

**SOLDADURA POR DIFUSIÓN Y BRASEADO ACTIVO DE
ALUMINA/Ti6Al4V: RESISTENCIA A CORTADURA DE LAS UNIONES****J.M^a. Gómez de Salazar, J. dos Santos, S. Bueno, M^a.I. Barrena.****Universidad Complutense de Madrid
Departamento de Ciencia de Materiales
Facultad de CC. Químicas. Ciudad Universitaria s/n, 28040 Madrid**

Resumen. Se han realizado uniones alúmina-Ti6Al4V mediante el empleo de intermediarios activos de soldadura de la familia de aleaciones Ag-Cu-Ti. Las uniones Al₂O₃-Ti6Al4V fueron llevadas a cabo en un horno de vacío (10^{-4} Pa), la presión de soldadura utilizada en todos los ensayos no fue superior a 0,5MPa y el rango de temperaturas ensayadas estuvo comprendida entre 725°C y 850 °C, en intervalos de 25 °C. Los tiempos en la isoterma de soldadura estuvieron comprendidos entre 30 y 15 minutos. Las reacciones químicas que tienen lugar en este sistema cerámico-metal durante el proceso de unión afectarán a las propiedades mecánicas de la unión. Por eso en el presente trabajo, se evalúa la resistencia a cortadura de las uniones obtenidas, y se discute la influencia de la temperatura y el tiempo de soldadura en ella.

Abstract. We have carried out joints between alumina and Ti6Al4V using welding interlayer of the AgCuTi alloys family. The Al₂O₃-Ti6Al4V joints were carried out in a controlled atmosphere furnace (vacuum 10^{-4} Pa), the weld pressure used in all trials was not up to 0,5 MPa and the range of testing temperatures was between 725°C and 850°C, in intervals of 25°C. The isothermal times were 30 and 15 minutes. The chemical reactions that take place in this metal-ceramic system during the joint process will affect the mechanical properties of the joint. Therefore in the present work, has been evaluated the joints resistance by shear test, and the influence of the welding temperature and the process time.

1. INTRODUCCIÓN

Dentro de las tecnologías de unión de materiales, homogéneos o no, podemos considerar a la unión heterogénea metal-cerámico una de las más complejas, pues deben ser unidos materiales con propiedades físicas y mecánicas muy distintas.

Las uniones heterogéneas metal-cerámico, normalmente serán uniones que serán aplicadas a tecnologías de elevado impacto tecnológico, pero tampoco debemos olvidarnos de otras que como su traducción indica, más que técnicas de unión son de sellado (vidrio-metal). Este tipo de tecnología no deja de ser igualmente importante, aunque no pertenezcan a las anteriormente denominadas de alto impacto tecnológico como son las tecnologías: Aeronáutica,

ciencias de la salud, energía, automoción, aeroespacial, electrónica, etc [1-4].

Lo que siempre se ha perseguido de cualquier unión, es que ésta sea tenaz, y que las posibilidades de aplicación de la misma, estén sometidas a una normativa concreta. En el caso de las uniones cerámico-metal, este último aspecto, no está bien definido.

Por sus diferentes posibilidades de aplicación, las uniones metal-cerámico deben de poseer a parte de unas buenas propiedades mecánicas (tenacidad), deben igualmente poseer buena resistencia al choque térmico, desgaste, biocompatibilidad, impacto, y durabilidad frente al medioambiente.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales

Los materiales utilizados en la presente investigación fueron:

- A) Cilindros de alúmina de pureza >99.6%, con una densidad entre 3,93g/cm³ y 3,95 g/cm³ de 30mm de altura por 10mm de diámetro.
- B) Chapas de la aleación Ti-6Al-4V bajo la denominación AMS 4911, y cuya composición es: Al (5,5%-6,75%); V (3,5%-4,5%), Fe, Si, Cr e intersticiales (<1%)
- C) Intermediarios de soldadura en forma de lámina de 0,05mm de espesor:
 - a. TICUSIL: (68.62Ag-26.99Cu-4.39Ti). Temperaturas de líquidus (900°C) y de sólidos (780°C).
 - b. CUSILABA: (63.67Ag-34.69Cu-1.64Ti). Temperaturas de líquidus (815°C) y de sólidos (780°C).

Tanto la alúmina como la aleación de Ti, sufrieron un proceso de preparación superficial antes de ser soldados. Esta preparación superficial consistió en: Desbaste de las superficies a soldar con papel de SiC de granulometrías FEPA comprendidas entre 320 y 1200. Posteriormente la alúmina fue activada mediante un ataque químico con una solución de HNO₃-HF (70/30) en agua, a temperatura de 40 °C±2 °C.

La disposición de los materiales a soldar queda recogida en el esquema de la figura 1.

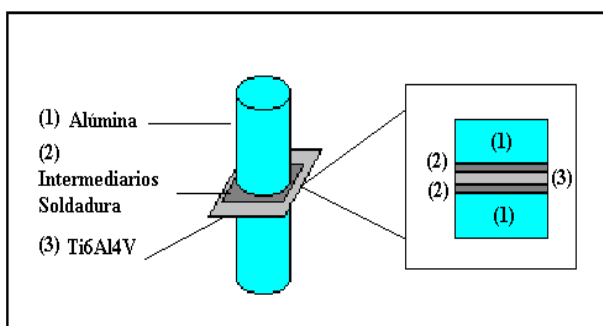


Fig. 1. Disposición materiales.

Como puede comprobarse en un solo ensayo, se disponen dos intermediarios de soldadura, lo que permitirá igualmente comprobar el efecto del contenido en Ti en la calidad de la unión.

El ciclo térmico de soldadura, aunque complejo, garantiza que las tensiones residuales generadas durante la unión, como consecuencia de los diferentes coeficientes de expansión térmica de los materiales a soldar se minimicen. En la figura 2 se muestra un esquema del mismo, y en la Tabla I, los valores de las isoterms y las diferentes velocidades de calentamiento y enfriamiento. Los tiempos para la isoterma de soldadura T(x) fueron de 15 y 30 minutos, y T(y)= 5 min., T(z)=60 min. En todos los ensayos, la velocidad V(z) fue de 4 °C/min, T(z) de 500 °C y V(f) de 50 °C/min.

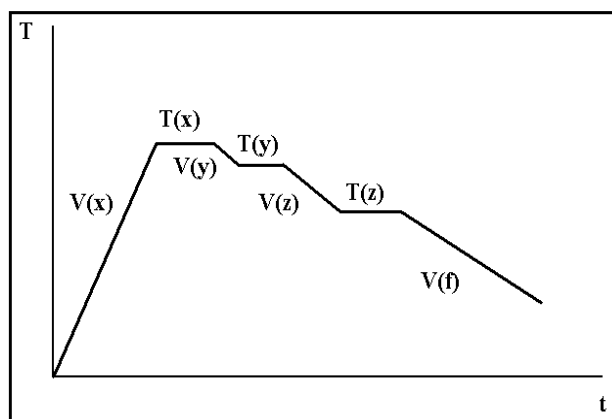


Fig. 2. Ciclo térmico de soldadura.

Tabla 1. Ciclos de Soldadura.

Ciclo	V(x) °C/min	T(x) °C	V(y) °C/min	T(y) °C
T1	5	850	1	750
T2	5	825	1	750
T3	5	800	1	750
T4	5	775	1	750
T5	5	750	1	750
T6	5	725	1	725

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 3 se muestran las uniones entre alúmina y Ti6Al4V, para las temperaturas desde 725°C a 850°C, y un tiempo en la isoterma de soldadura de 15 minutos.

Teniendo en cuenta las temperaturas de braseado de los intermediarios activos utilizados (Ticusil (950°C) y CusilABA (840°C)), podemos considerar que el procedimiento utilizado ha sido en estado sólido, excepto el realizado a la temperatura de 850 °C, que puede ser considerado como unión en fase líquida transitoria.

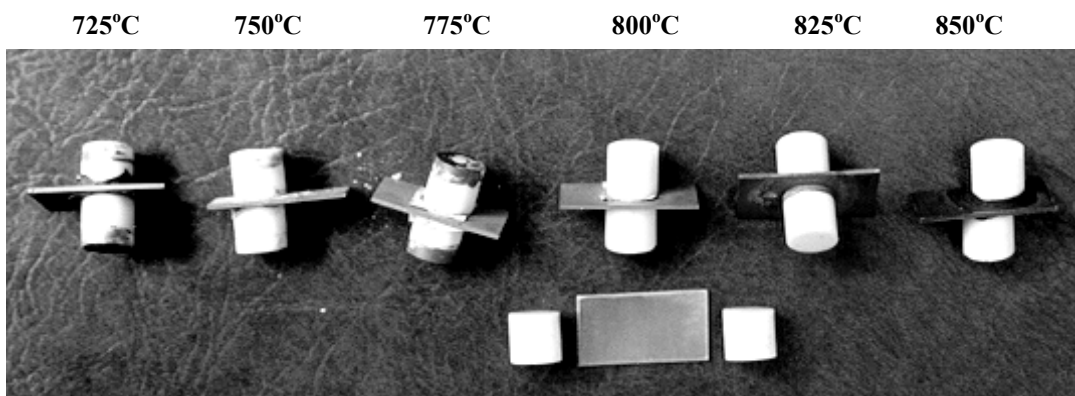


Fig. 3. Unión Al_2O_3 -Ti6Al4V. Tiempo isoterma = 15 minutos.

En el diagrama Ag-Cu-Ti de la figura 4, y situados en la isoterma de 700°C la composición de los intermediarios de soldadura activos nos situarían en el campo bifásico Ag-Cu. Pero si consideramos las fases de equilibrio de los sistemas binarios Ag-Ti y Cu-Ti, deberían aparecer las fases TiAg y β TiCu₄. (Figuras 5 y 6) [5].

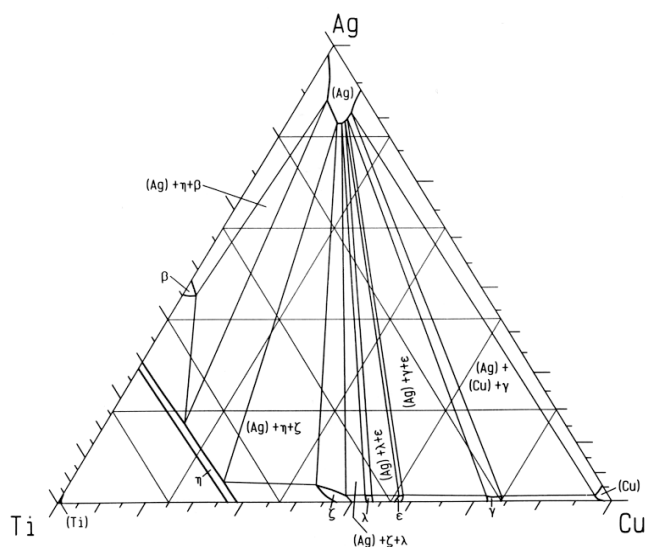


Fig. 4. Diagrama Ag-Cu-Ti (isoterma 700°C).

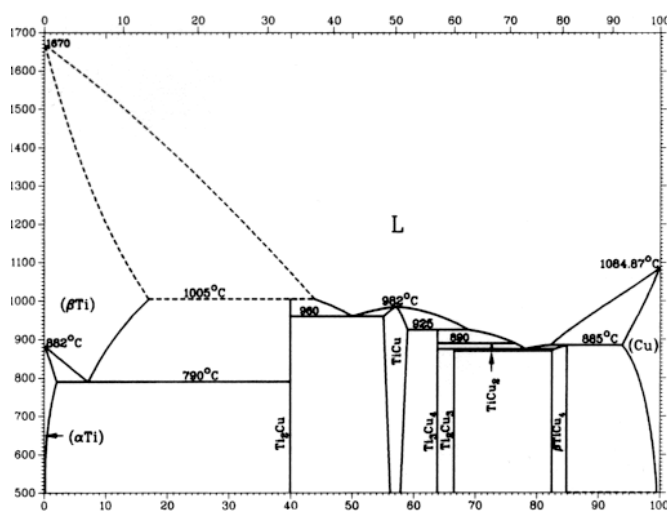


Fig. 5. Diagrama Cu-Ti.

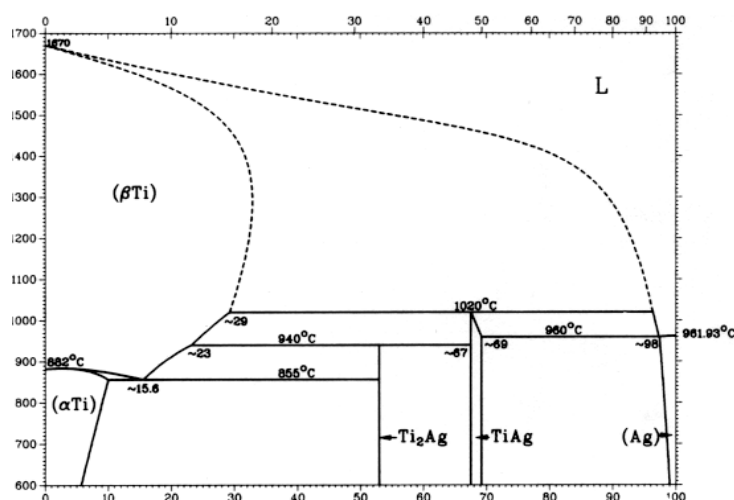


Fig. 6. Diagrama Ti-Ag.

En este tipo de uniones, debemos de considerar que existen dos interfases, una Intermediario-Ti6Al4V y otra Al₂O₃-Intermediario. Por ello se debe realizar un estudio por separado de las mismas.

Interfase Ti6Al4V-Intermediario. Si tenemos en cuenta, que el Ti, es el elemento mayoritario de la aleación, será este elemento el que difunda hacia el intermediario, provocando un aumento de la concentración de este elemento, como por otro lado existen Ag y Cu en el intermediario de soldadura, se irán formando las fases intermetálicas del sistema Ti-Cu y Ti-Ag, como Ti_2Cu , $TiCu$, Ti_2Ag , y la fase $Ti_2(Cu,Ag)$. No obstante estas fases deberán llevar en solución sólida Al, ya que la aleación de Ti, tiene hasta un 6,5% de este elemento, y es lógico que este fenómeno ocurra. Los análisis obtenidos en la intercara Ti6Al4V-Intermediario demuestran estos hechos (Figuras 7 a 9). Por otro lado, y considerando que los intermediarios de soldadura poseen como elemento mayoritario a la plata, en algunas zonas, se detecta una elevada presencia de este elemento, lo cual implica, que el sistema no ha estado el suficiente tiempo a la temperatura de soldadura, lo que provoca una falta de homogeneización. A medida que nos alejamos de la aleación de Ti, el Al, y Ti van aumentando en la capa

de difusión, la Ag (Figura 8 y 9) tiende a no estar presente.

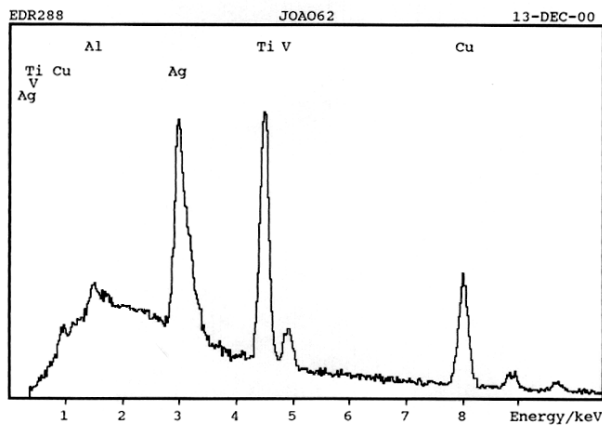


Fig. 7. Ag-Ti-Cu (Al en solución sólida).

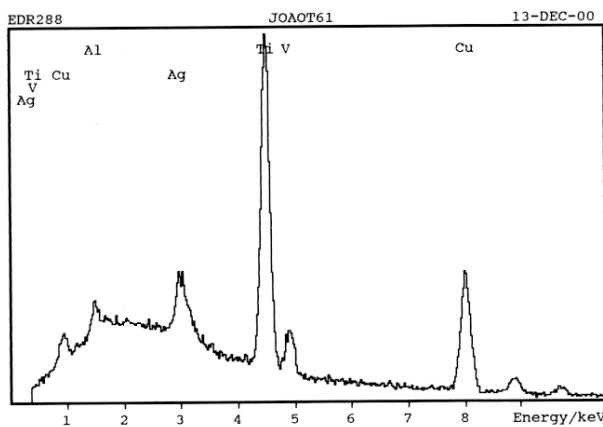


Fig. 8. EDX Ti-Cu-Ag-Al.

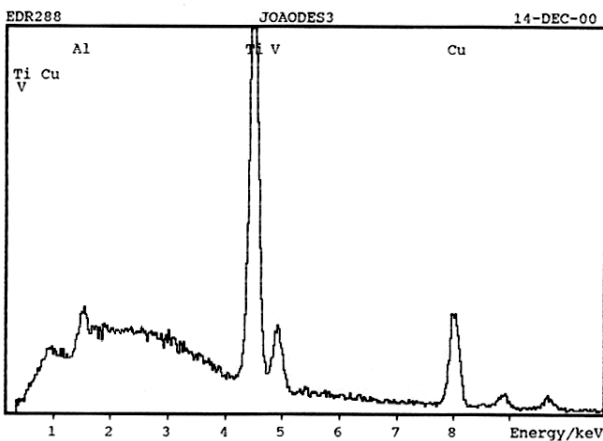


Fig. 9. EDX, fases Ti-Cu-Al.

Interfase Al_2O_3 -Intermediario. Cuando los análisis son realizados en la intercara Al_2O_3 , comprobamos que en las proximidades del intermediario, el Al ha aumentado mucho en su proporción, como consecuencia de las reacciones interfaciales que han tenido lugar durante el proceso de unión (Figura 10). Si el microanálisis se realiza en la alúmina, que estuvo en contacto con el intermediario activo de soldadura, se comprueba, que

esta fase cerámica se ha enriquecido en Ti y cobre como consecuencia de los procesos difusivos, y las reacciones interfaciales producidas durante la unión de estos materiales (Figura 11).

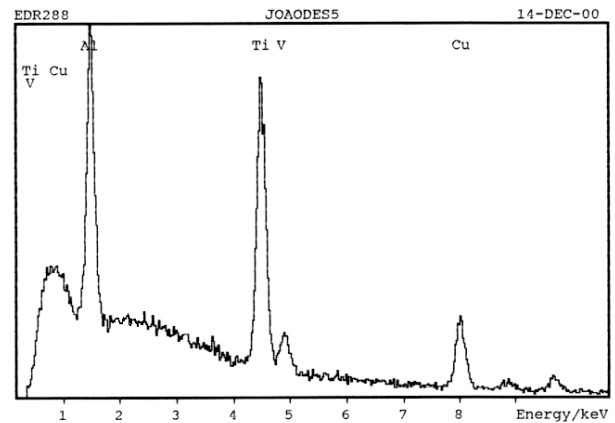


Fig. 10. EDX Al-Ti-Cu.

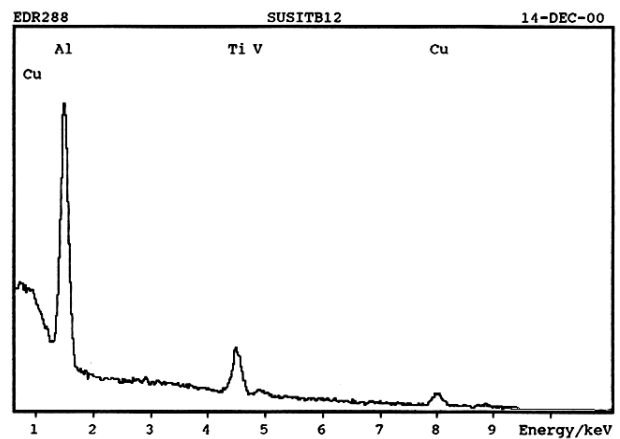


Fig. 11. EDX Al-Ti-Cu (espinelas).

Las uniones fueron ensayadas a cortadura mediante el uso de un dispositivo diseñado y construido para tal fin aplicando una carga constante hasta rotura (Figura 12).

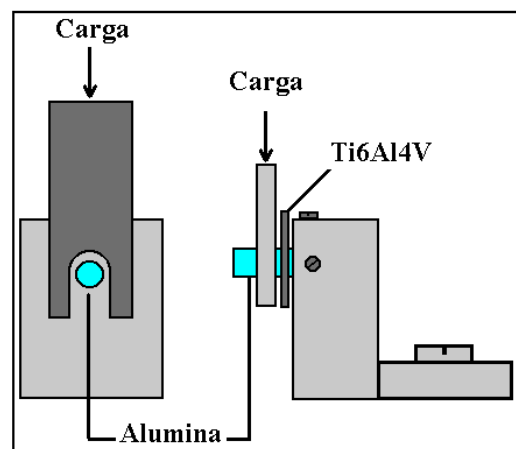


Fig. 12. Dispositivo del ensayo cortadura.

El resultado de estos ensayos, se muestra en la figura 13.

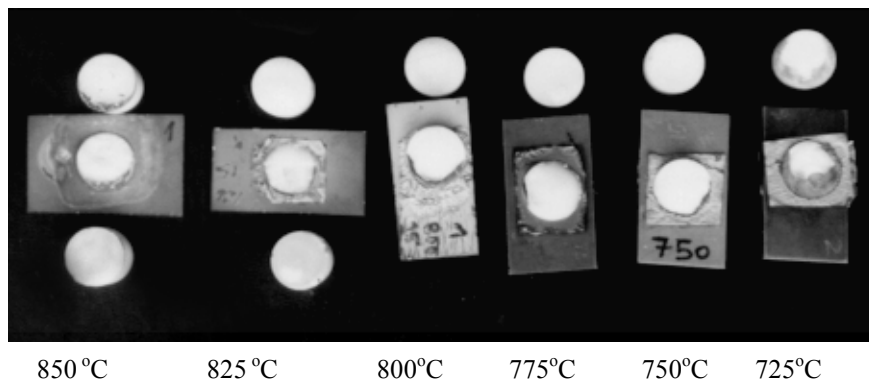


Fig. 13. Rotura de las uniones Al_2O_3 -Ti6Al4V.

De esta imagen, se comprueba, que la rotura ha tenido lugar en todos los casos a través de la alúmina, aunque para la temperatura de 725°C, esta comienza en la intercara Al_2O_3 -Intermediario.

La resistencia máxima a cortadura de las uniones obtenidas, se reflejan en el diagrama de barras de la figura 14.

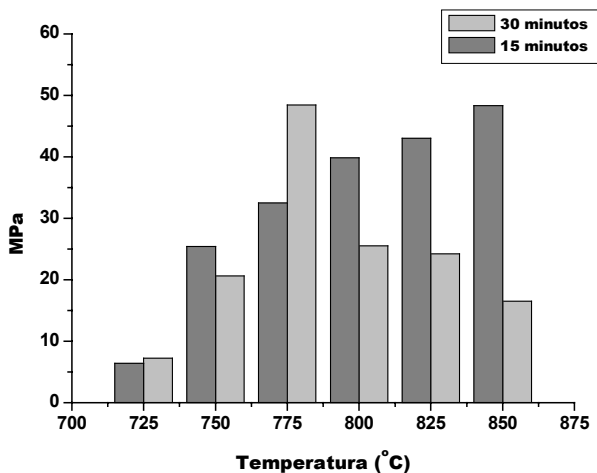


Fig. 14. Resistencia a cortadura vs Temperatura.

De la Figura 14, se comprueba, que la resistencia a cortadura se incrementa con la temperatura hasta alcanzar el máximo para la temperatura de 850°C, para un tiempo de la isoterma de 15 minutos.

Por otro lado, cuando el tiempo de soldadura se incrementa hasta los 30 minutos, el valor de resistencia máxima se alcanza a la temperatura de 775°C, y es a partir de esta temperatura cuando descende la resistencia, debido, a las reacciones interfaciales producidas. Otros aspectos negativos sobre la resistencia mecánica, son la presencia en la intercara de soldadura de TiO_2 (Figura 15 a y b), formado durante

el ensayo, y la falta de paralelismo entre las probetas como consecuencia de una deficiente preparación superficial de la alúmina.

Estos valores se corresponden con un 52% del valor de resistencia a cortadura de la alúmina sin tratamiento térmico y, un 70% con respecto a la alúmina con el mismo tratamiento térmico que el utilizado en el ciclo de soldadura.

Si consideramos otros trabajos bibliográficos [6-9], podemos señalar que los valores obtenidos son muy similares, si bien las temperaturas y presiones utilizadas en la presente investigación son menores.

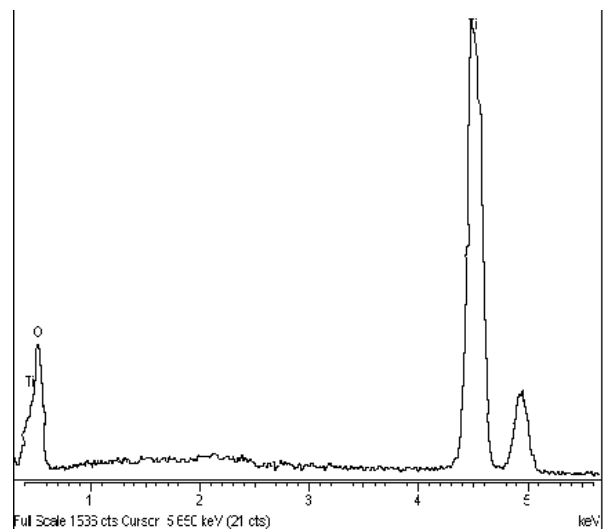


Fig. 15 a. EDX de TiO_2 .

La Figura 15 b muestra la morfología idiomórfica de los agregados de TiO_2 formados durante el proceso de oxidación superficial del intermediario de soldadura.

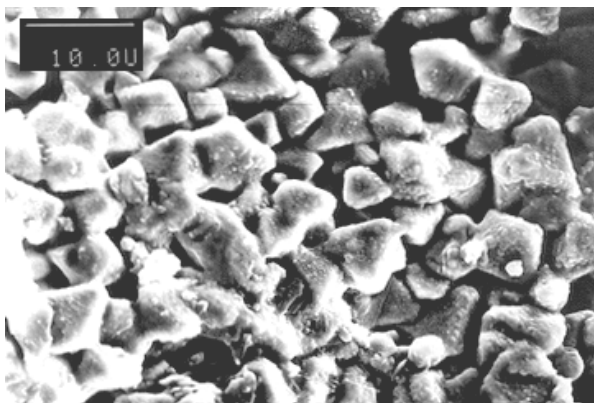


Fig. 15 b. Cristales idiomórficos de TiO_2 .

Los estudios fractográficos mediante SEM, han permitido determinar cuales son los mecanismos de rotura de la unión. Pueden darse tres:

- A) Por la alúmina
- B) Por la intercara y la alúmina
- C) Por la intercara de soldadura.

El primer caso es el más común, y tiene lugar cuando las uniones obtenidas son de calidad. La rotura de la alúmina puede ser de dos tipos inter o intra cristalina, como lo demuestran las figuras 16 a y b.

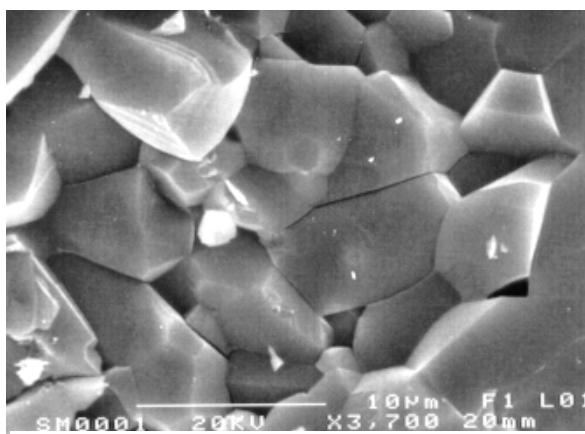


Fig. 16 a. Rotura intergranular de la alúmina.

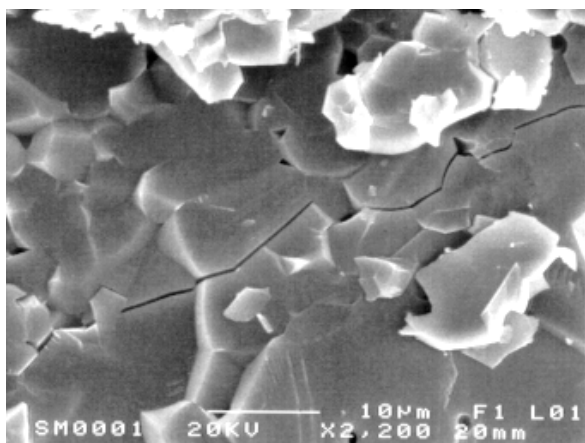


Fig. 16 b. Rotura intragranular la alúmina.

El segundo mecanismo de rotura, tiene lugar primeramente por la intercara intermediario-alúmina, como consecuencia de una debil unión, bien por oxidación parcial del intermediario de soldadura o bien por falta de unión debido a una falta de paralelismos de las intercargas por la existencia de una deficiente preparación, finalmente la rotura prosigue a través de la alúmina (Figura 17 a y 17 b).

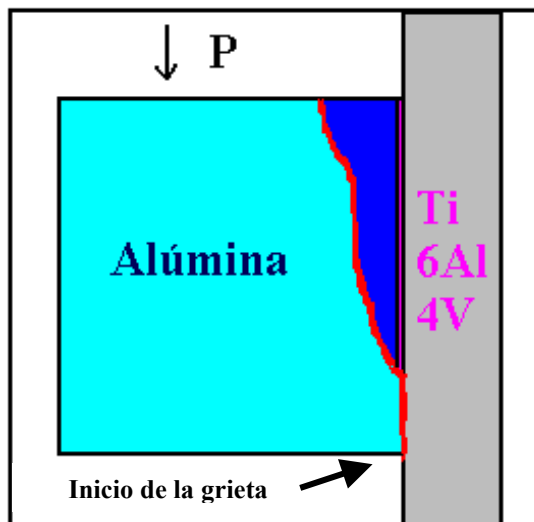


Fig. 17 a. Esquema mecanismo de rotura tipo B.



Fig. 17 b. Imagen SEM. Rotura por intermediario y Al_2O_3 .

El tercer mecanismo de rotura (intercarga de soldadura, tipo C), tiene lugar como consecuencia de una parcial oxidación del intermediario de soldadura dentro del horno. Lo cual provoca que la fase Al_2O_3 , no pueda reaccionar con este, y se impidan la unión por formación de titanioaluminatos. No obstante, la carga de rotura en estos casos está comprendida entre 7 y 14 MPa.

En la figura 18, se muestra una imagen de este tipo de rotura, en la cual se pueden observar algunos cristales de Al_2O_3 .

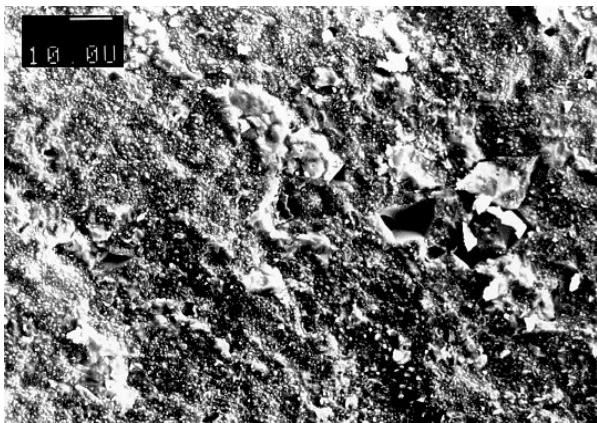


Fig. 18. Rotura a través del intermediario de soldadura.

4.- CONCLUSIONES

Se han obtenido uniones $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ti6Al4V}$, mediante la utilización de intermediarios activos (Ag-Cu-Ti), con resistencias a cortadura superiores al 70% de las que presenta la alúmina con idéntico tratamiento térmico. Estos valores se obtuvieron, disminuyendo la temperatura y el tiempo de soldadura a valores de 750 °C y 15 minutos, para una presión de soldadura inferior a 0.5 MPa.

No se ha observado la influencia de la naturaleza del intermediario activo utilizado en esta investigación sobre la resistencia de las uniones obtenidas.

5. REFERENCIAS

[1] Gómez de Salazar J.M., Beneite I., Ureña A. "Recubrimientos metálicos sobre alúmina mediante procesos de reducción autocatalítica", XXXVIII Congreso Nacional de Cerámica y Vidrio, Segovia, Octubre (1998).

- [2] Gómez de Salazar J.M., Barrena M.I., Quiñones J. "Estudio comparativo de diferentes técnicas de unión entre materiales metálicos y cerámicos". XXXIX Reunión de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. JACA (Huesca). Octubre, 17-20, (1999).
- [3] Gómez de Salazar J.M., "Uniones Metal-Cerámico", VII Congreso de Propiedades Mecánicas de Sólidos, Segovia Junio (2000).
- [4] Gil Negrete A., "Unión Metal-Cerámica por braseado con aportes activos", Soldadura y tecnologías de la Unión, N°26,11-26, (1994).
- [5] Massalski T.B., "Binary alloys phase diagrams". Ed. A.S.M., Metals Park Ohio, USA, (1986).
- [6] Moorhead A.J., "Direct Brazing of Alumina Ceramics". Advanced Ceramic Materials, Vol.2, N° 2, 159-166, (1987).
- [7] Nicholas M.G., Mortimer D.A., "Ceramic/metal joining for structural application", Materials Science and Thecnology, Vol. 1, 657-665.Sept. (1985).
- [8] Mizuhara H., Huebel E., Oyama T., "High-Reliability joininig of Ceramic to Metal", Ceramic Bulletin, Vol. 68, N° 9, 1591-1606, (1989).
- [9] Hammond J.P., David A.m, Santella M.L., "Brazing Ceramic Oxides to Metals at Low Temperature", Welding Research Supplement, 227-s to 232-s, October (1988).

Agradecimientos: Proyecto CAM:07N/0038/1998.