soldadura SMAW, GMAW o GTAW.

El empleo del proceso brazing es aplicado en el sector automotriz, sistemas de refrigeración, etc., debido a que los materiales de los componentes deben tener menor distorsión durante la soldadura. Así mismo, la soldadura brazing se caracteriza por proporcionar resistencia mecánica y ductilidad en el cordón de soldadura similar al del metal base. Otra de sus características es que proporciona una gran uniformidad química debido a que la composición química del metal de aporte es similar al del metal base y las temperaturas del brazing son homogéneas en toda la pieza.

Recientemente, la combinación de materiales como componentes en la industria automotriz han inducido un interés en la unión de materiales disimiles: compósitos-metales, cerámicos-metales, entre otros. Por lo tanto, se han implementado diversos métodos de unión para disminuir la distorsión o mejorar la soldabilidad.

Otra alternativa de mejorar la soldabilidad es sugerida en la literatura donde se investigó el proceso de unión de un compósito de C/C a un vidrio SABB después de haber modificado la superficie del compósito al formar una capa de carburo de silicio (SiC) [1]. La unión es posible después de aplicar un tratamiento térmico que funda la superficie del vidrio y mediante procesos difusivos de los elementos reaccionen químicamente para adherirse al compósito de matriz de carbono.

Por otro lado, M. Salvo et al [2], establecen la unión de dos materiales disimiles mediante el proceso brazing en un solo paso. La unión se llevó a cabo entre un compósito CFC (compuesto reforzado con fibras de carbono) y cobre puro y a su vez uniendo el compósito con una aleación de CuCrZr. En este caso, se requiere modificar la condición superficial del compósito, con el fin de mejorar la mojabilidad de este, formando una capa de carburo de cromo (Cr₃C₂). Los resultados obtenidos en sus experimentos fueron favorables, ya que la resistencia mecánica fue mayor que la resistencia al corte interlaminar del compósito.

Con base a lo anterior, en este trabajo de investigación se propone la deposición de películas delgadas de bismuto (Bi) por evaporación térmica (pulverización catódica) sobre la superficie de compósitos de matriz de aluminio reforzado con grafito (CMM_{Al/G}). Con el fin de mejorar la soldabilidad del sistema disímil A380/CMM_{Al/G} por brazing en horno de resistencias se emplea en los sistemas de frenado automotriz.

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo General

Determinar la factibilidad de unir un compósito de matriz de aluminio reforzado con grafito (CMM_{AI/G}) a una aleación de aluminio A380 por el proceso brazing, sin y con deposición de películas delgadas de Bi para mejorar la soldabilidad de este sistema disímil empleado en los sistemas de frenado de automóviles.

1.2.2. Objetivos Específicos

- Revisar el estado del arte sobre los procesos de unión de materiales disimiles, así como los parámetros, métodos de unión mediante el proceso brazing y deposición de películas delgadas afines al sistema a unir.
- Establecer un diseño de experimentos que permita unir el sistema disímil mediante el proceso de soldadura brazing. En este objetivo, se correlacionarán los parámetros de soldadura brazing y espesores de las nanocapas con las microdurezas y módulos elásticos en el cordón de soldadura.
- 3. Evaluar los efectos del Bi en las propiedades elásticas mediante un análisis mecánico dinámico en las zonas de unión soldados por brazing, ya que los efectos térmicos y tiempos influyen en la microestructura y distribución de especies químicas en la zona de unión. Cabe mencionar los objetivos 2 y 3 permitirán resultados de carácter tecnológico en la etapa TRL 1.

1.3. Justificación

En la industria automotriz existe una amplia gama de sistemas de frenado, los cuales son usados dependiendo de varias características del auto como el modelo de automóvil, el peso del auto y la reacción y distancia de frenado que se pretende obtener. Uno de los sistemas más usuales son los frenos de tambor debido a su bajo costo, larga duración en operación y efectividad. Pero tienen un inconveniente sobre la disipación de calor, pues es un sistema basado en la fricción de zapatas para frenar el auto lo cual conlleva a un sobrecalentamiento de los frenos. Por ello se han utilizado diversos materiales que reduzcan este problema de sobrecalentamiento, por ejemplo, los compuestos de matriz metálica (CMM) unidos a aleaciones de aluminio que disipan el calor de una manera más eficiente al friccionar con el tambor de acero, además, provee un menor peso al automóvil. Sin embargo, el compósito es fijado a la aleación de aluminio por medio de adhesivos y/o tornillería; este último, induce un proceso destructivo del componente al reducir las propiedades mecánicas. En consecuencia, el compósito tiende a la fractura o al desprendimiento del componente. Por otro lado, al unir los materiales con soldadura brazing, el contenido de grafito en el compósito tiende a proveer carbono por difusión hacia la unión dificultando la soldabilidad. Por lo tanto, se requiere la formación de barreas difusivas que disminuyan tales efectos y evitar la fijación por tornillería del compósito con el aluminio en el sistema de frenado.

1.4. Planteamiento del Problema

El uso de materiales disimiles (CMM_{AI/G}/A380) para ser unidos mediante el proceso de brazing ha sido poco estudiado, debido a que estos materiales tienen baja soldabilidad, además, el carbono y el aluminio que difunden en la interfaz de soldadura forman compuestos que son perjudiciales, como en el caso de los SiC o formar OH⁻. La factibilidad de unir estos materiales es mediante la modificación

superficial del material a través de la deposición previa al brazing de nanocapas de Bi.

1.5. Hipótesis

Es posible mejorar la soldabilidad por brazing del sistema A380/CMM_{Al/G} mediante la deposición de nanocapas de Bi. Debido a la afinidad de este elemento químico en el aluminio y a la formación fases líquidas transitorias con el metal de aporte en pasta. Además, considerando que el Bi en la zona de unión provea un desempeño mecánico-elástico constante bajo cargas cíclicas.

1.6. Alcance y Delimitación del Estudio

El alcance de los resultados de esta investigación se considerará en una etapa TRL 1 en la unión de materiales disímiles de matriz de aluminio por brazing. Considerando que estos materiales disímiles son empleados en los sistemas de frenado de tambor de los automóviles. Por lo tanto, se pretende determinar la factibilidad de unir el sistema A380/CMM_{AVG} empleando nanocapas de Bi y analizando microestructuralmente la unión en función de su desempeño mecánico dinámico. De igual manera, determinar mediante un diseño de experimentos el espesor de la nanocapa que presente mejores resultados en cuanto a la soldabilidad, propiedades mecánicas dinámicas y microdurezas.

Las pruebas iniciales serán llevadas a cabo en los laboratorios de la Corporación Mexicana de Investigación de Materiales S.A. de C.V. (COMIMSA) y con apoyo del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional (CINVESTAV-IPN), Unidad Saltillo. Se utilizarán equipos que coadyuven con el desarrollo de la investigación.

CAPÍTULO 2 ESTADO DEL ARTE

2.1. Soldadura brazing

2.1.1. Descripción del proceso y aplicación

El proceso brazing es una técnica de unión de materiales que se establece a partir de soldar a temperaturas mayores que las del proceso soldering (T> 450°C). En general, la soldadura fuerte o brazing, es un proceso de unión de metales que consiste en la unión de dos o más productos de metal por medio de la fusión y el flujo de un metal de aporte dentro de la junta por medio de la acción capilar, sin llegar a fundir el metal base [3]. Los conceptos aplicados tienen que ver con cuestiones metalúrgicas y superficiales (Tabla 2.1). Aun así, existen diversas variantes dentro del proceso que lo diferencian de los procesos de soldadura convencionales como los tipos materiales a unir, el diseño y preparación de juntas, el material de aporte, fluidez, procesos de calentamiento, etc.

	Proceso			
Parámetros	Soldering	Brazing	Soldadura convencional	
Mecanismo de unión	Mecánica	Metalúrgica	Metalúrgica	
Temperatura de fusión del metal de aporte [°C]	<450	>450	>450	
Metal base	No se funde	No se funde	-	
Uso de fundentes	Requerido	Opcional: si es bajo vacío, se descarta	Opcional	
Fuentes de calor	Ultrasonido, resistencia, horno	Horno, reacción química, inducción, antorcha	Plasma, haz de electrones, arco eléctrico	
Tendencia a deformarse o Atípico fusión incipiente		Atípico	Distorsión, esfuerzos residuales	

Tabla 2.1. Comparación de los procesos de soldering, brazing y soldadura convencional[4].

El proceso de soldadura brazing tiene como ventajas: 1) lograr uniones a bajas temperaturas, si se comparan con las alcanzadas en procesos de soldadura convencional; 2) soldar en espacios estrechos (orden de micras); 3) juntas limpias y con aspecto adecuado y 4) soldar materiales disímiles, que por incompatibilidad metalúrgica es imposible por otros procesos de soldadura convencionales.

Cabe mencionar que para obtener mejores resultados en el proceso brazing se considera lo siguiente:

- Características térmicas y flujos del metal de aporte
- Características microestructurales y mecánicas del metal base
- Preparación de la superficie (rugosidad, limpieza, etc.)
- Diseño de unión (traslape, a tope, en T, etc.)
- Tiempo y temperatura
- Fuente de calor
- Uso de una atmósfera protectora o fundente

El procedimiento en el brazing, para llevar a cabo la soldadura de materiales, está basado en cuatro pasos [4]:

- El ensamble o la región de las piezas requiere pre-calentamiento a temperaturas < 450°C
- El metal de aporte alcanza una temperatura en estado pastoso con ciertas fracciones sólidas y líquidas suficientes para tomar un rol en la formación y composición química de la fase líquida transitoria para iniciar la solidificación.
- 3. El metal de aporte parcialmente en estado líquido debe disminuir la tensión superficial para mojar la superficie del metal base.
- 4. Las partes deben solidificar para iniciar el crecimiento isotérmico y soldar por mecanismos metalúrgicos-químicos.

En el caso de la unión de materiales por medio de brazing en horno de resistencias (ver Fig. 2.1), se deben cumplir los cuatro aspectos anteriormente mencionados. Con el fin de obtener soldaduras sanas en el caso de procesos de soldadura continua.



Figura 2.1. Esquema de la secuencia de pasos en el brazing por horno [5].

Cabe mencionar que el proceso brazing tiene aplicación en la industria aeroespacial, marina, eléctrica, electrónica, automotriz entre otros. Sin embargo, la industria automotriz hace un uso extensivo del horno continuo para llevar a cabo el procedimiento brazing debido a tres aspectos: 1) soldadura en serie, 2) factibilidad de automatizarlo y 3) altamente rentable [4].

2.1.2. Soldadura brazing por horno

El proceso brazing comprende distintos métodos para el calentamiento, sin embargo, estos presentan limitaciones de acuerdo con los aspectos enlistados en la tabla 2.2.

	Características de selección			
Clasificación	Costo operativo	Fundente requerido	Versatilidad	Habilidad del operado requerida
Antorcha (flama)	M/A	Si	А	Si
Inducción	М	Si/No	М	No
Horno (atmósfera)	М	Si/No	М	No
Horno (vacío)	M/A	No	М	No

Tabla 2.2. Clasificación y selección relativa de los métodos de calentamiento del proceso de soldadura por brazing [4].

A: Alto, M: Medio, B: Bajo

Por otro lado, el brazing en horno empleado en la industria es un proceso de bajo costo y adaptable según la necesidad de la industria (pequeñas, medianas o grandes empresas). Además, el proceso tiene la ventaja de implementar ciclos térmicos controlados para evitar o disminuir defectos en las soldaduras de piezas, así como limpieza posterior de la soldadura y la cámara del horno. El horno usa atmósferas controladas como son: inertes, reductoras o atmósferas de vacío que

protegen de la oxidación interior del horno y piezas. Con base a lo anterior, el proceso de brazing en horno tiene cuatro tipos básicos de horno [4, 5]:

- 1. De lote (con aire o atmósfera controlada)
- 2. Continuo (con aire o atmósfera controlada)
- 3. De retorno (atmósfera controlada)
- 4. Al vacío

Los hornos de tipo continuo (ver Fig. 2.2) son de los más comunes debido a que se pueden configurar para que existan zonas distintas de temperaturas, con el fin de tener una zona de precalentamiento de brazing y una de enfriamiento [4].



Figura 2.2. Esquema del horno para brazing de tipo continuo con cámara de refrigeración con chorro de agua y bajo atmósferas controladas [4].

2.1.3. Tipos de defectos comunes en el brazing

Los controles de calidad en el proceso brazing, se implementan en la inspección de la calidad de la zona de unión por medio de pruebas no destructivas y de acuerdo a la literatura se mencionan los defectos siguientes [3]:

 Falta de llenado (vacíos o porosidades): Es el resultado de una limpieza inadecuada, metal de aporte insuficiente, gas atrapado, temperatura insuficiente, etc. Este defecto disminuye la resistencia de la unión.

- Atrapamiento de fundente: el fundente se utiliza para prevenir y eliminar la oxidación durante el calentamiento de las piezas antes de soldar. Sin embargo, en el caso de que el fundente no se funda y se quede atrapado evita que el material de aporte no fluya con normalidad.
- Filetes no continuos: Este defecto es detectable a simple vista y la determinación de ser aceptada la soldadura dependerá de las especificaciones de la unión soldada.
- Erosión del metal base: Es causada por la combinación del metal de aporte con el metal base durante el brazing. Esto causa cortes profundos o desaparición de las superficies de contacto, lo cual ocasiona la reducción de la resistencia de la unión.
- Apariencia superficial insatisfactoria: Son causadas por varios factores, desde un exceso de metal de aporte hasta la rugosidad de la superficie del material después del brazing. Estos defectos actúan como concentradores de esfuerzos o sitios de corrosión.
- Grietas: Disminuye la vida útil de la unión soldada, en consecuencia, disminuyen las propiedades mecánicas.

2.1.4. Metales de aporte

Varias aleaciones metálicas se usan como metales de aporte para la soldadura brazing y su uso dependerá de la técnica utilizada y el uso de la pieza a unir. Los metales de aporte deben tener la capacidad de formar juntas soldadas con propiedades mecánicas y físicas similares a las del metal base. Una propiedad física importante para los metales de aporte solidificados, es que tengan un coeficiente de dilatación térmica similar al del sustrato [3].

Generalmente, los metales de aporte generalmente tienen diversas presentaciones de uso: varillas, cintas, polvos, pastas, alambres y preformas (tales como arandelas de sellado). Dependiendo de la aplicación, el material de aporte es pre-colocado en la zona deseada o aplicarse durante el ciclo de calentamiento [3]. Para la soldadura manual se utilizan formas de alambre y varilla, ya que son las más comunes y fáciles de aplicar durante el calentamiento. En el caso de la soldadura brazing en horno, la aleación se coloca generalmente de antemano puesto que el proceso es automatizado.

Algunos de los metales de aporte más comunes y utilizados son:

- Aluminio-silicio
- Cobre
- Cobre plata
- Cobre-zinc (latón)
- Cobre-estaño (bronce)
- Oro-plata

- Níquel
- Plata
- Lámina para soldadura
 brazing usando níquel, hierro,
 cobre, silicio, boro, fósforo,
 etc.

De acuerdo con investigaciones realizadas entre 2002 y 2003 [6-8], se ha demostrado que los cambios en la composición del metal de aporte o adiciones de algún otro elemento influyen en las propiedades mecánicas de la unión, además, cambios en la microestructura y temperaturas de fusión. De acuerdo con L.C. Tsao et al. [7], la adición de Cu en un rango del 10 al 30% e.p. en el metal de aporte Al-Si con 12% e.p., hace que su temperatura de solidus disminuya 60°C, aproximadamente. "Por otro lado, una adición de Zn en un rango del 10 al 30% e.p. a tales aleaciones ternarias de Al-Si-Cu hace que la temperatura solidus disminuya hasta un valor inferior a los 500°C.

2.1.5. Capilaridad y mojabilidad

El fenómeno principal que debe predominar en la soldadura brazing es el flujo capilar. En este sentido, es producto de la tensión superficial que tiene la unión entre el metal base y el metal de aporte. La variable principal que debe tomarse en cuenta es el ángulo de contacto entre la fase líquida y el sólido. No obstante, el flujo capilar inicia en las superficies que son mojadas por el metal de aporte en estado líquido bajo una atmósfera protectora o fundente (en caso que no haya vacío) [4, 5].

De acuerdo con la literatura [5] sugiere que el flujo del metal depende del tipo de dinámica de la fluidez, viscosidad, presión de vapor y los efectos de las reacciones metalúrgicas entre el metal de aporte y el metal base. Por lo tanto, la selección adecuada del metal de aporte tiene que estar considerada con base a la composición química del sistema, propiedades físicas, tipo de atmósferas, condiciones de limpieza y parámetros de la soldadura brazing.

Por otro lado, Tuller [9] establece que si una superficie químicamente heterogénea compuesta de granos sólidos con diferentes ángulos de contacto equilibrados (θ_1 y θ_2) y con una fracción del área ocupada por un sólido f; entonces el ángulo aparente de contacto de equilibrio (θ_e) para la superficie compuesta se define por la ecuación de Cassie [10]:

$$cos(\theta_e) = f cos(\theta_1) + (1 - f) cos(\theta_2)$$

Ecuación 2.1.

Donde θ_1 y θ_2 son los ángulos de contacto de equilibrio; θ_e es el ángulo aparente de contacto en equilibrio y f es el área ocupada por el sólido.

2.1.6. Procedimiento básico para la soldadura brazing

La soldadura brazing sigue un procedimiento básico para su aplicación en distintas superficies [11]:

 Preparación de la muestra: La muestra se limpia de cualquier contaminante que este sobre la superficie de los materiales a unir: óxidos, aceites, grasas, etc.

- Aplicación del metal de aporte: Como se ha estado mencionando, los metales de aporte están disponibles en varias presentaciones y estos pueden ser aplicados por varios métodos, ya sea por medio de un cepillo, pistolas de aerosol, uso de masillas, entre otros.
- Ciclo del proceso brazing: Durante las primeras etapas del ciclo, el material de aporte comenzara a sinterizarse con la pieza a unir. Al final del ciclo, se habrán llenado todos los espacios o huecos que estén en la unión, como consecuencia de la difusión del metal de aporte hacia la pieza.

Tratamiento post-soldadura: Es un tratamiento térmico que se le da a la pieza al final del ciclo de soldadura, con el fin de eliminar tensiones generadas durante el proceso o simplemente para mejorar sus propiedades mecánicas o la superficie del material (tratamiento termoquímico).

2.2. Aleaciones de Al-Si

Las aleaciones de aluminio tienen una nomenclatura que describe la composición química de la aleación y el proceso de manufactura. La tabla 2.3 enlista la designación del tipo de aleación con su respectivo proceso de manufactura del subproducto. En el caso de las aleaciones de aluminio conformadas mecánicamente, se utiliza un sistema de cuatro dígitos. Mientras para aleaciones que se obtienen por procesos de fundición, se incorpora un punto decimal para identificar el aluminio y sus aleaciones en la forma de fundiciones y lingotes de fundición [12].

	Tipo de aleación	Designación de 4 dígitos
	Aluminio (99% min.)	1XXX
s nte	Cobre	2XXX
ada nel	Manganeso	3XXX
ior ma	Silicio	4XXX
for	Magnesio	5XXX
Ale onf cá	Magnesio y Silicio	6XXX
	Zinc	7XXX
_	Otros	8XXX
	Aluminio (99% min.)	1XX·X
Ø	Cobre	2XX·X
р с	Silicio con adición de cobre y/o	277.7
nes iói	magnesio	3~~~
dic	Silicio	4XX·X
ac	Magnesio	5XX·X
	Zinc	6XX·X
~	Estaño	7XX·X
	Otros	8XX·X

Tabla 2.3. Sistema de designación para las aleaciones de aluminio conformadas mecánicamente y fundición [12].

En el caso de las aleaciones de fundición, el primer digito indica el grupo de aleación, los siguientes dos dígitos indican la aleación específica del aluminio y el ultimo dígito que está separado por el punto decimal específica la forma del producto (fundición o lingote). Si se presenta alguna modificación en la aleación original, se indica mediante una letra consecutiva precedida de la asignación numérica.

Las aleaciones comerciales para fundición de Al–Si y adición de cobre y/o magnesio, corresponden a la serie 3XX.X con contenidos de Si como aleante principal (7.5-9.5 %Si), Cu o Mg (3-4 %Cu, 0.5 %Mg). Además, de acuerdo con la norma ASTM se clasifican acorde al método de fundición:

- ASTM B26/B26M, "Aleaciones de aluminio vaciadas en arena".
- ASTM B85, "Aleaciones de aluminio para piezas fundidas".
- ASTM B108, "Aleaciones de aluminio para fundición vaciadas en molde permanente".
Las principales características del aluminio son: alta resistencia a la tensión en relación con su densidad si es comparada con otras aleaciones de fundición como hierro dúctil o aceros colados. En la tabla 2.4 se resume la resistencia a la tensión de las aleaciones de Al.

Aleación	ón Resistencia ultima a la tensión (MPa)		Resistencia específica (m²/s²)
Al Puro (99.9999 % Al) Al	78	2699	0.03
AI-7%Si, T6	210	2685	0.09
AI-5%Si-2%Cu, T6	310	2690	0.12
AI-9%Si, T6	240	2650	0.10
AI-20%Si, T6	200	2650	0.08
Hierro	1.9	7650	0.00024
Fundición de hierro gris	380	7100	0.05
Fundición de hierro dúctil	900	7200	0.13
Fundición de hierro dúctil austemperizado	1200	7200	0.17
Fundición de acero al carbón	650	7850	0.08
Fundición de acero inoxidable	880	7850	0.11

Tabla 2.4. Propiedades mecánicas de aleaciones ferrosas y no ferrosas [13].

En las aleaciones comerciales Al–Si de fundición, el contenido de Si está en el rango de 5 a 23 % e.p. A su vez, el contenido de Si clasifica estas aleaciones en hipoeutéctica, hipereutéctica o eutéctica. Asimismo, la microestructura es modificada en función del contenido de Si (Fig. 2.3). Las propiedades de una aleación en específico son atribuidas a las propiedades físicas individuales de los componentes químicos de la fase principal (solución sólida de α –Al y cristales de Si) y por la fracción de volumen y morfología de las fases.



Figura 2.3. Micrografías de aleaciones comerciales de fundición Al–Si. a) Microestructura hipoeutéctica de la aleación (1.65 – 12.6 % peso de Si), 150X, b) Microestructura eutéctica de la aleación (12.6 % de Si), 400X, c) Microestructura hipereutéctica (> 12.6 % Si), 150X [13].

2.2.1. Aleación de aluminio A380.0

La aleación de aluminio A380.0 es una aleación modificada y el producto que se obtiene es una pieza de fundición a presión (die casting). El uso de esta aleación es muy común en la industria automotriz debido a las ventajas siguientes [12]:

- Mejor combinación de propiedades tanto mecánicas como térmicas.
- Excelente fluidez y resistencia al agrietamiento en caliente.
- Se utiliza para la creación de chasis para equipos electrónicos, soportes de motor, cajas de engranajes, herramientas manuales, etc.

La producción de piezas de fundición de aluminio se manufactura mediante el moldeado a presión, molde permanente, arena verde, arena seca y yeso. En el caso de la aleación A380 es a través del moldeado a presión. El aluminio A380 es utilizado en la industria automotriz: elaboración de carcasas de motores, engranes y rodillos. Sin embargo, tiene poca soldabilidad por medio de procesos

convencionales o brazing, así como una baja resistencia mecánica a elevadas temperaturas (T > 400 °C).

2.2.2. Composición química y propiedades mecánicas del aluminio A380.0

Las aleaciones más utilizadas en la industria son aquellas que contienen silicio y cobre en su composición química. El cobre incrementa la resistencia mecánica y el silicio disminuye el punto de fusión, así reduciendo pérdidas de calor en el baño de metal fundido. El exceso de hierro disminuye la ductilidad del material. La aleación de aluminio A380 tiene una composición química como es resumida en la tabla 2.5.

Designación	Producto	Elementos químicos [% e. p.]								
AA	Froducio	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Sn	Al
380.0	Fundido a presión	7.5- 9.5	2.0	3.0- 4.0	0.5	0.1	0.5	3.0	0.35	Bal.
380.2	Lingote	7.5- 9.5	0.7- 1.1	3.0- 4.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	Bal.
A380.0	Fundido a presión	7.5- 9.5	1.3	3.0- 4.0	0.5	0.1	0.5	3.0	0.35	Bal.
A380.1	Lingote	7.5- 9.5	1.0	3.0- 4.0	0.5	0.1	0.5	2.9	0.35	Bal.

Tabla 2.5. Composición química de aleaciones de aluminio 380.0 [12, 14].

Las propiedades mecánicas de la aleación de aluminio A380.0 se resume en la tabla 2.6:

Tabla 2.6. Propiedades mecánicas de la aleación de aluminio 380.0 [12, 14].

Designación AA	Temperatura de fusión, [°C]	Resistencia a la tensión, [MPa]	Límite elástico, [MPa]	Elongación en 50 mm, [%]
380.0	538-593	315	160	3
A380.0	538-593	325	160	4

2.2.3. Cristalinidad y efectos sobre la solución sólida Al-α

La matriz de las aleaciones de Al-Si es una solución solida de Al en su fase α , teniendo una cristalización dendrítica no facetada en la base de la red cristalina de Al en un sistema cubico centrado en caras (fcc) (Fig. 2.4-a). La interacción de los átomos es mediante enlaces metálicos caracterizándose por su isotropía y baja energía del enlace.

En la aplicación de un esfuerzo externo que excede las fuerzas cohesivas en el plano cristalográfico, se presenta una ruptura de la continuidad de los enlaces interatómicos en un cristal. La baja resistencia a la tensión en una red cristalográfica se debe a la presencia de defectos puntuales (vacancias), defectos de línea (dislocaciones), defectos de volumen (inclusiones) y defectos superficiales (defecto de apilamiento).



Figura 2.4. Estructura cristalina del AI: a) Celda primaria de una red cristalina cúbica A1 y b) átomos de AI con electrones externos que desarrollan enlaces interatómicos en la red A1 [13].

Los defectos de área y lineales tienen efectos sobre las propiedades mecánicas, principalmente. Es decir, la energía de los defectos de apilamiento de una red cristalográfica activa los planos de deslizamiento compactos (111) iniciando la deformación plástica. Así mismo, el incremento de la densidad es un mecanismo de deformación común en las aleaciones de Al.

2.2.4. Microestructura de aleaciones Al-Si

El modelo más simple de microestructuras de aleaciones Al–Si para fundición se presenta como una matriz continua suave de Al– α que contiene precipitados duros de Si de diferente morfología (Fig. 2.5) [13].



Figura 2.5. Microestructura de una aleación AI-Si [13].

2.2.5. Efecto de los elementos de aleación sobre las propiedades mecánicas y microestructura de las aleaciones AI–Si

Las propiedades mecánicas de las aleaciones Al–Si, así como de cualquier aleación, dependen de su microestructura obtenida por tratamientos térmicos de envejecimiento, velocidades de enfriamiento y composición química (Tabla 2.7).

Alosción	Elemento (% e.p.)						
Aleacion	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti
A 319	5.6–6.5	1.0	3.0-4.0	0.5	0.1	3.0	0.25
B 319	5.5–6.5	1.2	3.0-4.0	0.8	0.1–0.5	1.0	0.25
A 380	7.5–9.5	1.3	3.0-4.0	0.5	0.1	3.0	
B 380	7.5–7.9	1.3	3.0-4.0	0.5	0.1	1.0	
319	5.7	0.62	3.4	0.36	0.1	0.92	0.14
380	8.9	0.88	3.26	0.24	0.06	2.05	0.03
Tipo 319	7.3	0.75	3.5	0.3	0.5	1.2	0.15

Tabla 2.7. Composición química de las aleaciones AI-Si [15].

En el caso de las aleaciones Al–Si tienen elementos aleantes como el Cu, impurezas como el Fe, Mn o Mg. Estos se encuentran como soluciones sólidas en la matriz y formando intermetálicos que tienen efectos sobre las propiedades mecánicas de la aleación.



Figura 2.6. Micrografía de una aleación de aluminio A380 con intermetálicos AlFeSi [15].

El Fe es un elemento contaminante de las aleaciones Al-Si, cuyo incremento hace que disminuyan las propiedades mecánicas debido a la formación del componente intermetálico β -AlFeSi de morfología acicular que es dura y frágil. Sin embargo, se emplean modificadores de microestructuras (Na ó Sr) con diversas velocidades de enfriamiento. En este tipo de aleaciones se adiciona el Mn que reemplaza el intermetálico α -AlFeSi para obtener morfología dendrítica gruesa (escritura china) que tiene un efecto menos dañino.

En las aleaciones de Al–Si la microestructura está formada por dendritas de Al– α con eutécticos de Al–Si e intermetálicos de Fe (en fases α –AlFeSi y β –AlFeSi) y otras fases secundarias como Al₂Cu y Mg₂Si, tal y como se ve en la figura 2.6. Es importante mencionar que, la formación de estos intermetálicos depende de la composición de la aleación y la velocidad de enfriamiento. El incremento en la velocidad de enfriamiento, así como una temperatura de sobrecalentamiento mayor a 750 °C disminuyen la formación de la fase β –AlFeSi y fomentan la fase α –AlFeSi respectivamente.

2.2.6. Proceso de solidificación

Dependiendo de la composición química de la aleación, se establece el orden en el que las fases se van formando durante la solidificación de la aleación. En la tabla 2.8 se registran las reacciones que ocurren durante la solidificación de la aleación A380. En el rango de temperatura de 579 y 514 °C se obtiene la solidificación de una estructura dendrítica seguida de la precipitación de la fase α -AlFeSi y β -AlFeSi, así mismo el eutéctico de Si. Finalmente, a temperaturas menores de 495°C se presenta el eutéctico de Al₂Cu y el precipitado de Al₅Mg₈Cu₂Si₆.

No. de reacción	T (°C)	Reacciones invariantes
1	609-605	Desarrollo de la red dendrítica
(1-2)	605-579	
2	579-557	$Liq. \rightarrow Al + \alpha - AlFeSi$
(2-3)	557-548	
3	548-547	$Liq. \rightarrow Al + \beta - AlFeSi + \alpha - AlFeSi$
(3-4)	547-514	
4	514-507	$Liq. \rightarrow Al + Al_2Cu + Si + \beta + AlFeSi$
(4-5)	507-495	
5	495-482	$Liq. \rightarrow Al + Al_2Cu + Si + Al_5Mg_8Cu_2Si_6$

Tabla 2.8. Reacciones invariantes en la solidificación de la aleación A380 [15].

Las fases intermetálicas ricas en el elemento en Fe disminuyen las propiedades mecánicas. Además, tienen baja solubilidad en el estado sólido y limitada solubilidad en el líquido.

2.2.7. Efecto del Mn en la formación de las fases α -AlFeSi y β -AlFeSi

El Mn influye en la formación de fases α -AlFeSi debido a dos efectos:

- La temperatura de reacción del eutéctico de Si se incrementa con la adición de Mn.
- 2) El incremento de la velocidad de enfriamiento (Tabla 2.9).

Lo anterior sugiere que el desplazamiento del invariante eutéctico evita el crecimiento de la fase β -AlFeSi.

Longitud promedio de fase β–AlFeSi						
Aleantes Velocidad de Velocidad de enfriamiento de 10°C/s enfriamiento de 20°C						
Con 0.7 % e.p. de Mn	40	25				
Con 0.35 % e.p. de Mn	150	60				

Tabla 2.9. Promedio de longitud	máxima de	agujas	β–AlFeSi	para	dos	niveles	de	Mn	у
contenidos de 0.35 % o	e.p. de Mg [1	5].							

2.2.8. Efecto del Mg en la formación de las fases α -AlFeSi y β -AlFeSi

En la tabla 2.10, la temperatura de reacción del eutéctico de Si disminuye con la adición de Mg en la aleación con 0.66 % e.p. de Mn a una velocidad de enfriamiento de 10°C/s; esto quiere decir que se aumenta el tiempo para el crecimiento de β –AlFeSi (en caso de que esta fase sea pre-eutéctica), por lo que un aumento de Mg induce el crecimiento de las agujas de β –AlFeSi.

 Tabla 2.10. Temperaturas del eutéctico de Si para diferentes contenidos de Mg con velocidades de enfriamiento de 10 °C/s [15].

	Mg=0.003 % e.p.	Mg=0.3 % e.p.
Temperatura del eutéctico de Si (°C)	559	545

En contraste, un alto contenido de Mg dificulta la cristalización de la fase α–AIFeSi debido a que se disminuye la temperatura de precipitación del eutéctico de Si (Tabla 2.11). Cabe mencionar que comúnmente se añade Mg para mejorar la tenacidad de la aleación por la precipitación de eutécticos Mg₂Si mediante un tratamiento térmico.

Tabla 2.11. Promedio de longitud máxima de agujas β -AlFeSi para dos niveles de Mg y velocidades de enfriamiento de 10°C/s y 20°C/s [15].

Longitud promedio de fase β – AlFeSi (μm)					
Aleantes	Velocidad de enfriamiento de 10°C/s	Velocidad de enfriamiento de 20°C/s			
Con 0.3 % e.p. de Mg	40	25			
Con 0.003 % e.p. de Mg	28	18			

2.2.9. Incremento del área superficial

El área superficial específica generalmente incrementa en proporción contraria al tamaño de la partícula. Por ejemplo, una partícula de 1 cm se reduce a 1 µm y

10 nm, el área superficial específica se vuelve mil veces más y millón de veces más grande, respectivamente. El incremento en el área superficial específica influye directamente en las propiedades fisicoquímicas, como por ejemplo calores de formación, disoluciones, etc., de las soluciones y velocidad de reacción de las partículas.

2.3. Modificación de intermetálicos de Fe de aleaciones Al-Si

Debido al impacto que presentan los intermetálicos de Fe en las propiedades de las aleaciones de Al–Si, a continuación, se presenta un resumen de algunas de las investigaciones más recientes relacionadas con los efectos de la modificación de este tipo de intermetálicos.



Figura 2.7. Microestructuras de la aleación A 380, se muestra el efecto la adición de Li. a) Sin Li, b) 0.03 % e.p. de Li c) 0.06 % e.p. de Li y d) 0.1 % e.p. de Li [16].

M. Karamous et al. [16], investigaron el efecto del Li en la microestructura, dureza y propiedades mecánicas en una aleación de aluminio A380. Para la experimentación se usaron lingotes de Al que se cortaron y fundieron a 750°C y se adicionó 0%, 0.03%, 0.06% y 0.1% de Li. Asimismo, se realizó una desgasificación con hexacloroetano (C₂Cl₆) para después vaciar la aleación resultante en moldes de arena. Después se tomaron muestras y se prepararon metalográficamente para un análisis mediante microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido (SEM). Al observar la microestructura formada se encontró una fase de aluminio primario, un eutéctico de Si y plaquetas de fase β . Sin embargo, la aleación sin Li presenta una microestructura con hojuelas de eutéctico de Si y gruesas plaquetas de la fase β con una estructura ramificada y entrelazada. Pero en las microestructuras con Li, el eutéctico de Si se encontró bien refinado y la fase β en estructuras individuales y más finas.



Figura 2.8. Imagen de SEM, muestra el efecto de la adición de Li en la estructura de la aleación de aluminio A 380. a) Sin Li, b) 0.03 % e.p. de Li, c) 0.06 % e.p. de Li y d) 0.1 % e.p. de Li [16].

En las figuras 2.7 y 2.8, M. Karamous et al. [16] establecieron que la fase β empieza a cristalizar después de la cristalización de la fase α –Al (el pre-eutéctico de la fase β) y continua cristalizando hasta el final de la reacción ternaria eutéctica y dedujo que el Li disminuye la temperatura de cristalización de la fase β y la temperatura de reacción eutéctica mientras incrementa la temperatura del liquidus de la aleación y que el sobre-enfriamiento necesario para la cristalización de la fase β y la reacción eutéctica es mayor en presencia del Li.

Elementos de los materiales	AlSi ₉ Cu ₃	AlSi ₁₂ CuFe	AlSi ₈ Zn ₁₀ Mg
Si	9.4	12.5	8.64
Cu	2.4	0.85	0.005
Mn	0.24	0.245	0.181
Mg	0.28	0.347	0.452
Zn	1	0.42	9.6
Ni	0.05	0.039	0.0022
Fe	0.9	0.692	0.1143
Pb	0.09	0.055	-
Ti	0.04	0.026	0.0622
Cr	0.04	0.023	0.0014
Sn	0.03	0.01	-
Hg	-	-	0.0006
Са	-	0.001	0.0002
Cd	-	-	0.0001
Bi	-	-	0.0003
P	-	-	0.0001
Sb	-	-	0.0007

Tabla 2.12. Composición química de las aleaciones (% e.p.) [17].

Hurtalová L. et al. [17], describen el efecto de la composición química sobre la formación de intermetálicos en aleaciones AlSi₉Cu₃, AlSi₈Zn₁₀Mg y AlSi₁₂CuFe, a partir de la modificación de su composición. La microestructura de las aleaciones fue estudiada usando un microscopio de luz y observación por SEM con análisis de fluorescencia de rayos X por energía dispersiva (EDX). Las aleaciones fueron

fundidas a una temperatura de 760 °C, previamente para limpiar las aleaciones se usó sal AlCu₄B₆ (Tabla 2.12).

Para el análisis de la microestructura de cada aleación se prepararon muestras metalográficamente. En la aleación de AlSi₉Cu₃, Hurtalová L et al. [17] obtuvieron una estructura dendrítica de la fase α (en color gris claro), el eutéctico (mezcla de la matriz α y la fase esférica de Si en color gris oscuro) y varios tipos de fases intermetálicas (Cu y Fe) (Fig. 2.9).



Figura 2.9. Microestructura de la aleación secundaria AlSi₉Cu₃, ataque Dix-Keller [17].

Debido al contenido menor a 0.9% de Fe y 0.24% de Mn se encontraron fases intermetálicas como Al₁₅(FeMn)₃Si₂ en forma de "esqueleto de pescado", una fase de Al₂Cu con una forma de cristales tetragonales en dos morfologías: bloques con alto contenido de cobre (38–40 % Cu) y un eutéctico esferoidal Al-Al₂Cu-Si (Fig. 2.10).



a) $Al_{15}(FeMn)_{3}Si_{2}$ b) $Al_{2}Cu$ c) $Al - Al_{2}Cu - Si_{2}$

Figura 2.10. Micrografías de fases intermetálicas de la aleación de fundición AlSi₉Cu₃, ataque HF [17].

En la aleación AlSi₁₂CuFe con 12.5 % de Si, la estructura consistente en un eutéctico de Si en una matriz de Al–α, partículas de Si primario y fases intermetálicas. Los intermetálicos consistieron en fases ricas en hierro Al(FeMn)Si, Al(FeMnMg)Si con una morfología de esqueleto de pescado, como se aprecia en la figura 2.11-a, Al₅FeSi en forma de agujas en la figura 2.11-a y Al(FeMg)Si en forma de partículas masivas, como en la figura 2.11-b, además de fases ricas en cobre Al₂Cu en dos morfologías, bloques y esferoidal (Al-Al₂Cu-Si) como en la figura 2.11-b. En el caso del Mg fases intermetálicas en forma de partículas esféricas de Mg₂Si que se observan en la figura 2.11-c.



Figura 2.11. Micrografías de fases intermetálicas en la aleación de fundición AlSi₁₂CuFe, ataque H_2SO_4 [17].

Por último, la aleación AlSi₈Zn₁₀Si₈Mg estuvo conformada por una fase α , un eutéctico de Si, matriz α , una fase esférica de Si y varios tipos de intermetálicos, (Fig. 2.12).



Figura 2.12. Microestructura de la aleación de fundición AlSi₈Zn₁₀Si₈Mg, ataque con Fuss [17].

Hurtalová L et al. [17], estipulan que en este tipo de aleaciones elementos tales como el Mg, Fe, Mn y el Cu están siempre presentes y dan lugar a estructuras ovalada, de esqueleto de pescado, escritura china o de agujas como se muestra en la figura 2.13.



Figura 2.13. Micrografías de fases intermetálicas de la aleación AlSi₈Zn₁₀Si₈Mg, ataque con Weck–Al [17].

Asimismo, L. Hurtalová et al. [18], estudiaron los cambios en la microestructura de una aleación Al–Si después de un tratamiento de endurecimiento por envejecimiento. En este caso empleó una aleación secundaria de AlSi₉Cu₃ y las muestras de esta aleación fueron tratadas térmicamente por solubilización a 515 °C por 4 h, seguido de un temple en agua a 40 °C y un envejecido artificial a diferentes temperaturas de 150, 170 y 190 °C por tiempos de envejecimiento de 2, 4, 8, 16, 32 h. Después del tratamiento térmico, se realizó ensayos de tensión y dureza Brinell (con una carga de 612.92 N y una bola de 2.5 mm de diámetro por 15 s), así como una inspección microestructural mediante un microscopio óptico Neophot 32 y MEB-EDX. En este caso, L. Hurtalová et al. [18] describen que el tratamiento térmico provocó cambios en el eutéctico de Si donde las plaquetas de Si se esferoidizan (Figura 2.14).



Figura 2.14. Micrografías del efecto del tratamiento térmico en la morfología del eutéctico de silicio, ataque con Dix – Keller [18].

Además, atribuye cambios en las fases ricas en Fe al endurecimiento por envejecimiento. La estructura con forma de esqueleto de pescado $AI_{15}(FeMn)_3Si_2$ se disuelve y fragmenta y el valor de la superficie media disminuye de 250 µm² a 51 µm² (Fig. 2.15).



Figura 2.15. Micrografías de modificaciones en la morfología de esqueleto de pescado de la fase rica en Fe [18].

2.4. Compuesto de matriz metálica (MMC)

Los compuestos de matriz metálica (MMC por sus siglas en inglés) son materiales cuya matriz metálica esta reforzada con algún otro material no metálico. El objetivo de esta combinación de materiales, es obtener un material compuesto liviano, resistente a la corrosión y con buenas propiedades mecánicas superiores a las aleaciones ferrosas o no ferrosas [12, 19, 20]. Los materiales compuestos de matriz metálica usualmente constan de un metal de baja densidad, como el aluminio, magnesio o titanio, reforzados con partículas o fibras de un cerámico, como el grafito. En comparación con los metales no reforzados, los MMCs tiene elevada resistencia y rigidez a altas temperaturas de operación, así como una mayor resistencia al desgaste [21, 22].

2.4.1. Compuesto de matriz metálica de aluminio

Las aleaciones de aluminio en combinación con materiales reforzantes tienen temperaturas de fusión más elevadas con respecto al aluminio (660 °C). Por lo tanto, satisface requisitos para ser aplicado como material compuesto en ambientes de altas temperaturas y corrosivas.



Figura 2.16. Micrografías de secciones transversales de MMCs de aluminio reforzadas con fibras típicas. (a) fibra continua de B4C. (b) fibras discontinuas de grafito. (c) partículas de SiC. (d) whiskers. (e) Al2O3. (f) partículas de SiC [12].

De acuerdo con la literatura [12,20], el desarrollo de MMC de grafito/aluminio (G/AI) incrementa el módulo elástico a 966 GPa. Aun así, el procesamiento de un compuesto de G/AI es complicado debido a la mala mojabilidad del carbono con aluminio fundido y la oxidación del carbono. Sin embargo, se utilizan procesos para la fabricación de este tipo de materiales de manera comercial. A continuación, se mencionan los procesos empleados para fabricar MMC reforzados con grafito:

- 1. Infiltración de metal líquido a estopas de fibra.
- 2. Deposición de vapor en vacío a la matriz sobre estopas extendidas.
- Unión a presión en caliente a estopas extendidas intercalados entre hojas de aluminio.

Por otro lado, el desarrollo de compósitos de G/Al se ha centrado en la utilización de fibras continuas como refuerzo, por lo cual se han realizado investigaciones de diversas técnicas para el procesamiento de solidificación y su posterior uso [12, 23].

La soldadura de materiales compuestos a través de procesos de soldadura convencionales tales como GTAW, LW o EBW, disminuye la soldabilidad y resulta ser costoso. Inclusive, los procesos por brazing o soldering tienen complejidad en cuanto a la unión de compuestos con algún material metálico.

De acuerdo con los estudios realizados por D. M. Goddard et al [24], la unión de hojas de aluminio 6061 a un compósito de Al/Gr por medio de brazing a través de un horno, es factible si utilizan metales de aporte con y sin fundente. Además, demostraron que la presencia de los elementos químicos de Mg y Si en el metal de aporte, inducen a la formación de estructuras que coadyuvan a la unión de los materiales (Fig. 2.17). Sin embargo, precisaron que es necesario mejorar el procedimiento para la unión de estos materiales a través del brazing.



Figura 2.17. Microestructura en la unión soldada al horno entre hojas de aluminio 6061 y compuesto de Al/Gr. (La matriz compuesta es Al-7% Zn, la aleación de brazing es 718 y la temperatura de brazing es 590°C) Mag: 500X [24].

De acuerdo a la Sociedad Americana de la Fundición [25], los compuestos de matriz metálica de aluminio tienen la ventaja de emplearlos en la fabricación de piezas más ligeras para automóviles. Debido a la baja densidad y altas propiedades mecánicas, además de mejora la resistencia al desgaste y a la tensión, iguales a la de las fundiciones de hierro.

El tamaño y la morfología del metal, así como la fase cerámica, juegan un papel importante en las propiedades del material compuesto final. Estudios llevados a cabo por Clyne y Withers [26] sugieren que si el refuerzo es grande, en el rango de 1-100 μ m, las partículas hacen una contribución insignificante al fortalecimiento debido a la inhibición del mecanismo de Orowan y por lo tanto, el efecto de fortalecimiento es menor que para partículas con un tamaño por debajo de 1 μ m.

La resistencia en las MMC se divide en dos categorías: 1) directo e 2) indirecto [27]. En el modo directo, la carga aplicada se transfiere de la matriz más débil, a través de la interfaz de refuerzo de matriz, al refuerzo típicamente más rígido. Debido a la menor relación de aspecto de los materiales en partículas, la transferencia de carga no es tan eficiente como en el caso del refuerzo de fibra continua, pero sigue siendo importante para proporcionar resistencia [28]. Al enfriarse a partir de las temperaturas de colada, se forman dislocaciones en la interfase de refuerzo/matriz debido al desajuste térmico y al movimiento de las dislocaciones inducida térmicamente que resulta en un incremento en la resistencia de la matriz [29].

Por otro lado, la microplasticidad en los compuestos se ha atribuido a puntos de concentración de tensión en la matriz en los polos de las partículas redondas de refuerzo y/o en los vértices afilados de las partículas de refuerzo de forma irregular [30]. La tensión inicial de micro-rendimiento disminuye con el aumento de la fracción de volumen, a medida que aumenta el número de puntos de concentración de tensión.

Los principales factores que controlan el módulo elástico de las MMC son la relación de aspecto de refuerzo y la fracción de volumen del refuerzo. La presencia de capas de reacción interfacial reduce los módulos transversales de muchos compuestos. No obstante, el módulo de Young es una de las propiedades menos sensibles a las características microestructurales. Hashin y Shtrikman propusieron límites superiores e inferiores para la predicción de un módulo compuesto de Young, E_c, con una fracción de volumen de refuerzo V_f:

$$E_{1} + \frac{V_{f}}{\frac{1}{E_{2} - E_{1}} + \frac{1 - v_{f}}{3E_{1}}} \leq \langle E_{c} \rangle \leq E_{2} + \frac{1 - V_{f}}{\frac{1}{E_{1} - E_{2}} + \frac{v_{f}}{3E_{2}}}$$
Ecuación 2.2.

Donde E₁ y E₂ son los módulos de la aleación de la matriz y el refuerzo, respectivamente. Como alternativa al modelado analítico, las técnicas numéricas como el método de los elementos finitos (FEM) se han vuelto cada vez más

populares. Una partícula cilíndrica unitaria tiene un mayor efecto de rigidez que una partícula esférica

2.4.2. Mojabilidad de substratos

El mojado de sustratos cerámicos por un metal fundido juega un papel esencial en las propiedades de los compuestos de matriz metálica. La relación entre el ángulo de mojabilidad θ y las energías superficiales fue propuesta por Young-Dupré [31] y describe el equilibrio de las fuerzas horizontales debido a la tensión superficial que actúa sobre una gota de líquido en contacto con un sólido como se muestra esquemáticamente en la Figura 2.18.



Figura 2.18. Esquema de la tensión superficial que actúa sobre una gota de líquido en contacto con un sólido [5].

Así, el ángulo de contacto θ característico depende de las energías superficiales de las interfaces líquido-vapor (γ_{lv}), sólido-vapor (γ_{sv}) y sólido-líquido (γ_{sl}). Se consigue una mojabilidad adecuada cuando el ángulo de contacto entre el metal y el sustrato está por debajo de 90º como se muestra en la figura 2.19. El trabajo de adhesión (W_{ad}) está en relación directa con las energías superficiales y se define como:

$$W_{ad} = \gamma_{sv} + \gamma_{lv} - \gamma_{sl}$$

Ecuación 2.3.

El trabajo de adhesión caracteriza el trabajo que es necesario para separar la interfaz sólido-líquido. Entonces se obtiene la siguiente expresión:

$$W_{ad} = \gamma_{lv}(1 + \cos\theta)$$

Ecuación 2.4.

De este modo, el trabajo de adhesión depende únicamente de la tensión superficial de la masa fundida metálica y del ángulo de contacto θ . Por lo general, se mide mediante la técnica de gota sésil, el ángulo de contacto y la tensión superficial del metal mediante el análisis del perfil de la gota [32]. La tensión superficial líquido-vapor, σ_{LV} [mN/m], de la gotita se determina usando la ecuación propuesta por Dorsey [33]:

$$\sigma_{LV} = \frac{g\rho d_m^2}{4} \left[\frac{0.052}{f} - 0.1227 + 0.0481f \right]$$

Ecuación 2.5.

Donde g = aceleración por gravedad [cm/s²], ρ = densidad del líquido [g/cm³], d_m = diámetro máximo [cm] de la gota y f es un factor geométrico dado por:

$$f = \left(\frac{2\dot{H}}{d_m}\right) - 0.4142$$

Ecuación 2.6.

En la ecuación 2.6, se aprecia en la figura 2.19, H' [cm] es la distancia desde la parte superior de la gota hasta la intersección del eje con una tangente a la caída de 45 °.



Figura 2.19. Bosquejo de una gota adherida, que muestra la relación de altura y diámetro utilizada para la ecuación de Dorsey (Ecuación 2.5) para calcular la tensión superficial [33].

El trabajo de adhesión en los sistemas de metal fundido-cerámica se subdivide en dos categorías diferentes. El primero, es un resultado de las fuerzas de Van der Waals y el segundo se basa en el enlace químico entre átomos de superficie de las dos fases diferentes [34]. Los sistemas no reactivos se caracterizan por entalpias de reacción positiva, mientras que los sistemas reactivos muestran entalpia de reacción negativas. Los sistemas de metal-óxido metálico (Me/MexOy), tales como Al-Al₂O₃, se clasifican en general como sistemas no reactivos.

2.4.3. Mojado no reactivo

Las energías interfaciales de Me/MexOy se caracterizan por la débil fuerza de Van der Waals y las interacciones electrónicas. Según Gallois [35], los ángulos de contacto intrínsecos en estos sistemas son generalmente mayores de 90 °. Este puede ser diferente cuando hay interacciones entre el óxido y el metal fundido o en una atmósfera reactiva. El oxígeno disuelto en el metal se adsorbe en el metal líquido/vapor y en las interfaces líquido-metal/cerámica, lo que conduce a un mojado mejorado con ángulos de contacto tan bajos como 70 °. Entre los sistemas de metal-cerámica, Al-Al₂O₃ es el más importante. Como la solubilidad de Al₂O₃ en la fusión de Al cerca de su solidus es bastante baja, menos de 0,006 % at. se disuelve, no hay influencia que conduzca a la mejora de mojado anteriormente mencionada en este sistema.

El comportamiento de mojabilidad de Al₂O₃ por Al líquido ha sido ampliamente estudiado, según lo revisado por Rocha-Rangel et al. [36]. El problema principal que aparece en este sistema es que la mojabilidad de Al₂O₃ por Al es un fenómeno de no equilibrio caracterizado por la oxidación continua de Al. De hecho, el contacto corresponde al sistema Al-Al₂O₃/Al₂O₃, en lugar de al par Al/Al₂O₃. Por lo tanto, la capa de alúmina que recubre el aluminio líquido es la barrera que impide el fenómeno de mojabilidad.

Los factores críticos que afectan la mojabilidad de la alúmina-α por aluminio fundido fueron revisados por Shen et al. [37]. Los ángulos de contacto reportados están tan dispersos, que van desde 160° a 40°. La gran dispersión se debe principalmente a la presencia de una capa de óxido superficial protectora sobre el aluminio fundido, que actúa como una barrera que inhibe la formación de una verdadera interfaz Al-Al₂O₃, particularmente por debajo de 1000°C. La capa de óxido presente resulta en los ángulos de contacto observados mucho más grandes. A altas temperaturas (T>1000°C) la dispersión es relativamente pequeña, lo que se atribuye a la desaparición de la película de óxido podría ser la reacción entre él y el aluminio líquido que implica la formación de un sub-óxido gaseoso de acuerdo con la reacción [38, 39]:

$$4AI_{(l)} + AI_2O_{3(s)} \rightarrow 3AI_2O_{(g)}$$

Reacción 2.1.

La presión de vapor de Al₂O sobre Al líquido y Al₂O₃ sólido a 1350°C se informa que es de aproximadamente 3×10^{-4} bar [40] y la de aluminio líquido se informa que es 1×10^{-4} bar a la misma temperatura. Por lo tanto, se debe asumir la evaporación tanto de Al como de Al₂O. Los autores concluyeron que una buena mojabilidad del aluminio sobre alúmina es posible a temperaturas elevadas por encima de 1000°C.

Aparte de la oxidación, la rugosidad de la superficie influye en el comportamiento de mojabilidad [41]. A pesar de que las muestras pulidas se utilizan en la mayoría de las pruebas de gota adheribles, la superficie no es totalmente lisa. Se ha demostrado que cuando la rugosidad Ra es inferior a 1 μ m, la influencia sobre la mojabilidad es bastante moderada.

El efecto de la temperatura sobre la mojabilidad y la resistencia al corte de Al/Al₂O₃ se evaluó por Sobczak et al. [42]. Proponen que el ángulo de contacto "verdadero" a 800 °C en Al/Al₂O₃ fuese de 80°. Concluyen que los bajos ángulos de contacto corresponden a fuertes resistencias interfaciales. Esto se indicó mediante la comparación de las tensiones de cizalladura de dos pares diferentes de Al-Al₂O₃ donde las pruebas de mojabilidad se realizaron a diferentes temperaturas de ensayo. Las resistencias al cizallamiento fueron 50 MPa y 28 MPa en ángulos de mojado de 90° y 120°, respectivamente.

El efecto de una capa de óxido sobre el ángulo de contacto ha sido estudiado por Ksiazek et al. [43] mediante la medición simultánea del ángulo de mojado θ y del espesor de óxido. La descomposición parcial del óxido en la superficie en combinación con la porosidad abierta permite que el metal penetre entre los poros pequeños a pesar de que el ángulo de mojado macroscópico de la gota sésil es mayor que el ángulo del umbral de la dispersión, que es de 90°. Una película de óxido parcialmente reducible se forma en el frente de mojabilidad bajo alto vacío. La energía de activación para la propagación es comparable a la energía de activación para la disolución. Sin embargo, la interferencia del óxido sobre Al conduce a que el mojado sea controlado por la película de óxido. El mecanismo dominante de mojado en un sistema dado cambia con las condiciones de prueba, pero generalmente el comportamiento de mojado en los sistemas Al-Al₂O₃ y Al-SiC es controlado por los efectos de óxido Mientras que en los sistemas Cu-Al es controlado por reacciones químicas.

2.5. Modificación superficial por sputtering

El sputtering consiste en una superficie sólida que cuando es bombardeada con iones energéticos, los átomos en la superficie del sólido se dispersan hacia atrás debido al choque entre los átomos de la superficie y las partículas energéticas (Fig. 2.20). En términos más simples, se produce la vaporización de los átomos del blanco cuando los iones energéticos colisionan con este.



Figura 2.20. Representación esquemática del proceso físico de sputtering [44].

La deposición por sputter es un método de deposición física de vapor que se realiza para la deposición de películas delgadas por medio del sputtering. Para lograr esto, el sistema de sputtering está compuesto de un par de electrodos, siendo el cátodo y el ánodo. El cátodo es cubierto con el material del blanco, mientras que el ánodo es cubierto por el sustrato. La cámara de sputtering es llenado con gas argón. Se forma un plasma donde los iones de Ar⁺ generados son acelerados hacia el cátodo. Al chocar los iones de Ar⁺ con el blanco, estos arrancan material el cual es depositado en el sustrato dando como resultado la formación de una película delgada [44].

Es importante tener un control de las condiciones del sputtering durante la deposición de elementos, pues de eso dependerán las propiedades de las películas realizadas. Los parámetros por monitorear en el sputtering son [44]:

- 1. Voltaje de descarga, corriente y potencia
- 2. Gas residual
- 3. Presión parcial del gas sputter
- 4. Temperatura del sustrato
- 5. Espesor de las películas sputtered
- 6. Estructura de la película.

Con este proceso de esta manera se depositan películas de metales puros o aleaciones, utilizando descargas de gases nobles, como el Ar o He. Inclusive es posible depositar materiales compuestos por evaporación al utilizar blancos elementales con gases reactivos. Así se depositan desde óxidos y nitruros de metales en atmósferas reactivas de oxígeno y nitrógeno, respectivamente.

Por otro lado, aunque las propiedades físicas y mecánicas a menudo limitan la selección de los constituyentes (la reactividad química del refuerzo con la aleación de la matriz) es definida por la combinación final de refuerzo/matriz [45, 46]. La influencia de la energía libre de formación propuesta por primera vez por

Aksay et al. [47] y Naidich [34], establecen que la entalpía en la vecindad de la línea triple (s-l-v) controla la extensión del líquido en el material sólido.

Naidich [34] subdividió el trabajo de adhesión en un sistema reactivo en dos términos como:

$$W_{ad} = W_{ad}(eq) + W_{ad}(non - eq)$$

Ecuación 2.7

Ecuación 2.8.

Y así se calcula para la región interfacial:

$$\gamma_{sl} = \gamma_{lv} + \gamma_{sv} - W_{ad}(eq) - W_{ad}(non - eq)$$

Se informa que los valores obtenidos por el cálculo de W_{ad} usando la Ecuación 2.6 están de acuerdo con los experimentales dentro de un factor de 2. El término W_{ad} (sin equilibrio) se calculó mediante la integración de la entalpía libre de formación entre las condiciones de partida y condiciones de equilibrio final a lo largo de la interfaz. Se asume una reacción rápida y la formación de una monocapa del producto de reacción más estable sobre el sustrato y la masa fundida líquida. Naidich [34] propuso que las reacciones químicas extensas entre los constituyentes son el mecanismo predominante para mejorar la mojabilidad.



Figura 2.21. Esquema sobre la mejora de la mojabilidad y el ángulo de mojado.

2.5.1. Efecto de diferentes factores en la mojabilidad

Los ángulos de contacto se utilizan para determinar si es posible o no una incorporación espontánea sobre una superficie de sistema dado. Cuando se intenta predecir el comportamiento de mojabilidad, las condiciones experimentales deben ser representativas del proceso de fabricación del material compuesto, particularmente con respecto a la temperatura, el tiempo y el medio ambiente. Sin embargo, los datos de las pruebas de gotitas sésiles reportados en la literatura son inconsistentes debido a las variaciones de tiempo, temperatura y ambiente utilizados [48, 49].

Para un metal líquido dado, los carburos, boruros y nitruros de los metales de transición están mejor mojados que los cerámicos unidos covalentemente y iónicamente, por lo que la tendencia a que una cerámica sea mojada por el metal disminuye a medida que su calor de formación se vuelve más negativo [49].

La mayoría de las superficies sólidas (con la excepción, quizás, de cristales individuales) rara vez son consistentes y limpias, con diferentes dominios superficiales que poseen diferentes químicas y propiedades humectantes. Esta heterogeneidad química resulta de la oxidación, corrosión, recubrimientos, fases múltiples (por ejemplo, eutéctica), películas adsorbidas, rebordes, dislocaciones e intersecciones entre los granos con la superficie y la anisotropía cristalográfica. La mojabilidad y la dispersión son sensibles a tales heterogeneidades químicas y estructurales [50].

2.5.2. Oxidación

Los ángulos de contacto para metales reactivos como Al son sensibles a la contaminación por oxígeno. Esto se debe a la formación de una película delgada de óxido tenaz sobre la superficie de la gotita de metal que obstruye la mojabilidad [49]. Para el Al líquido, a veces se observan ángulos de contacto

menores a 90° si se realizan ensayos por encima de 1000°C [48, 49, 51-53]. Esto se explica comúnmente como debido a la degradación de la película de óxido metálico sobre la superficie de la gotita a altas temperaturas, permitiendo al metal fundido perforar la piel de óxido.

2.5.3. Reacción Interfacial

La naturaleza de la interfaz entre la matriz y el refuerzo tiene una notable influencia sobre las propiedades de los compuestos de matriz metálica. Un comportamiento interfacial desempeña un papel importante en las propiedades mecánicas y físicas de los MMCs, tales como: capacidad de blindaje de neutrones, peso, tenacidad, fatiga, resistencia, rigidez, ductilidad, fluencia y coeficiente de expansión térmica. Durante el mojado de la cerámica o compósito por el metal fundido, se produce una reacción química en la interfaz que cambia la composición de la masa fundida y el substrato (cerámico). Estas reacciones interfaciales cambian todas las energías libres interfaciales sólido-líquido, líquidovapor y sólido-vapor y mejoran la adhesión a través de la unión química.

Las reacciones interfaciales y el tipo de productos de reacción son función de la temperatura, tiempo, presión, atmósfera, composición de la matriz y composición química superficial. La temperatura y el tiempo promueven las reacciones interfaciales, incluso si no hay productos de reacción en la interface, las propiedades de tracción dependen de la naturaleza de la unión. La resistencia de los compuestos depende de la fuerza del enlace interfacial entre la matriz y el refuerzo. Una unión interfacial fuerte permite la transferencia y distribución de la carga de la matriz al refuerzo [48]. El mojado es también función de las reacciones interfaciales y depende del tipo de reacciones fisicoquímicas. No obstante, la mojabilidad aumenta o disminuye con el tiempo y la temperatura.

2.5.4. Rugosidad superficial

La ecuación de Young-Dupre se aplica solamente sobre una superficie plana y no una áspera [54]. La ecuación de Young asume una superficie perfectamente plana y en muchos casos la rugosidad superficial y las impurezas causan una desviación en el ángulo de contacto de equilibrio desde el ángulo de contacto predicho por la ecuación de Young. Cabe mencionar que la mojabilidad completa resulta más difícil de conseguir a medida que disminuye el tamaño de partícula. Esto se debe al aumento de la energía superficial requerido para que el metal tenga un contacto íntimo con el sólido. Las partículas más pequeñas son más difíciles de dispersar debido a su superficie inherentemente mayor. Estos polvos finamente divididos muestran una tendencia creciente a aglomerarse o agruparse a medida que disminuye el tamaño de partícula. Por lo tanto, está claro que la rugosidad de la superficie afecta el ángulo de contacto, por lo tanto, la mojabilidad [55]. Además, si el tamaño de partícula es demasiado grande, la rugosidad superficial aumenta y esto dificulta la extensión del metal líquido.

La rugosidad excesiva en micro-escala contribuye a la baja mojabilidad y sirve como el sitio de la iniciación de la fractura cerca de la interface [56]. La rugosidad superficial también afecta la velocidad de propagación [57]. Por otro lado, la mojabilidad aumenta a medida que la micro-rugosidad disminuye y esto también es sustentado por la teoría cinética molecular de la mojabilidad [58].

CAPÍTULO 3 METODOLOGÍA

De acuerdo con el propósito de esta investigación sobre la factibilidad de soldar por brazing un sistema complejo debido a su baja soldabilidad, se llevó a cabo en dos etapas la parte experimental para fines comparativos (sin y con nanocapas de Bi). Por lo tanto, los resultados obtenidos están basados bajo diseños de experimentos para correlacionar las variables de respuesta que fueron analizadas por de técnicas de caracterización (cualitativas y cuantitativas), que aportaran un conocimiento científico y tecnológico que será de mucha importancia para posteriores trabajos. La primera etapa del proyecto comprende la unión por medio de brazing de los materiales sin deposición de nanocapas de Bi. La segunda etapa implica tres aspectos: primero, la deposición de nanocapas de metaloides de Bi por medio de la evaporación térmica; segundo, con base a un diseño de experimentos, soldar los materiales que se modificaron superficialmente por medio de la soldadura brazing y tercero, caracterizar por técnicas de microscopía la unión, así como evaluar microdurezas y módulos elásticos.

Cabe mencionar que la elección de los parámetros, la deposición de las nanocapas y el proceso de unión son factores que influyen en los resultados del proceso brazing. Por lo tanto, en esta tesis se estableció un diseño de experimentos para establecer las variables de respuesta que influyen en la soldadura del sistema disímil.

3.1 Primera etapa: Caracterización de la materia prima y soldadura del sistema disímil A380/CMM_{Al/G} sin deposición de nanocapas de Bi y caracterización de la zona de unión

3.1.1. Meta

Realizar y caracterizar el cordón de soldadura con el fin de establecer los parámetros de unión, así como la formación de fases, medir el módulo elástico y microdureza.

3.1.2. Actividad para soldar por brazing sin nanocapas de Bi

Para unir los dos metales disímiles, primero se soldaron por brazing sin deposición de nanocapas de Bi la superficie de los sistemas A380/A380 y A380/CMM_{AI/G}. En este caso, llevar a cabo un arreglo de unión a tope entre las superficies de los materiales. Posteriormente, el sistema preparado para el brazing soldarlo mediante un ciclo térmico dentro de un horno de resistencias usando una atmósfera inerte (gas argón). El brazing se llevará a un rango de temperatura de 550 a 650°C con un tiempo de permanencia de 60 min.



Figura 3.1. Diagrama de flujo secuencial para realizar la primera etapa experimental del proyecto.

3.2 Segunda etapa: Soldadura y caracterización de la zona de unión con deposición de nanocapas de Bi por evaporación térmica del sistema disímil A380/CMM_{Al/G}

3.2.1. Meta

Comparar microestructuralmente la zona de unión con las muestras sin deposición de nanocapas. Con el fin de establecer mejoras en la soldabilidad y analizar las mediciones del módulo elástico y microdurezas. Así mismo, correlacionar las variables de entrada con las de salida mediante un diseño experimental.

3.2.2. Actividad 1: soldar y deposición de las nanocapas de Bi por evaporación térmica

Se procederá a modificar la superficie del compósito por medio de la deposición de películas delgadas de Bi por evaporación térmica considerando las variables de entrada mediante el planteamiento del diseño de experimentos 2^k. En este caso sobre la superficie del compósito se depositará nanocapas de Bi.

3.2.3. Actividad 2: Prueba de unión del sistema A380/CMM_{Al/G} usando el proceso brazing, con modificación superficial en el compósito mediante nanocapas de Bi

Una vez que se ha depositado la película delgada sobre la superficie del compósito, se realizará la unión de los metales disimiles por medio de soldadura brazing, utilizando el mismo arreglo de tipo de unión a tope. Adicionalmente, se aplicará un tratamiento de calentamiento al sistema disímil dentro de un horno de atmósfera inerte. El rango de temperatura y el tiempo será el mismo propuesto en el punto 3.1.2 para este caso.

3.2.4. Actividad 3: Caracterización microestructural y química sin y con deposición de nanocapas: microscopia óptica, microscopio electrónico de barrido (MEB) y microscopia de fuerza atómica (AFM)

De cada una de las pruebas realizadas en la primera y segunda etapa, se tomarán muestras para caracterizarlas microestructuralmente y químicamente (la zona de unión). La caracterización microestructural y topográfica se realizará por medio de microscopia óptica, microscopio electrónico de barrido (MEB) y microscopio de fuerza atómica (AFM), respectivamente. Así mismo, se realizará en paralelo la medición del módulo elástico y microdureza en la zona de unión por el modo del análisis mecánico dinámico del nanoindentador. Cabe mencionar, que estos análisis y mediciones se realizarán para ambas condiciones de unión por brazing (sin y con deposición de nanocapas).



Figura 3.2. Diagrama de flujo secuencial para la segunda etapa experimental del proyecto.
CAPÍTULO 4

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para el alcance de las metas y cumplir con las actividades establecidas en el capítulo 3, se describen a detalle el desarrollo experimental de la siguiente forma: La primera etapa está enfocada como una parte exploratoria sin deposición de nanocapas de Bi y, la segunda etapa está enfocada como una prueba comparativa en la microestructura y propiedades elásticas (módulos elásticos) de las uniones con deposición de nanocapas de Bi.

4.1. Primera Etapa

En esta etapa, se realizaron una serie de experimentos exploratorios para soldar un sistema disímil: compósito de matriz metálica de aluminio reforzado con grafito (CMM_{AI/G}) y una aleación de aluminio A380. Esta aleación de aluminio fue previamente purificada en un trabajo de investigación realizado en colaboración CINVESTAV-COMIMSA [59] por inyección de polvos de SiO₂ para ajustar el Mg < 1% e.p. Cabe mencionar que estos experimentos con la aleación A380, se llevaron a cabo para saber si el sistema es soldable o no mediante el empleo de una pasta de composición química de Al-Si.

4.1.1 Caracterización de las materias primas

Los materiales empleados consistieron en una aleación de aluminio A380, un compósito de matriz de aluminio reforzado con fibras de grafito y el material de aporte en forma de pasta (Al-Si). Previo al proceso brazing, las muestras de aluminio se analizaron químicamente por medio de espectrometría de emisión por chispa marca Oxford Instruments modelo PMI-MASTER Smart.

En el caso del material de aporte se utilizó una pasta de Al-Si denominada NPA-1070-400-M01 marca FUSION Inc. De acuerdo con los datos del proveedor es una mezcla con fundente para ciclos de calentamiento prolongados (> 1 h). Sus características de brazing se resumen en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1. Composición química y temperaturas del metal de aporte.

Composición química de la aleación (%)		Temperatura de Solidus (°C)	Temperatura de Liquidus (°C)		
AI	Si	577	590		
88	12	577	502		

4.1.2 Preparación de las muestras para soldar por brazing en DSC

Posteriormente, a partir de barras de aluminio A380, 30 muestras de 5 mm de diámetro por 1 mm de espesor se cortaron y maquinaron. Las medidas se ajustaron a las dimensiones internas de los crisoles de alúmina que se emplean en el equipo de DSC marca TA Instruments modelo STD Q600 (Fig. 4.1).



Figura 4.1. a) Esquema de las dimensiones de las muestras de aleaciones de aluminio y compósito previas al proceso brazing y b) crisol de alúmina.

4.1.3 Análisis calorimétrico diferencial de las muestras de A380, CMM_{Al/G} y metal de aporte previo al brazing

A las muestras de aleación de aluminio y el compósito, se les realizó un análisis calorimétrico diferencial de barrido (DSC) para analizar los eventos térmicos de los materiales para analizar el efecto de la temperatura en los metales base. Las muestras por separado se llevaron a temperatura de fusión (700 °C) a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en una atmósfera inerte de gas Ar (99.999% de pureza). En el caso del material de aporte, se llevó a cabo el estudio a temperaturas de 750 °C empleando las mismas velocidades de calentamiento, con el fin de analizar los eventos térmicos.

4.1.4 Brazing y análisis por DSC de los sistemas de unión A380/A380 y A380/CMM_{Al/G} sin nanocapas

En esta sección experimental, las pruebas se realizaron por la razón siguiente: soldar pares de A380-A380, con el fin de tener un referente de comparación al momento de unir el sistema disímil A380-CMM_{Al/G}. El tipo de unión para ambos sistemas se realizó a tope como se muestra en la figura 4.2.



Figura 4.2. Esquema de preparación de la muestra para soldar por brazing sin y con nanocapas de Bi.

4.1.4.1 Preparación de las muestras a soldar por el proceso brazing

Una vez maquinadas las muestras, se colocaron dentro de un vaso de precipitado Pyrex con etanol de grado industrial y se limpiaron por ultrasonido por 30 min para remover material sólido de las superficies en un equipo de la marca Power-Sonic410 modelo LUC-410. Posteriormente, las muestras se lijaron con papel abrasivo de SiC de granulometría 400 y se enjuagaron bajo el chorro de agua a temperatura ambiente para eliminar material abrasivo. Ya enjuagadas las muestras, se introdujeron dentro de un vaso de precipitado Pyrex con acetona y, se limpiaron con ultrasonido nuevamente por 30 min en el mismo equipo empleado anteriormente. Finalmente, las muestras se secaron bajo un flujo de aire caliente, cabe mencionar que la limpieza en las muestras debe ser equivalente al manejo de un implante de una prótesis.

4.1.5 Preparación metalográfica de las muestras soldadas por brazing

Se procedió al análisis microestructural a través de un estudio metalográfico de la aleación A380 y del compósito, lo cual se llevó a cabo mediante el siguiente procedimiento. Las muestras sin nanocapas se montaron en forma transversal en resina de lucita. Posteriormente, se desbastaron empleando una serie de papeles abrasivos de SiC de 80 a 2400 de granulometría. Desbastadas con la lija 2400, se procedió al pulido a espejo sobre paño microcloth empleando pasta de diamante de 1 µm y alcohol etílico para distribuir la pasta y remover residuos del pulido. Pulidas las muestras se expusieron a una limpieza ultrasónica dentro de un vaso de precipitado con alcohol por 15 min. Las muestras se limpiaron con un algodón impregnado de alcohol y se secaron bajo un flujo de aire caliente.

4.1.6 Caracterización microestructural por microscopia electrónica de barrido y microscopia óptica

Las muestras preparadas metalográficamente se inspeccionaron mediante un microscopio óptico de la marca Nikon, a 500 y 1000 magnificaciones, esto con el fin de observar la morfología y distribución de fases, para realizar una inspección a altas amplificaciones por electrones secundarios sobre diversas zonas de la superficie del aluminio A380, así como del compósito. En este caso, se empleó un microscopio electrónico de barrido de la marca TESCAN MIRA3. Asimismo, la naturaleza química de las fases en la aleación A380 y compósito se analizaron utilizando un detector de electrones retrodispersados (EDS) marca Bruker.

4.2. Segunda Etapa

En esta etapa, se realizaron una serie de experimentos preliminares, para determinar si el Bi mejora la soldabilidad del sistema A380/CMM_{Al/G}. Cabe mencionar que en el estudio de la unión de A380/A380 y la unión A380/CMM_{Al/G} con nanocapas se emplearon los mismos parámetros de la tabla A.1 (ver Apéndice A). Asimismo, se realizaron observaciones y mediciones del ángulo de mojabilidad entre el metal de aporte en pasta con películas de Bi depositadas sobre una superficie del CMM_{Al/G}. Finalmente, se correlacionaron los parámetros del proceso de soldadura con las variables de respuesta establecidos por el diseño de experimentos 2^k.

4.2.1. Diseño de experimentos para las muestras con deposición de Bi y proceso brazing

Antes de formalizar un diseño de experimentos por falta de información de parámetros en la literatura, se procedió a realizar el proceso de brazing considerando tres factores y dos niveles, además de cuatro puntos centrales (ver Apéndice A, Tabla A.1). En este caso, la temperatura mínima y máxima se eligieron con base a la información del DSC del metal de aporte, A380 y CMM_{Al/G} (ver sección de resultados en la figura 5.2). Sin embargo, al realizar la soldadura brazing, sólo se soldaron parcialmente las muestras con 100 nm de espesor de Bi a 590 y 630°C. En contraste, las otras muestras no soldaron.

Con base a lo anterior y a los resultados previos de la primera etapa, se procedió a incrementar la temperatura, plantear los mismos tres factores y dos niveles, así como cuatro puntos centrales. Con el fin de considerar el efecto del espesor de Bi sobre la microdureza (HV) y módulo elástico (GPa), que son las variables de salida. La tabla 4.2 muestra los parámetros que se emplearon para el diseño de experimentos.

Orden	Temperatura (°C)	Espesor de la nanocapa (nm)				
1	600	100				
2	650	100				
3	600	200				
4	650	200				
5	600	100				
6	650	100				
7	600	200				
8	650	200				

Tabla 4.2 Parámetros de soldadura brazing para las muestras con deposición de Bi.

4.2.2. Deposición de nanocapas de bismuto por evaporación térmica

En este caso, el compósito se recubrió por separado con diferentes espesores de nanocapas de Bi. La deposición se hizo en una máquina de sistema de sputtering secuencial de doble objetivo de la marca Quorum Tech, modelo Q300T D (Fig. 4.3). La deposición de Bi sobre el compósito se hizo en un solo paso. El procedimiento del brazing se realizó similar al descrito en la sección 4.1.4.1 de la primera etapa. El orden de las corridas es de forma aleatoria en las muestras con nanocapas se realizó con ayuda de un paquete computacional estadístico (Minitab 15) y basado en los datos de la tabla 4.2.



Figura 4.3. Equipo de sputtering (evaporación catódica) secuencial de doble objetivo para la deposición de las películas de bismuto (Bi).

4.2.3. Análisis topográfico por microscopía de fuerza atómica de la superficie sin y con nanocapas de Bi

La condición superficial de las muestras con nanocapas de Bi se analizaron cualitativa y cuantitativamente para medir la rugosidad en un equipo de microscopía de fuerza atómica (AFM por sus siglas en inglés) marca Nanosurf Nanite AFM (Fig. 4.4). El análisis topográfico y las mediciones de la rugosidad se realizaron en áreas de 50 µm x 50 µm mediante un cantiléver de contacto intermitente de silicio cubierto de aluminio. La manipulación de la imagen en 3D y la medición de la rugosidad se llevaron a cabo en el paquete computacional Easyscan versión 2.



Figura 4.4. a) Equipo AFM para el análisis topográfico de las superficies sin y con Bi y b) Partes para inspeccionar la topografía por AFM [Imagen tomada del Manual de Operación del AFM (COMIMSA)].

4.2.4. Observación y medición de los ángulos de contacto del metal de aporte por estereoscopio sobre superficies sin y con Bi

Las superficies de los compósitos con y sin nanocapas de Bi con espesores de 100 nm, se cubrieron con el metal de aporte. Estas muestras se sometieron a un análisis térmico por DSC-Tg. Se seleccionaron las temperaturas mínimas y máximas de la tabla A.1 (550 y 650°C) derivado de un diseño de experimento exploratorio. El tiempo de permanencia de la muestra en el DSC-Tg fue de 60 min empleando rampas de calentamiento/enfriamiento de 10°C/min con un flujo de argón de 100 ml/min. Posteriormente, las muestras se inspeccionaron en un estereoscopio marca Nikon.

4.2.5. Análisis de la soldadura del sistema A380/CMM_{Al/G} con deposición de nanocapas de Bi

Con base al análisis de los resultados obtenidos en el punto 4.2.3., se llevó a cabo la soldadura brazing por DSC para los sistemas A380/CMM_{Al/G} con nanocapas de Bi sobre la superficie del compósito. Las pruebas se llevaron a cabo con base a los establecidos en la tabla 4.2 con tiempo de permanencia de 60 min y rampas de calentamiento/enfriamiento de 10 °C/min bajo un flujo de 100 ml/min de Ar de ultra-alta pureza.

4.2.6. Caracterización metalográfica y pruebas de nanoindentación de las uniones obtenidas por brazing

Las uniones obtenidas se prepararon metalográficamente para ser caracterizadas por medio de microscopia óptica y MEB. Con el objetivo de observar la microestructura en la zona de unión, además, conocer los elementos presentes en la unión mediante electrones retrodispersados y EDS. Finalmente, en las zonas de la soldadura del sistema unido se ensayaron una serie de nanoindentaciones (Fig. 4.5) empleando la opción del análisis mecánico dinámico (DMA por sus siglas en inglés). En este caso, los resultados del ensayo permiten graficar las fluctuaciones de las microdurezas y módulos elásticos bajo cargas cíclicas de 100 a 450 mN. De esta manera se conoce la interacción elástica en la zona de unión en función de la profundidad de la huella de carga. Las pruebas dinámicas se llevaron a cabo en tiempos de sostenimiento por 10 s. Así mismo, permite conocer qué tipo de mecanismo esta predominando en la zona de unión (elástica o plástica).



- 1) Base metálica para colocarla en la platina
- 2) Porta muestra de acero
- 3) Muestra a analizar
- 4) Platina
- 5) Celda de carga del Nanoindentador
- 6) Módulo AFM

Figura 4.5 Equipo AFM-nanoindentador para medir microdurezas y módulos elásticos (DMA) de las superficies sin y con Bi [Imagen tomada del Manual de Operación del AFM (COMIMSA)].

CAPÍTULO 5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Primera etapa: Caracterización de la materia prima y soldadura del sistema A380/A380 y disímil A380/CMM_{AI/G} sin deposición de nanocapas de Bi

5.1.1. Composición química y microestructura de la aleación A380

La tabla 5.1 muestra la composición química de la aleación A380 y el compósito reforzado con fibras de grafito. Se aprecian altos contenidos de Si, así como de Cu y Zn. Reportes en la literatura [60, 61] establecen que estos elementos permiten endurecer por precipitación la aleación mediante las fases MgZn₂, Mg₂Si y AlCu₂. El alto contenido de Si es debido al proceso de eliminación de Mg por inyección de sílice. Por otro lado, en la literatura [54, 62] se sugiere que el silicio retarda la cinética de las reacciones químicas que dan como resultado la formación de intermetálicos no deseados Al₄C₃ y Al₄SiC₄ de acuerdo con las reacciones químicas 5.1 y 5.2.

Tabla 5.1. Composición química de la aleación A380.

Aleggión	Elemento (% e.p.)							
Aleacion	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	С	
A 380.0	7.60	1.20	3.00	0.52	0.11	3.06	-	

 $4AI + 3SiC \leftrightarrow AI_4C_3 + 3Si$

Reacción 5.1.

$$4AI + 4SiC \leftrightarrow AI_4SiC_4 + 3Si$$

Reacción 5.2.

Sin embargo, el silicio y el magnesio coadyuvan a que sea un compuesto activo a elevadas temperaturas para mejorar la mojabilidad del carburo de silicio en las aleaciones aluminio-magnesio [63, 64].

Por otro lado, en la micrografía de la figura 5.1-a, se aprecian eutécticos de silicio e intermetálicos de hierro α y β , así como de siliciuro de magnesio (Mg₂Si). Las dos formas de intermetálicos de hierro son la fase β -(Al₅FeSi) en forma de aguja y la fase α en forma de escritura china Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂. Los hallazgos de Perales [15] muestran tamaños grandes de intermetálicos tipo β en función del contenido de Mg, Fe y Mn. En el caso del CMM_{Al/G}, se observan embebidas en la matriz de aluminio refuerzos de fibras de grafito (Fig. 5.1-b). De acuerdo con la literatura [24], el problema de unión de los compósitos de matriz de aluminio reforzados con grafito es que, al momento de maquinarse, las fibras de grafito quedan expuestas, por lo que dificulta la dispersión del metal de aporte en el caso del brazing, ya que el grafito impide la mojabilidad del material al ser un elemento lubricante en seco.



Figura 5.1. a) Microestructura de la aleación A380: 1) Mg₂Si y 2) β-(AlFeSi). b) Micrografía del CMM_{Al/G}: 3) matriz de aluminio y 4) fibras de grafito.

5.1.2. Análisis por calorimetría diferencial de barrido de la materia prima

La figura 5.2-a muestra la curva del flujo de calor del metal de aporte. Se aprecian a detalle cinco eventos térmicos; el primer pico exotérmico se atribuye a la eliminación gradual de la humedad desde 25 hasta 100°C. Por otro lado, la pérdida de material orgánico se relaciona a temperaturas mayores que 100°C hasta 213.25°C, como un segundo evento térmico. En el tercer evento térmico, se aprecia un pico endotérmico a 310°C que resulta de alguna transformación no incluida en este trabajo. Debido a la naturaleza de la tesis de maestría y tiempo, no incluye una investigación con una temática sobre metales de aporte, ya que requeriría otras técnicas como son: XPS, DRX, TG, espectroscopia Raman y reología. No obstante, a una temperatura de 580°C se nota un cuarto evento térmico con un pico endotérmico que indica el liquidus del metal de aporte (dato consistente con la ficha técnica del proveedor), seguido de un quinto evento térmico con una ligera inflexión a 710°C.

En el caso de la figura 5.2-b, se aprecian comparativamente los eventos térmicos más relevantes entre la aleación A380 y CMM_{Al/G}. Se aprecia que la formación del liquidus en el CMM_{Al/G} inicia antes a 592.06°C. En el caso del A380, se aprecia

el pico endotérmico a 660.87°C. Ambos materiales presentan fases líquidas transitorias que incluyen al menos las interacciones siguientes: 1) las temperaturas liquidus del metal de aporte y del CMM_{AI/G} tienen aproximadamente las mismas temperaturas iniciales. Esto sugiere la posibilidad de un mezclado de fracciones líquidas que actúan sobre los metales base previo a la fase líquida del A380 y 2) las fases líquidas modifican las características del flujo de calor hacia el metal base debido a la entalpia de mezclado de estas. En este último aspecto, se ha estado estudiando y proponiendo ecuaciones que muestren el efecto de las entalpias sobre las soldaduras por brazing. La ecuación que se acerca y considera las entalpias para el cierre de la soldadura (ranura) y completar la solidificación isotérmica es propuesta por Murray y Corbin [65]:

ancho de la ranura,
$$2w_s = \frac{\Delta H_t}{\Delta H_o} 2w_o$$

Ecuación 5.1.

Donde ΔH_t es la entalpía medida a un tiempo t, ΔH_o es la entalpia de solidificación medida por el metal de aporte y w_o es el gap (ranura) inicial en el brazing.

$$t_f^{1/2} = \frac{2w_i}{k}$$

Ecuación 5.2.

Donde w_i es el ancho del líquido como una función de la raíz cuadrada del tiempo t y k es una constante (se obtiene a partir de la pendiente del gráfico 2w_t versus t^{1/2}), así que wi se obtiene de la extrapolación de 2w_t. Cabe mencionar que esta ecuación, asume que las densidades del líquido formado son iguales y no existe disolución del metal base para completar la mojabilidad por el metal de aporte. Con base a lo anterior, la pasta tiene un valor mayor de entalpia que es necesaria para el proceso de unión debido a la formación de una fase líquida transitoria para disolver los substratos (Fig. 5.2-c). No obstante, los valores de entalpia en los materiales son menores, ya que el sistema requiere mayor calor de absorción. Debido a las conductividades térmicas de ambos materiales (Fig. 5.2-c).

Figura 5.2. a) Curvas de flujo de calor del metal de aporte, b) aluminio A380 y CMM_{Al/G} y c) tabla con resumen de las temperaturas y entalpias de fusión presentadas en los materiales analizados.

5.1.3. Análisis por calorimetría diferencial de barrido de la reacción de la pasta sobre la superficie de la aleación A380 y el CMM_{Al/G}

En esta sección, se muestran los flujos de calor de la pasta sobre las superficies del sistema disímil empleando el DSC. Con el fin de conocer la temperatura de la formación de la fase líquida. La figura 5.3-a y b muestra los flujos de calor y la tabla que resumen las temperaturas de iniciales de la fase líquida y de fusión, así como las entalpias de fusión de los materiales cubiertos con la pasta. Se aprecia dos eventos térmicos en ambas muestras a 297°C que está relacionada con flujos térmicos de la pasta. A 410°C se observa un pequeño pico endotérmico en ambas muestras, que se asocian a la pasta. Sin embargo, en el CMM_{AI/G} se contempla un pico endotérmico a 588.28°C con un sub-enfriamiento mayor a la de A380 a 617.03°C. Se postula que las fibras de grafito disminuyen la estabilidad térmica de la matriz en presencia de elementos químicos depresores del punto de fusión del aluminio (como Cs y F principalmente).

Figura 5.3. a) Curvas de flujo de calor por DSC de la pasta sobre las superficies de los materiales de A380 y CMM_{Al/G} y b) tabla con resumen de las temperaturas y entalpias de fusión presentadas en los materiales analizados.

Las muestras analizadas por DSC se inspeccionaron mediante un estereoscopio. Con el fin de tener una aproximación cuantitativa y cualitativa del efecto de la pasta sobre superficies sin y con Bi.

5.1.4. Brazing por DSC y caracterización microestructural de la unión A380/A380 para establecer las temperaturas para la soldadura brazing

En esta parte del proceso experimental, se realizó la unión de la aleación de aluminio A380/A380 sin nanocapas de Bi y el resultado fue de una nula soldabilidad. Sin embargo, con el fin de tener resultados previos del efecto de las nanocapas de Bi, se llevó a cabo la soldadura a dos temperaturas (600 y 650°C con 1 h de permanencia), de acuerdo los eventos térmicos de las figuras 5.2-a y 5.2-b, antes de la unión del sistema disímil A380/CMM_{Al/G}.

Figura 5.4. a) Curvas del flujo de calor de la unión por brazing de aluminio con aluminio, sin deposición de nanocapas y b) tabla con resumen de las temperaturas y entalpias de fusión presentadas en los materiales analizados. Comparativamente, la figura 5.4-a y b muestran dos eventos térmicos relevantes y valores de entalpia a temperaturas de ~ 580°C. En el caso de estos picos endotérmicos, indican la formación de una fase líquida transitoria que permite dar inicio a la fase líquida transitoria necesaria para iniciar el proceso brazing. Por lo tanto, ambas temperaturas se establecerán para realizar el proceso brazing del sistema disímil.

En las inspecciones microestructurales por microscopía óptica en la muestra soldada a 600°C se observan intermetálicos AIFeSi (α y β) (Fig. 5.5-a). Nótese que los α -AIFeSi predominan en los límites de grano. La imagen insertada evidencia una solidificación isotérmica (sin microsegregación en la zona de unión) (Fig. 5.5-b).

Figura 5.5. a) Micrografía obtenida por MO de la unión A380/A380 a 600°C por 1 h de permanencia y b) macrografia de la unión obtenida por brazing.

A diversas amplificaciones en la zona de unión no se aprecia el cordón de soldadura, ya que predomina el crecimiento isotérmico que es característico en las soldaduras por brazing (Fig. 5.6-a y b).

Figura 5.6. Imágenes MEB de la unión A380/A380 a 600°C por 1 h de permanencia.

La misma solidificación isotérmica se observó en el brazing a 650°C por 1 h de permanencia (Fig. 5.7-a y b). Sin embargo, se observan porosidades y fases tipo AIFeSi como en la microestructura observada en la figura 5.6.

Figura 5.7. a) Micrografía obtenida por MO y b) imagen MEB en la zona de unión de A380/A380 a 650°C por 1 h de permanencia.

5.1.5. Soldadura brazing y caracterización microestructural por MEB del sistema disímil A380/CMM_{AI/G} sin nanocapas de Bi

En esta primera etapa, se realizó una soldadura brazing del sistema disímil sin deposición de nanocapas como trabajo preliminar. Cabe mencionar que no se tuvo soldabilidad del sistema. Por lo tanto, se realizó una inspección y análisis por microscopía electrónica de barrido sobre la superficie del compósito y la aleación A380.

En la figura 5.8-a se aprecian zonas de la superficie de reacción entre el aluminio y el metal de aporte después del brazing (esta muestra no soldó). Se aprecia una superficie rugosa de material sólido con microgrietas. Este aspecto sugiere que se formó una cáscara del metal de aporte que interfiere con la soldadura del sistema disímil. En el caso de la superficie del CMM_{AI/G} con la pasta se observa material fibroso en una matriz de aluminio con partículas en color blanco (Fig. 5.8-b).

Figura 5.8. Imagen de electrones retrodispersados de la superficie de reacción entre: a) la pasta y el aluminio y b) la pasta con el compósito, después del brazing.

La figura 5.9 muestra una imagen de electrones retrodispersados y espectrogramas de energías dispersivas por rayos X de la superficie de reacción entre la pasta remanente del brazing y el compósito. Se aprecian fibras

prismáticas ricas en el elemento Mg que proviene de la composición química del aluminio. Las partículas en color blanco de morfología irregular tienen composición química del elemento cesio (Cs). Cabe mencionar que el Cs actúa como un depresor de la temperatura de fusión del aluminio y el potasio (K) se emplea como fundente. Las intensidades de los picos de Al y Zn corresponden a la composición química del aluminio y metal de aporte. El elemento flúor (F) forma parte de la composición química de la pasta, ya que permite reducir la formación de óxidos. El análisis químico elemental por área identificó altas intensidades de los picos de C y de menor intensidad de Al, O, Na, Si, S y F, que corresponden a la matriz de aluminio con impurezas.



Figura 5.9. Imagen de electrones retrodispersados y energía dispersiva de rayos X de la superficie de reacción entre la pasta y el compósito.

A altas amplificaciones se aprecia material remanente sobre las superficies de las fibras de carbono y alrededores (Fig. 5.10-a y b). Indicando que en la superficie del compósito existe un desprendimiento del material que no reacciona y de esta manera no hay soldabilidad del sistema disímil. Por otro lado, sugiere que requiere de una limpieza química en la superficie del compósito previo al proceso brazing.



Figura 5.10. Imágenes de electrones secundarios de la superficie de reacción entre la pasta y el compósito: a) amplificación del desprendimiento de fibras del compósito en la superficie, b) aspecto general de la zona de reacción y arranque de material del compósito y c) EDX en distintos puntos del material.

5.2 Segunda Etapa

En esta etapa, se muestran los resultados analizados a través de dos diseños de experimentos debido a los resultados obtenidos. Así mismo, se discute un análisis mecánico dinámico a 10 µm de distancia de la zona soldada hasta la matriz de ambos materiales, considerando el efecto de las nanocapas de Bi sobre la factibilidad de soldar el sistema disímil y evaluar la respuesta mecánica.

5.2.1. Análisis del diseño de experimentos 2^k y pruebas de verificación para la soldadura brazing de muestras con nanocapas de Bi

En la tabla 5.2 se muestran los resultados de la microdureza y módulo elástico para las diferentes condiciones experimentales planteados a partir del diseño de experimentos 2^k. Se resume en la tabla 5.2 que la muestra soldada a 600°C empleando 100 nm de espesor de Bi, le corresponden valores menores de microdurezas de 96-110 HV y de módulos elásticos de 62.20-65.34 GPa. No

obstante, al aumentar la temperatura brazing a 650°C, incrementan los valores a 117-120 HV y 66.97-67.45 GPa. Lo anterior sugiere una mayor difusión y disolución de Bi en la zona de unión, ya que el Bi forma compuestos endurecedores con el Mg [66]. En el caso de emplear mayor espesor de Bi (200 nm), a 600°C se tienen valores de microdureza entre 122-124 HV y módulos elásticos entre 68.23-69.99 GPa. Similarmente, el aumento de la temperatura brazing a 650°C tiene el mismo efecto sobre el incremento de la microdureza entre 132-133 HV y módulos elásticos entre 74.28-74.89 GPa.

Orden	Temperatura (°C)	emperatura (°C) Espesor de la nanocapa (nm)		Módulo elástico (GPa)	
1	600	100	96	62.20	
2	650	100	117	66.97	
3	600	200	122	68.23	
4	650	200	132	74.28	
5	600	100	110	65.34	
6	650	100	120	67.45	
7	600	200	124	69.99	
8	650	200	133	74.89	

 Tabla 5.2. Parámetros para el brazing y las variables de salida a considerar en muestras con espesores de Bi.

Con el objetivo de definir los niveles adecuados se procedió a analizar de qué manera afectan estos niveles sobre las variables de salida (respuesta) mediante el paquete computacional Minitab versión 15 y gráficos de efectos principales. En la sección del Apéndice B se muestran los resultados estadísticos calculados en el diseño experimental (Ver Tablas B1 a B6). En la figura 5.11 se ilustran las variables resultantes de la tabla 5.2, se aprecia que los factores de temperatura y espesor de las nanocapas de Bi afectan la soldabilidad y en consecuencia, la respuesta mecánica de las microdurezas y módulos elásticos. Por otro lado, el aumento de la temperatura de brazing a 650°C en ambos espesores de 100 y 200 nm tiene una mayor interacción sobre el incremento de las propiedades mecánicas (Fig. 5.11-b, d). No obstante, en ambas figuras (b) y (d) las líneas no

se cruzan, pero tienden a ser paralelas, por lo que se concluye que estos factores analizados se encuentran medianamente interactuando.

Figura 5.11. Gráficas de efectos principales e interacciones: a) y b) de la microdureza y c) y d) módulo elástico del sistema disímil soldado por brazing.

Con base a la tendencia y la interacción mediana que se tiene entre la temperatura y los espesores de las nanocapas de Bi, se procedió a realizar otros experimentos de soldadura brazing a 650°C incrementando el espesor del Bi de 600 a 800 nm. El resultado de la factibilidad de soldar por brazing en función del incremento de las nanocapas no se obtuvo éxito (no soldaron). Por lo tanto, se procedió a realizar un análisis de correlación con base a la composición química cuantificada en la zona soldada por EDS, ya que el tiempo de permanencia y temperatura brazing tienen un efecto sobre el potencial químico de las especies químicas en la interfaz de la soldadura. En este caso se consideró los parámetros de la tabla 5.3.

	Proceso								
Orden	Variable de entrada	Variable de salida	Elementos					Constantes	
	Espesor Bi [nm]	Soldable [Si/No]	Al [% e. p.]	Bi [% e. p.]	O [% e. p.]	C [% e. p.]	Mg [% e. p.]	Temperatura [°C]	Tiempo [min]
1	800	No	6.62	13.10	52.36	27.09	0.83	650	60
2	800	No	3.32	15.00	48.26	32.70	0.72		
3	200	Si	21.45	10.12	37.32	30.44	0.17		
4	200	Si	19.63	9.86	36.10	33.93	0.52		
5	100	Si	23.46	6.23	35.81	34.31	0.19		
6	100	Si	18.72	5.83	33.52	41.55	0.38		
7	50	No	1.74	2.12	67.02	28.16	0.96		
8	50	No	2.41	1.23	55.76	40.46	0.10		

Tabla 5.3. Datos para el análisis de correlación de la soldadura por brazing con espesores de 600 y 800 nm de Bi.

La figura 5.12 muestra el gráfico de la dispersión entre las variables del Al disponible para soldarse en presencia del contenido de Bi y la soldabilidad. Además, muestra la dispersión en conjunto de las tres variables considerando la relación del comportamiento de las tres variables en conjunto. Así mismo, la correlación estadística es medida, por lo que se denomina coeficiente de correlación (r). Su valor numérico varía de 1.0 a -1.0 e indica la fuerza de la relación. Por lo tanto, se aprecia una relación débil entre el aluminio y el espesor del Bi, así como entre la soldabilidad. Sin embargo, existe una relación fuerte entre la soldabilidad y el aluminio. Por lo que se concluye, que la soldadura se logra a través de la matriz del aluminio y la pasta y no con las fibras de grafito. Solamente, el Bi actúa como un elemento aleante con el aluminio y disminuye la interacción del C y O con la matriz.

Figura 5.12. Gráfica de correlación entre las tres variables: Al, Bi y soldabilidad.

5.2.2. Verificación de las condiciones de soldadura brazing con nanocapas de Bi de 100 y 200 nm

5.2.2.1. Análisis de la topografía de la superficie del compósito con nanocapas de Bi

En esta sección se muestra el corte transversal del CMM_{Al/G} con una nanocapa de 200 nm de espesor de Bi, ya que la muestra de 100 nm fue muy difícil detectar y medir.

La figura 5.13-a muestra una imagen de electrones retrodispersados y EDX de la superficie del CMM_{Al/G} cubierta con 200 nm de nanocapa de Bi previo al brazing. Se aprecia, en la figura 5.13-a, un espesor heterogéneo a lo largo de la superficie debido a la rugosidad de la superficie y microcavidades que las fibras de grafito dejan entre la matriz de aluminio y el mismo. Este hecho es consistente con la distribución de elementos detectados de Bi, que se mezclan con el elemento

químico Al. Las concentraciones del elemento químico Si en forma puntual y concentrada, se atribuyen a impurezas durante la manipulación de la muestra.

Figura 5.13. a) Imagen de electrones retrodispersados de la superficie del CMM_{Al/G} cubierta a 200 nm de Bi por evaporación térmica previo al brazing.

Por otro lado, se procedió a caracterizar topográficamente en 3D por AFM las superficies del aluminio A380 y del CMM_{AVG} sin y con deposición de nanocapas de 100 y 200 nm de Bi.

Figura 5.14. a) Topográfica frontal por AFM de la superficie de la aleación de aluminio A380, b) Imagen 3D de la superficie del material.

En la figura 5.14 se observa la topografía en 3D de la superficie de la aleación A380 analizada por microscopía de fuerza atómica (Atomic Force Microscope por sus siglas en inglés). Se aprecian concavidades acentuadas con relieves que oscilan aproximadamente entre 0.2 y 1.2 μ m, aproximadamente. La rugosidad medida es de 0.112 μ m (Ra). Cabe mencionar que las concavidades mejoran o disminuyen la mojabilidad del metal de aporte.

En contraste, la topografía en 3D del compósito muestra relieves de 1 a $3.5 \mu m$, aproximadamente (Fig. 5.15). La rugosidad tiene unidades de $0.84 \mu m$ (Ra) que es mayor a la rugosidad de la superficie de la aleación A380. Por lo tanto, con base al análisis de la superficie del compósito, es importante reducir está rugosidad por procesos abrasivos (desbaste o cepillado) y posterior tratamiento químico para reducir la rugosidad y residuos de material. De esta forma se evitará la nula soldabilidad debido al material adherido débilmente a la superficie del compósito que interfiere en la soldadura

Figura 5.15. a) Topográfica frontal por AFM de la superficie del compósito, b) Imagen 3D de la superficie del material.

La figura 5.16 muestra la topografía de la nanocapa de Bi con espesor de 100 nm. Se aprecia una superficie discontinua sobre la superficie del CMM_{AI/G} (Fig. 5.16-a). Sin embargo, en la topografía en 3D se observa una superficie irregular y rugosidad con relieves máximos de 4 μ m y mínimos de 2 μ m (Fig. 5.16-b). La rugosidad de área promedio (Ra) es de 0.57 μ m.



Figura 5.16. a) Topografía frontal superficial de la nanocapa de 100 nm de espesor de Bi y b) Imagen 3D de la superficie medida por AFM.

En contraste, la figura 5.17 muestra la topografía de una película de Bi con espesor de 200 nm sobre la superficie del CMM_{Al/G}, además, la película tiene una superficie continua (Fig. 5.17-a). De acuerdo con la imagen 3D de la superficie frontal (Fig. 5.17-b), los relieves más altos son de 4 μ m, mientras que los relieves menores son de 3.5 μ m. La rugosidad de área promedio (Ra) es de 0.35 μ m.



Figura 5.17. a) Topografía frontal superficial de la nanocapa de 200 nm de espesor de Bi y b) Imagen 3D de la superficie medida por AFM.

5.2.2.2. Análisis de la mojabilidad de la pasta sobre muestras de A380 y CMM_{Al/G} sin y con películas de Bi

Figura 5.18. a) y b) Curvas de flujo de calor de la interacción de la pasta con Bi sobre la superficie del compósito, c) tabla con resumen de las temperaturas y entalpias de fusión presentadas en él material analizado.

La figura 5.18-a y b muestra curvas del flujo de calor de la interacción de la pasta con el compósito con deposición de una capa de 100 nm de bismuto (Bi) a 550 y 630°C con 1 h de permanencia. Se muestra que a temperaturas de 550°C el punto de fusión disminuye a 427°C con un valor de entalpia de 16 J/g, así como la temperatura inicial de la fase líquida a 416°C. A temperaturas de 630°C el punto de fusión incrementa a 588°C con un valor de entalpia de 104 J/g y, la temperatura inicial de la fase líquida asciende ligeramente a 420°C (Fig. 5.18–c). Con base a lo anterior, se postula que a mayor temperatura más fracción líquida se forma. Esto genera una mayor segregación en la soldadura y menor mojabilidad.

El fenómeno de la mojabilidad en el proceso brazing juega un rol relevante para obtener el cierre completo de la soldadura. En la literatura [3, 4] se plantea esquemáticamente y matemáticamente que los ángulos de mojado ideales de una gota en contacto con el material son aquellos que son menores a los 90°, ya que estos cubren una mayor parte de la superficie, por lo que el área de contacto es mucho mayor en comparación con aquellos cuyo ángulo de contacto es mayor a los 90°.

En la figura 5.19 se aprecia los ángulos de mojabilidad medidos por estereoscopia a 650 °C con nanocapas de Bi de 100 y 200 nm sobre superficies de la aleación A380 y CMM_{Al/G}. Se observa en la Fig. 5.19-a un mojado completo sobre el substrato de aluminio A380. En contraste, en la figura 5.19-b se aprecia que el ángulo de mojado incrementa sobre la superficie del CMM_{Al/G} al agregar una nanocapa de Bi de 100 nm de espesor. No obstante, al incrementar el espesor de la nanocapa a 200 nm de Bi se aprecia un ángulo mayor a 90°, por lo que esto indica una baja mojabilidad, en consecuencia, disminuye la soldabilidad del sistema disímil (Fig. 5.19-c). Por lo tanto, la factibilidad de unir el sistema A380/CMM_{Al/G} por medio del proceso brazing es limitada. Con base a estas inspecciones y mediciones, se aprecia que la nanocapa de Bi mejora la mojabilidad del sistema



Figura 5.19. Imágenes de estereoscopio de ángulos medidos entre el metal de aporte y: a) la aleación A380, b) y c) el CMM_{Al/G} con nanocapas de Bi de 100 y 200 nm de espesor respectivamente, a 650 °C por 1 h de permanencia.

5.2.3. Soldadura brazing y análisis por DSC de la unión A380/CMM_{Al/G} con nanocapas de Bi

Con base a los resultados previamente analizados soportados al diseño de experimentos y de mojabilidad, en esta sección 5.2.2 se llevó a cabo la soldadura brazing en un equipo DSC a temperaturas de 600 y 650 °C por 1h de sostenimiento con nanocapas de Bi de 100 y 200 nm de espesor.

En la figura 5.20-a y b, se observan las gráficas del flujo de calor de la soldadura brazing, con nanocapas de Bi de 100 y 200 nm de espesor a 600°C por 1 h de permanencia. Se establece que el evento térmico para los picos endotérmicos se obtiene a 584.77 y 583.21°C con un calor entalpia de 116 y 105.70 J/g respetivamente empleando nanocapas de 100 y 200 nm de espesor de Bi (Fig. 5.20-c). En comparación con la muestra a unida 650°C por 1 h de permanencia, no hay una diferencia notable entre las temperaturas de la formación de la fase líquida transitoria. Sin embargo, los valores de las entalpias de fusión disminuyen entre 84.79 y 85.31 J/g con 100 y 200 nm de espesor de Bi, respectivamente (Fig. 5.20-c). Por lo que se establece que el incremento del espesor de la nanocapa de Bi requiere menor calor para alcanzar la temperatura liquidus. Aunque, visualmente en la figura 5.20-b se confirma que el pico endotérmico está

ligeramente por debajo del evento térmico de la curva en la muestra con 100 nm de espesor de Bi. Los resultados en la literatura distan del proceso, metal de aporte y sistema de unión. No obstante, de acuerdo con los valores de las entalpias obtenidos por DSC, se postula un efecto de entalpia de mezclado del metal de aporte, nanocapas de Bi y los substratos del sistema disímil [67-69].

Figura 5.20. a) y b) Curvas del flujo de calor de brazing del sistema disímil A380/CMM_{Al/G} con nanocapas de 100 y 200 nm de Bi a 600 y 650°C por 1 h de permanencia.
 c) tabla con resumen de las temperaturas y entalpias de fusión presentadas en él material analizado.

5.2.4. Caracterización de la zona de unión del sistema disímil A380/CMM_{Al/G} a 650°C con nanocapa de Bi de 100 y 200 nm de espesor

La figura 5.22 muestra una imagen de electrones retrodispersados y un mapa elemental químico por EDX, correspondiente a la unión del sistema disímil a 650°C con 100 nm de Bi. Se aprecia en la figura 5.22-a una unión sana con zonas segregadas en color gris adyacentes a las fibras de grafito, así como un intermetálico poligonal entre estructuras laminares. Con base a la distribución de los elementos químicos, se observa que el intermetálico es rico en el elemento de Fe y las estructuras laminares son ricas en Si. La distribución del elemento Bi se aprecia en ambos materiales. Es notable que los depósitos de oxígeno sólo se identificaron en el material compuesto (Fig. 5.22-b).



Figura 5.21 a) Imagen MEB por electrones retrodispersados y b) mapeo elemental por EDX del brazing del sistema A380-CMM_{Al/G} a 650°C por 1 h de permanencia con nanocapa de 100 nm de espesor de Bi.

La figura 5.23 muestra una imagen de electrones retrodispersados y análisis elemental químico por EDX de la unión del sistema disímil a 650 °C con 200 nm de espesor de nanocapa de Bi. Se observa en la micrografía de la aleación A380 una matriz de aluminio con intermetálicos (Fig. 5.23-a). Mientras tanto en el análisis elemental químico se aprecia una mayor capa de oxígeno en la interfaz del CMM_{AI/G}. Notablemente, la distribución de Bi en ambos materiales se aprecia

en mayor cantidad debido al mayor depósito de la nanocapa de Bi. Así mismo, el Si está en mayor cantidad en la matriz de ambos materiales por efectos difusivos del mismo elemento. Cabe mencionar, que el elemento químico Fe se aprecia con mayor presencia en ambas matrices. Se póstula que el incremento del contenido de Bi puede modificar el potencial químico de los elementos, en comparación con la soldadura llevada a cabo a la misma temperatura con 100 nm de espesor de nanocapa de Bi. Las fases intermetálicas corresponden al tipo α -AIFeSi.



Figura 5.22. a) Imagen MEB por electrones retrodispersados y b) mapeo elemental por EDX del brazing del sistema A380-CMM_{Al/G} a 650°C por 1 h de permanencia con nanocapa de 200 nm de espesor de Bi.

5.2.5. Evaluación de la microdureza por medio del análisis mecánico dinámico analizado por nanoindentación en la zona de la soldadura del brazing de la aleación A380-A380 y del sistema disímil A380-CMM_{Al/G}

Con el fin de estudiar el efecto del Bi sobre la microdureza y las propiedades elásticas entre el cordón de soldadura de la aleación A380 y el compósito, se evaluaron las muestras mediante nanoindentación a través de un análisis mecánico dinámico (nombrado DMA por sus siglas en inglés: Dynamic Mechanical Analysis).

En la figura 5.24 se observa el comportamiento de la microdureza (HV) y la profundidad de la huella a 10 μ m de la zona de unión del sistema A380-A380 en

función de la temperatura brazing a 600° y 650 °C por 1 h. A 600°C se aprecia una fluctuación de la microdureza debido a las interacciones elásticas del material que se desarrollan durante los ciclos de carga de 100 a 450 mN con una profundidad de la huella de 4.0 μm (Fig. 5.24-a). En contraste, al incrementar la temperatura de brazing a 650°C se aprecia un descenso notable de la microdureza debido a que el material pierde la interacción elástica, en consecuencia, la profundidad de la huella es mayor a 8.0 μm (Fig. 5.24-b). No obstante, comparativamente la microdureza es mayor en el brazing a 650°C debido a la presencia de precipitados que se forman en las aleaciones en la aleación A380 [70]. Sin embargo, bajo cargas cíclicas la matriz de aluminio disminuye la interacción elástica.

Figura 5.23. Graficas de las fluctuaciones de microdureza en función de la profundidad de la huella del brazing del sistema A380-A380: a) 600 °C y b) 650 °C por 1 h de permanencia.
La figura 5.25 muestra las gráficas de las fluctuaciones de la microdureza de la zona de unión bajo carga cíclicas de 100 a 450 mN del sistema A380/CMM_{Al/G} soldado por brazing a 600°C por 1 h de permanencia, empleando nanocapas de Bi de 100 y 200 nm de espesor. Se aprecia, en la figura 5.25-a, que las fluctuaciones de las microdurezas son ligeramente mayores en la matriz del CMM_{Al/G} y, en el caso de la aleación A380 disminuye el gráfico sin fluctuaciones. Se postula que está diferencia de las fluctuaciones de la microdureza entre CMM_{Al/G} y A380, se debe al refuerzo de las fibras de grafito en el CMM_{Al/G}. Por otro lado, la profundidad de la huella es menor a 4.5 μ m en la matriz del CMM_{Al/G} es mejor debido al reforzamiento de las fibras de grafito embebidas en la matriz de este.

En el caso contrario, se observa en la figura 5.25-b que el incremento del espesor a 200 nm de la nanocapa de Bi tiene mejor respuesta elástica en la aleación A380 alcanzando un valor de profundidad menor a 4.0 µm. Mientras tanto, el CMMA/G disminuye notablemente las fluctuaciones de las microdurezas y alcanzando valores de profundidad mayores a 5.5 µm. Se postula que el Bi en la matriz de la aleación A380 se solubiliza y mejora la interacción elástica al incrementar la microdureza del mismo. Por otro lado, de acuerdo con los valores resumidos en la tabla de la Fig. 5.25-c, en la unión el compósito aumenta su dureza a 110 HV y mantiene un módulo elástico de 65.34 GPa; mientras que el aluminio mantiene una dureza en 96 HV y el módulo elástico se incrementa a 62.20 GPa. Sin embargo, al incrementar el espesor a 200 nm, los cambios en los materiales unidos son evidentes, ya que el aluminio aumenta su dureza hasta los 122 HV y el módulo elástico se mantiene con 68.23 GPa. Por otro lado, el compósito tiene valores cercanamente similares a la aleación A380 (dureza de124 HV y módulo elástico de 69.99 GPa). Cabe mencionar que estos son datos promedio de la prueba, sin embargo, la repuesta mecánica-dinámica difiere de estos resultados, ya que el comportamiento mecánico está referido sobre la respuesta mecánicaelástica de la matriz con el incremento de la carga de 100 mN a 450 mN bajo 10 ciclos/s.

Figura 5.24. a) y b) Graficas de dureza vs profundidad de la zona de unión del sistema A380/CMM_{Al/G} a 600°C y espesores de nanocapa de 100 y 200 nm, c) tabla de los valores promedio de la dureza y el módulo elástico.

En el brazing a 650 °C por 1 h de permanencia con deposiciones de nanocapas de 100 y 200 nm de espesor de Bi en la aleación A380, se observa notablemente una mejor fluctuación de las microdurezas y profundidades de huella menores a 4.0 µm (Fig. 5.26-a y b). Comparativamente, se aprecia a detalle una mejor conservación dinámica de la microdureza en la muestra con 200 nm de espesor de Bi tanto en la matriz de la aleación A380 y en el CMM_{AI/G} (Fig. 5.26-b). Sin embargo, las profundidades de las huellas en la matriz en el CMM_{AI/G} son ligeramente mayores a 4.50 µm. En este caso del CMM_{AI/G}, se propone dos aspectos: 1) la matriz del CMM_{AI/G} no es una aleación de aluminio, por lo tanto, carece se elementos endurecedores y 2) el posible deterioro de las fibras de grafito a 650 °C por fenómenos difusivos de impurezas hacía las mismas (Bi, principalmente).

Por otro lado, los resultados demuestran que los valores de la microdureza son más consistentes en la zona de unión hacia la matriz de la aleación A380 con respecto al CMM_{AVG} (Fig. 5.26-c). Cuando se deposita una nanocapa con espesor de 100 nm, los valores de la dureza son de 117 HV para la aleación A380 y, 120 HV para el CMM_{AVG}. Mientras tanto que el módulo elástico es de 63.97 GPa para la aleación A380 y de 67.45 GPa para el CMM_{AVG}. Cabe señalar, que los valores tanto en la microdureza y módulo elástico se incrementan en la aleación de aluminio A380, si se comparan con los experimentos anteriores a 600°C con 100 y 200 nm de Bi. En cuanto a los resultados con un espesor de nanocapa de 200 nm, se observa la misma tendencia, un incremento en la dureza y el módulo elástico del aluminio, pero un descenso en los valores del compósito. Esto se debe a que los datos presentados en la tabla son resultados promedio, por lo que para este fenómeno se tienen la misma explicación que se comentó en la figura 5.25.

Figura 5.25. a) y b) Graficas de dureza vs profundidad de la zona de unión del sistema A380/CMM_{AI/G} a 650°C y espesores de nanocapa de 100 y 200 nm, c) tabla de los valores promedio de la dureza y el módulo elástico.

En la tabla 5.4 se resumen los valores de la microdureza y modulo elástico en función del espesor de la película de Bi. Como se ha estado discutiendo anteriormente, los valores de la dureza y módulo elástico se incrementan tanto en la aleación A380 como en el compósito. Debido a que la matriz de aluminio

del CMM_{Al/G} no tiene elementos aleantes que incrementen las propiedades mecánicas, ya que depende principalmente del material de refuerzo grafítico, la explicación sobre este incremento es que hay una difusión de elementos hacia la matriz de aluminio del compuesto, principalmente de Bi y Mg.

Temperatura	Material	100	0 nm	200 nm	
		$H_a[HV]$	E _a [GPa]	$H_a[HV]$	E _a [GPa]
600°C	AI	96	62.2	122	68.2
	MMC	110	65.3	124	70.0
650°C	AI	117	64.0	132	74.3
	MMC	120	67.5	133	74.9

Tabla 5.4. Valores de la microdureza y el módulo elástico en función del espesor de nanocapa y temperatura del brazing.

CONCLUSIONES

- La unión del sistema A380/CMM_{Al/G}® es factible mediante la deposición de películas de 200 nm de espesor de Bi, debido a la formación de una barrera difusiva de O, Mg y C que disminuye la formación de capas de óxido, principalmente.
- La rugosidad de la superficie del compósito con la película de Bi disminuye hasta un valor de Ra < 0.40 µm. De esta manera existe una mejora en la soldabilidad, ya que permite un mejor mojado.
- De acuerdo con el mapeo elemental en la zona de unión, la difusión del Bi a través de la aleación A380 tiene un incremento mayor en las magnitudes del módulo elástico y microdureza con respecto al compósito. Debido a la formación de fases endurecedoras de Mg en la A380.
- Los resultados de la prueba de nanoindentación, muestran que se obtienen mejores resultados elásticos-dinámicos a 650°C por 1 h de permanencia con una nanocapa de 200 nm. No obstante, el incremento del espesor de nanocapa de Bi aumenta la contaminación de las fibras, que de una manera afectan las propiedades elásticas de la matriz de aluminio.
- Al comprobar la factibilidad de la unión del sistema A380/CMM_{Al/G}® por medio del brazing, es conveniente realizar un estudio para mejorar la calidad de la unión del material y poder desarrollar los parámetros ya establecidos. También es indispensable el realizar una experimentación a escala mayor donde se pueden replicar las condiciones que se manejaron en este proyecto.

REFERENCIAS

- [1] Isola, C., Salvo, M., Ferraris, M. and Appendino-Montorsi, M. "Joining of Surface Modified Carbon/Carbon Composites using a Barium-Aluminum-Boro-Silicate glass". Journal of the European Ceramic Society, 1997, vol. 18, p. 1017-1024.
- [2] Salvo, M., Casalegno, V., Rizzo, S., Smeacetto, F., Ferraris, M. and Merola, M. "One-step brazing process to join CFC composites to copper and copper alloy". Journal of Nuclear Materials, 2008, vol. 374(1-2), p. 69-74.
- [3] Schwartz, M. M. "Brazing". Editon ed. USA: ASM International, 2003. 406
 p. ISBN 0-87170-784-5.
- [4] ASM "ASM Metals Handbook Welding, Brazing, and Soldering". Editon ed. USA: ASM International, 1993. 1299 p. ISBN 978-0-87170-382-8.
- [5] AWS. "Brazing". In A. O'Brien ed. Welding Handbook: Welding Proccess Part 1. USA: American Welding Society, 2004, vol. 2, p. 540.
- [6] Yuan-Kuo, T. and Teng-Lee, H. "Effects of filler metal composition on joining properties of alloy 690 weldments". Materials Science and Engineering A, 2002, vol. 338, p. 202-212.
- [7] Tsao, L. C., Chiang, M. J., Lin, W. H., Cheng, M. D. and Chuang, T. H. "Effects of zinc additions on the microstructure and melting temperatures of Al–Si–Cu filler metals". Materials Characterization, 2002, vol. 48, p. 341-346.
- [8] Sohn, W. H., Bong, H. H. and Hong, S. H. "Microstructure and bonding mechanism of Al/Ti bonded joint using Al–10Si–1Mg filler metal". Materials Science and Engineering: A, 2003, vol. 355(1-2), p. 231-240.
- [9] Or, D. and Tuller, M. "Capillarity" 2003.
- [10] McHale, G. and Newton, M. I. "Frenkel's method and the dynamic wetting of heterogeneous planar surfaces". Colloids and Surfaces A, 2002, vol. 206, p. 193-201.
- [11] Gandy, D. "Review of the State of the Art of High-Temperature Brazing for Combustion Turbine Components". Editon ed. USA: EPRI, 2003. 172 p. ISBN 1005029.
- [12] ASM "ASM Metals Handbook Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Metals". Editon ed. USA: ASM International, 1993. 3470 p. ISBN 0-87170-378-5.
- [13] Warmuzek, M. "Aluminum-Silicon Casting Alloys: Atlas of Microfractographs". Editon ed. USA: American Society for Metals International, 2004. 126 p. ISBN 0-87170-794-2.

- [14] ASTM. "Standard Specification for Aluminum-Alloy Die Castings". In. USA: ASTM International, 2018, vol. B85, p. 9.
- [15] Perales, S. B. "Efecto del Mg, Fe y Mn sobre la microestructura y propiedades mecánicas de una aleación Al-7.3% Si-3.5% Cu-x% Fe-y% Mn-z% Mg". CINVESTAV, 2008.
- [16] Karamouza, M., Azarbarmas, M., Emamy, M. and Alipour, M. "Microstructure, hardness and tensile properties of A380 aluminum alloy with and without Li additions". Materials Science & Engineering A, 2013, vol. 582, p. 409-414.
- [17] Hurtalová, L., Tillová, E., Chalupová, M. and Ďuriníková, E. "Effect of chemical composition of secondary AI-Si cast alloy on intermetallic phases". International Scientific Journals, 2012, p. 11-14.
- [18] Hurtalová, L., Belan, J., Tillová, E. and Chalupová, M. "Changes in Structural Characteristics of Hypoeutectic Al-Si Cast Alloy after Age Hardening". Materials Science, 2012, vol. 18(3).
- [19] Chawla, K. K. "Composite Materials". Editon ed. New York, USA: Springer, 2013. 552 p. ISBN 978-0-387-74365-3.
- [20] ASM "ASM Metals Handbook Composites". Editon ed. USA: ASM International, 2001. 2557 p.
- [21] Suresh, S., Mortensen, A. and Suresh, S. "Fundamentals of Functionally Graded Materials: Processing and Thermomechanical Behaviour of Graded Metals and Metal-ceramic Composites". Editon ed. England: IOM Communications Limited, 1998. 165 p. ISBN 9781861250636.
- [22] OTA "Advanced Materials by Design". Editon ed. USA: DIANE, 1988. 335 p.
- [23] Kaw, A. K. "Mechanics of Composite Materials". Editon ed. USA: Taylor & Francis Group, 2006. 473 p. ISBN 0-8493-1343-0.
- [24] Goddard, D. M., Pepper, R. T., Upp, J. W. and Kendall, E. G. "Feasibility of Brazing and Welding Aluminum-Graphite Composites". In Welding Research Supplement. USA, 1972, p. 178-182.
- [25] AFS "Aluminum Metal Matrix Composites". Editon ed.: AFS Transactions papers at the 109th Metalcasting Congress, 2005.
- [26] Clyne, T. and Withers, P. "An Introduction to Metal Matrix Composites". Editon ed., 1995. ISBN 9780511880902.
- [27] Chawla, N. and Shen, Y. L. "Mechanical Behavior of Particle Reinforced Metal Matrix Composites". Advanced Engineering Materials, 2001, vol. 3(9), p. 357–370.
- [28] Davis, L. C. and Allison, J. E. "Residual Stresses and their Effects on Deformation". Metallurgical Transactions A, 1993, vol. 24(11), p. 2487– 2496.

- [29] Shibata, S., Taya, M., Mori, T. and Mura, T. "Dislocation Punching from Spherical Inclusions in a Metal Matrix Composite". Acta Metallurgica et Materialia, 1992, vol. 40(11), p. 3141-3148.
- [30] Corbin, S. F. and Wilkinson, D. S. "Low Strain Plasticity in a Particulate Metal Matrix Composite". Acta Metallurgica et Materialia, 1994, vol. 42(4), p. 1319-1327.
- [31] Young, T. "An Essay on the Cohesion of Fluids". Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 1805, vol. 95, p. 65-87.
- [32] Iida, T. and Guthrie, R. I. L. "The Physical Properties of Liquid Metals". Editon ed. United Kingdom: Clarendon Press, 1988. 288 p. ISBN 0198563310.
- [33] Murr, L. E. "Interfacial Phenomena in Metals and Alloys". Editon ed. USA: Addison-Wesley Pub. Co., 1975. 376 p. ISBN 020104885X.
- [34] Naidich, J. V. "The Wettability of Solids by Liquid Metals". Editon ed., 1981. 353-484 p.
- [35] Gallois, B. M. "Wetting in Nonreactive Liquid Metal-Oxide Systems". JOM, 1997, vol. 49, p. 48-51.
- [36] Rocha-Rangel, E., Becher, P. F. and Lara-Curzio, E. "Reactive-Wetting of Alumina by Molten Aluminum Alloys". Materials Science Forum, 2003, vol. 442, p. 97-102.
- [37] Shen, P., Fujii, H., Matsumoto, T. and Nogi, K. "Critical Factors Affecting the Wettability of α-Alumina by Molten Aluminum.". Journal of the American Ceramic Society, 2004, vol. 87(7), p. 1265-1273.
- [38] Saiz, E. and Tomsia, A. P. "Kinetics of Metal-Ceramic Composite Formation by Reactive Penetration of Silicates with Molten Aluminum". Journal of the American Ceramic Society, 1998, vol. 81(9), p. 2381-2393.
- [39] Champion, J. A., Keene, B. J. and Sillwood, J. M. "Wetting of Aluminium Oxide by Molten Aluminium and Other Metals". Journal of Materials Science, 1969, vol. 41(1), p. 39-49.
- [40] Brewer, L. and Searcy, A. W. "The Gaseous Species of the Al-Al₂O₃ System^{1,2,3}. ". Journal of the American Chemical Society, 1951, vol. 73(11), p. 5308-5314.
- [41] Nakae, H., Inui, R., Hirata, Y. and Saito, H. "Effects of Surface Roughness on Wettability. ". Acta Materialia, 1998, vol. 46(7), p. 2313-2318.
- [42] Sobczak, N., Asthana, R., Ksiazek, M., Radziwill, W. and Mikulowski, B. "The Effect of Temperature, Matrix Alloying and Substrate Coatings on Wettability and Shear Strength of Al/Al₂O₃ Couples". Metallurgical and Materials Transactions A, 2002, vol. 35, p. 911-923.
- [43] Ksiazek, M., Sobczak, N., Mikulowski, B., Radziwill, W. and Surowiak, I.
 "Wetting and Bonding Strength in Al/Al₂O₃ System". Materials Science and Engineering: A, 2002, vol. 324, p. 162-167.

- [44] Wasa, K., Kanno, I. and Kotera, H. "Handbook of Sputter Deposition Technology: Fundamentals and Applications for Functional Thin Films, Nanomaterials and MEMS". Editon ed. USA: Elsevier, 2012. 639 p. ISBN 978-1-4377-3483-6.
- [45] Legzdins, C. F., Samarasekera, I. V. and Meech, J. A. "MMCX—An Expert System for Metal Matrix Composite Selection and Design.". Canadian Metallurgical Quarterly, 1997, vol. 36(3), p. 177-202.
- [46] Bahrami, A., Pech-Canul, M. I., Gutiérrez, C. A. and Soltani, N. "Wetting and Reaction Characteristics of Crystalline and Amorphous SiO₂ Derived Rice-Husk Ash and SiO₂/SiC Substrates with Al–Si–Mg Alloys". Applied Surface Science, 2015, vol. 357, p. 1104-1113.
- [47] Aksay, I. A., Hoge, C. E. and Pask, J. A. "Wetting Under Chemical Equilibrium and Nonequilibrium Conditions". The Journal of Physical Chemistry, 1974, vol. 78, p. 1178-1183.
- [48] Contreras, A., León, C. A., Drew, R. A. L. and Bedolla, E. "Wettability and Spreading Kinetics of AI and Mg on TiC". Scripta Materialia, 2003, vol. 48, p. 1625-1630.
- [49] Kennedy, A. R. and Karantzalis, A. E. "The Incorporation of Ceramic Particles in Molten Aluminium and the Relationship to Contact Angle Data". Materials Science and Engineering: A, 1999, vol. 264, p. 122-129.
- [50] Matijevic, E. and Good, R. J. "Surface and Colloid Science". Editon ed. USA: Springer, 2012.
- [51] Halverson, D. C., Pyzik, A. J., Aksay, I. A. and Snowden, W. E. "Processing of Boron Carbide-Aluminum Composites". Journal of the American Ceramic Society, 1989, vol. 72(5), p. 775-780.
- [52] Weirauch, D. A., Krafick, W. J., Ackart, G. and Ownby, P. D. "The Wettability of Titanium Diboride by Molten Aluminum Drops". Journal of Materials Science, 2005, vol. 40(9), p. 2301-2306.
- [53] Rhee, S. K. "Wetting of Ceramics by Liquid Aluminum". Journal of the American Ceramic Society, 1970, vol. 53, p. 386-389.
- [54] Hashim, J., Looney, L. and Hashmi, M. S. J. "The Wettability of SiC Particles by Molten Aluminium Alloy". Journal of Materials Processing Technology, 2001, vol. 119, p. 324-328.
- [55] Myers, D. "Surfaces, Interfaces, and Colloids: Principles and Applications".
 Edtion ed. USA: John Wiley & Sons, Inc., 1999. 524 p. ISBN 0-471-33060-4.
- [56] Keisler, C. and Lataillade, J. L. "The Effect of Substrate Roughness Characteristics on Wettability and on the Mechanical Properties of Adhesive Joints Loaded at High Strain Rates". Journal of Adhesion Science and Technology, 1995, vol. 9(4), p. 395-411.

- [57] Cazabat, A. M. and Cohen-Stuart, M. A. "Dynamics of Wetting: Effects of Surface Roughness". Journal of Physical Chemistry, 1986, vol. 90, p. 5845-5849.
- [58] Semal, S., Blake, T. D., Geskin, V., de-Ruijter, M. J., Castelein, G. and De-Coninck, J. "Influence of Surface Roughness on Wetting Dynamics". Langmuir, 1999, vol. 15, p. 8765-8770.
- [59] Tavitas-López, R. B. C. "Efecto Del Enriquecimiento De Arena Sílice Con Nanopartículas De Sio2(Nps) En La Remoción De Magnesio En Una Aleación AI – Si A332 Por El Método De Inyección Sumergida". COMIMSA, 2015.
- [60] Risueño, E., Faik, A., Gil, A., Rodríguez-Aseguinolaza, J., Tello, M. and D'Aguanno, B. "Zinc-rich eutectic alloys for high energy density latent heat storage applications". J. Alloys Compd, 2017, vol. 705, p. 714-721.
- [61] Mathers, G. "The welding of aluminium and its alloys". Editon ed. Abington Hall, Abington: Woodhead Publishing Limited, 2002.
- [62] Pech-Canul, M. I., Katz, R. N. and Makhlouf, M. M. "The role of silicon in wetting and pressureless infiltration of SiC_p preforms by aluminum alloys". Journal of Materials Science, 2000, vol. 35, p. 2167 – 2173.
- [63] Pech-Canul, M. I. and Makhlouf, M. M. "Processing of Al–SiC_p Metal Matrix Composites by Pressureless Infiltration of SiCp Preforms". Journal of Materials Synthesis and Processing, 2000, vol. 8(1).
- [64] Xin-Liu, Z. and Song-Lin, W. "The Effect of Mg on the Wetting Behavior of SiC-Al System". Materials Science Forum, 2017, vol. 893, p. 132-135.
- [65] Murray, D. C. and Corbinb, S. F. "Determining the kinetics of transient liquid phase bonding (TLPB) of inconel 625/BNi-2 couples using differential scanning calorimetry". Journal of Materials Processing Tech., 2017, (248), p. 92-102.
- [66] Guangyin, Y., Yangshan, S. and Wenjiang, D. "Effects of bismuth and antimony additions on the microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy". Materials Science and Engineering A, 2001, vol. 308, p. 38-44.
- [67] Debski, A., Gasior, W., Sypie, A. and Góral, A. "Enthalpy of formation of intermetallic phases from AI-Ni and AI-Ni-Ti systems". Intermetallics, 2013, (42), p. 92-98.
- [68] Chrifi-Alaoui, F. Z., Nassik, M., Mahdouka, K. and Gachonb, J. C. "Enthalpies of formation of the Al–Ni intermetallic compounds". Journal of Alloys and Compounds, 2004, (364), p. 121–126.
- [69] Bolokang, A. S. and Phasha, M. J. "Formation of titanium nitride produced from nanocrystalline titanium powder under nitrogen atmosphere". Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2010, (28), p. 610–615.

[70] Ibrahim, M. F., Samuel, E., Samuel, A. M., Al-Ahmari, A. M. A. and Samuel, F. H. "Metallurgical parameters controlling the microstructure and hardness of Al–Si–Cu–Mg base alloys". Materials and Design, 2011, vol. 32, p. 2130–2142.

APÉNDICE A

Orden Establecido	Orden de Corrida	Punto Central	Bloques	Temperatura, °C	Espesor, nm	Permanencia, hr
6	1	1	1	630	20	2.0
2	2	1	1	630	20	1.0
1	3	1	1	550	20	1.0
8	4	1	1	630	100	2.0
11	5	0	1	590	60	1.5
5	6	1	1	550	20	2.0
10	7	0	1	590	60	1.5
12	8	0	1	590	60	1.5
4	9	1	1	630	100	1.0
9	10	0	1	590	60	1.5
7	11	1	1	550	100	2.0
3	12	1	1	550	100	1.0

Tabla A.1 Orden de las pruebas a realizar, de acuerdo con un diseño experimental 2^k.

APÉNDICE B

Término	Efecto	Coeficiente	de EE	т	Р
Constante		119.250	1.754	4 68.00	0.000
Temperatura	12.500	6.250	1.754	4 3.56	0.016
Nanocapa	17.000	8.500	1.754	4 8.45	0.005
S =	4.95984	PRESS =	314.88		
R ² =	87.86%	R ² Predicha =	68.93%	R ² Aiustada =	83.01%

Tabla B.1. Efectos y coeficientes estimados para microdureza (unidades codificadas).

Tabla B.2. Análisis de varianza para microdureza (unidades codificadas).

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	F	Р
Efectos Principales	2	890.50	890.50	445.25	18.10	0.005
Error Residual	5	123.00	123.00	24.60		
Falta de Ajuste	1	18.00	18.00	18.00	0.69	0.454
Error Puro	4	105.00	105.00	26.25		
Total	7	1013.50				

Tabla B.3. Coeficientes estimados para microdureza utilizando datos en unidades descodificadas.

Término	Coeficiente
Constante	-62.500
Temperatura	0.250
Nanocapa	0.170

Figura B.1. a) Grafica de Pareto de efectos sobre la microdureza y b) Grafica de residuos para microdureza.

Término	Efecto	cto Coeficiente Coefici de E		т	Р
Constante		68.669	0.4704	145.98	0.000
Temperatura	4.457	2.229	0.4704	4.74	0.005
Nanocapa	6.357	3.179	0.4704	6.76	0.001

Tabla B.4. Efectos y coeficientes estimados para módulo elástico (unidades codificadas).

S =	1.33045	PRESS =	22.6572		
R ² =	93.16%	R ² Predicha =	82.49%	R ² Ajustada =	90.43%

Tabla B.5. Análisis de varianza para Módulo Elástico (unidades codificadas).

Fuente	GL	SC Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	F	Р
Efectos Principales	2	120.574	120.574	60.287	34.06	0.001
Error Residual	5	8.850	8.850	1.770		
Falta de Ajuste	1	2.071	2.071	2.071	1.22	0.331
Error Puro	4	6.780	6.780	1.695		
Total	7	129.425				

Tabla B.6. Coeficientes estimados para Módulo Elástico utilizando datos en unidades descodificadas.

Término	Coeficiente
Constante	3.4138000
Temperatura	0.0891500
Nanocapa	0.0635750

Figura B.2. a) Grafica de Pareto de efectos sobre el módulo elástico y b) Grafica de residuos para módulo elástico.