

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS
CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

**ANÁLISIS DE FALLA Y CARACTERIZACIÓN DE LA
UNIÓN ADHESIVA EN EL SISTEMA ADHESIVO
EPÓXICO – FUNDICIÓN DE ALUMINIO.**

**TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
DOCTOR EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

PRESENTA:

FÉLIX DAVID OLIVOS JUÁREZ

DIRECTORA: DRA. CARMINA MENCHACA

CODIRECTOR: DR. JORGE URUCHURTU CHAVARÍN

CUERNAVACA, MORELOS

DICIEMBRE 2021



Cuernavaca, Morelos, a 16 de marzo de 2021.

DR. JUAN CARLOS GARCÍA CASTREJÓN
COORDINADOR DEL POSGRADO EN
INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
P R E S E N T E

Atendiendo a la solicitud para emitir DICTAMEN sobre la revisión de la TESIS titulada: **“ANÁLISIS DE FALLA Y CARACTERIZACIÓN DE LA UNIÓN ADHESIVA EN EL SISTEMA ADHESIVO EPÓXICO – FUNDICIÓN DE ALUMINIO”**., que presenta el alumno **FÉLIX DAVID OLIVOS JUÁREZ**, para obtener el título de **DOCTORADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**.

Nos permitimos informarle que nuestro voto es **APROBATORIO**.

Atentamente
Por una humanidad culta
Una Universidad de excelencia

DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ RODRÍGUEZ

DR. RENE GUARDIÁN TAPIA

DR. ARTURO MOLINA OCAMPO

DR. JUAN CARLOS GARCÍA CASTREJÓN

DRA. MIRIAM FLORES DOMÍNGUEZ

DR. JORGE URUCHURTU CHAVARIN

DRA. ELSA CARMINA MENCHACA CAMPOS

Se adiciona efirma UAEM



Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

JOSE GONZALO GONZALEZ RODRIGUEZ | Fecha:2021-03-17 10:00:54 | Firmante
M2G3a5eMh5gw5 1UJ2ap9YMWLJushl5dn09cqhhdUAIUJL AG0AGvuelMkOzG9gOailHMqG86CikheM8AJQKAq61w8cHBNyCFcMAdMbbgJZrsl Sy4B1ETLrmlwio76xSDpe1B1
C QkZk0evS5TK2HJnS+NQdWkm09L4pSHkdtoVAAil6qUmMYG5MZdAYDNCx7Aa7 kqfAFHQckTQLQzr T0soo3YAq8z4Xp 1XJdHDKXp CO SuCTm3nF TGrQ8wEMx71hwC7CM6
Cwb696KG13Rcs0 WSYMINusZAE5CKT8uuJHOEG5fY+Sd7K4AREHlNalJ7 Uhb4D0Keb IrQOBqpgw==

JORGE URUCHURTU CHAVARIN | Fecha:2021-03-17 10:38:05 | Firmante
YleoWVTCE9LkGTW5Xn3Z2VBRvMKQJteE8UipckUJy1b+nNQT60FTvzXusY1300IQ2Twc0NwXQ1PTIk8h1jQuH94PH2c8GgCjbcTcXfV9qXMIjuo2RxFP2GmjQJ5S3e9gOH
oLw185X3+lwzR5xOCBjX6yx38K5Dw0gZ0eWuz+VVFckQ+tf0XUJY79lnvPMO4dK0BMOOhGWR/oryZ1N1D7RCh017pMuoE6Mmump TK6W0p IQEd2LL2EW9Ukjb7OuP33
SrOUjyqmsLq0D6odejxi+f9Vw69WnPBVYGA3g TioGhL7U7JKEMTa0RyYlN VKspCFC TA==

RENE GUARDIAN TAPIA | Fecha:2021-03-17 12:29:31 | Firmante
GqQao6U1 QEOYc2FwyfHBRV4C4Xj8aQ2s1m57LCh7goyU2SiBpAlwhUVA8PB8PHrpg72 TwJwKaG9Cp90 RxZzSaMvNNH9Ov2J0ginqNyK6TCYz7bbZJjXJUvPvXFmc3icQJ
bZTAMKbocqJE6ArPRYHdPOyJLhoirR/XBV39f oJNABQI9gN6nGMTU7+qXwRNMSkshK6oIM7aIS6YD1z6 1eCIHPeh1W5k75p WmFdR00D2FmETE#5LXsT7kncWQgZ56/J
41ZDgyrLjgMudzp3SjSh7+HRtdahVp dhoGwZeczzqMgubBwPhvjdAM+4DImZNCXn2kX3529Cw==

ELSA CARMINA MENCHACA CAMPOS | Fecha:2021-03-17 20:29:27 | Firmante
N6vqbr00jmdvFidBwnoYexk7ef2FK/ TiWx8M243lnj+TmysceBa/uBwTEEM+xAklUWSHkUAvdMRASwsNPI/qzYmQ38pnyMjJANwVj7XJ0dWln3s1iozrkYcJrn6xxxK53i8
aMp+hwple4z7hJISvA8juL5eAXE+FaZUXR2V7ov2Fdk7XnhUK6RV+usaaG7IDDNg5doDvmNHP2saLSNEYtojdEbH87uA8M6RLkembChfSsapkAaV6yqKpSTI257p0quWk
F1ap60R+80X4y4BseFOXbwVwJyW+H9V2dOMT+bfFsw5or5HE042wne+ C+ Q=

ARTURO MOLINA OCAMPO | Fecha:2021-04-13 12:22:21 | Firmante
Jk6KXmZ6K6ycMuGLKBRXp0BFRNM Gzcd8Uy0dMsm3GRmGirYH6T rXVhZ37EP92aGUhb99GimcnBtpXnyfAkk3vMnem ebxk1n5B5gv71R+c3C1v5nxdWQ904IzHEX
e6KJ+87mfFuZi7aAaOhfC2e5nT3Cubmf+B5tpRZP5MLZPY56QJNNA3Xe3QkkyXwQ2b617mP8Tow65Yz8x9hfyaaoyx95f6qjz75H5hCnd7VpXoqypdPOPOKzW4KbYZ09
WNWJfMeoCbGMNI1mEou0eCC+aaKd+9FgeYJJE8P8FSENUNDQmQp6h3C7Hj7vtp7UKHjw==

JUAN CARLOS GARCIA CASTREJON | Fecha:2021-04-15 13:59:44 | Firmante
sT9jHqC7teecYLclUrn7vIBDxQLxs2L8mJVLLeX4emZyUfLuwv7Jy0I25aXfFcOvI+CILNFRzUmKC GAHkNQ3e0x8CzMINDTEKvXsQIEJb5jO7WjeaaMRBQ30h92nER1F04YB
16CRgUKwv+YD5+8AWpybzfkn3Cid0ETdXYawaAnSibk4h6wDyjbq5v2nGnY7IUAiVY97 1aBB89+zJz42dvSE6owN5Sakj0UJ911On2HHzDooPAMurySURF1YrsuExk1D6NL
nSdU2C5aJZpKwHhS+BLN39z3GT3KkuOepdqmqzKgQxpg730eJEPe0 TMKPwPoA==

MIRIAM FLORES DOMÍNGUEZ | Fecha:2021-04-15 13:59:33 | Firmante
8KzVW5da8E7xnR5vKSLUj01JbDGWfCqEzLRdAb9+5z750YHMjlr9qRQZpa0P4ij40LJKuv1JW9f1aliburtwPEKc73OxI8CMCx2A6z2WnXXvKhteQUFRPG17XC YlrX01C2Rym
j6MUwbDsrWEMF4H8RwvbmDYPRd5K4R4gwKnoZOWIU5n85MuzH3phWSQkhFq8emURe9D54R8FrvbdQm5W L2bWqzQwiny6PK9uqhAX5UK+eHUHF2E3D04JpFV5pT
+eK3HjkOOL93hIrCXXCPihDFKmsuAhwLzceEPdJpHW5dZBhDkPQ54OYGHDBQA2y6bw==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



YBSIEA

<https://efirma.uaem.mx/noRepudic/zJJaCQ9i08EPn7WWXP6NBHqz5zvEc>



Una universidad de excelencia

RECTORÍA
2017-2023

RESUMEN

El presente proyecto de investigación está centrado en evaluar las fuerzas de adhesión interfacial existentes entre un material metálico con aleación base aluminio (A380) y un adhesivo siliconado sellador utilizados en la fabricación de módulos de transmisión automotriz. Este proyecto se realizó en una de las plantas del grupo Continental ubicada en Avenida Ignacio Allende Lote 20, Parque Industrial Cuautla, Ayala, Morelos, México.

La falla adhesiva, más comúnmente definida como “delaminación”, se muestra como la separación simple entre dos materiales (Aleación metálica y Adhesivo), después de un proceso de curado o activación del adhesivo. Para generar una unión que evite la falla adhesiva se requieren características especiales en ambos materiales tanto adhesivo como adherente, tales como grandes fuerzas intermoleculares, enlaces químicos resistentes y enclavamientos mecánicos fuertes. Las características arriba mencionadas fueron evaluadas en esta investigación, para definir si las pérdidas de fuerzas de adhesión son debidas directamente a los materiales, a características de manufacturabilidad de los materiales o del ensamble del módulo final.

Esta tesis tuvo dos objetivos principales, el primero fue proponer una metodología “no destructiva” capaz de definir si el material metálico a ser usado cumple con las características de limpieza para poder generar enlaces fuertes y mínimas probabilidades de falla adhesiva y el segundo objetivo fue encontrar una metodología efectiva para la preparación del material que no cumplió con estas características citadas, demostrándolo con evidencias.

ABSTRACT

This research project is focused on the calculation of the adhesion forces between the metallic material with an aluminum base (A380) and a sealer silicone adhesive used in the manufacture of automotive transmission modules. This project was carried out in one of the plants of the Continental group located at Ignacio Allende Avenue, Industrial Park Cuautla, Ayala Morelos, Mexico.

The adhesive failure, more commonly defined as "delamination", is shown as the simple separation between two materials (Metallic Alloy and Adhesive), after a process of curing or activating the adhesive. In order to generate a bond that avoids adhesive failure requires special features in both adhesive and bonding materials, such as strong intermolecular forces, resistant chemical bonds and strong mechanical interlocks. These characteristics were evaluated in this investigation, to determine if the losses of adhesion forces are due to the materials or to the manufacturability characteristics of the materials or the final module assembly.

This thesis had two main objectives, the first was to propose a "non-destructive" methodology capable of defining if the metallic material to be used complies with the cleaning characteristics in order to generate strong bonds and minimum probabilities of adhesive failure and the second Objective was to find an effective methodology for the preparation of the material that did not comply with these characteristics, showing it with evidences.

AGRADECIMIENTOS

Primeramente, agradezco a Dios por haberme dado fuerza y claridad para poder seguir a través de estos años dividido entre mis estudios de posgrado, trabajo y familia.

Otra parte de mis agradecimientos a la gran empresa de Continental Cuautla que me brindo todas las facilidades para realizar mis estudios de posgrado, material, tiempo, libertad y confianza para uso de sus equipos, contratación de practicantes, etc. por nombrar solo algunos que estuvieron muy de cerca apoyando este trabajo de investigación, Antonio Rodríguez, Gabriel Aguilar, Rodrigo Malo, Oscar Vázquez, Sandra Andrade, Yunko Nakamura y Leobardo Martínez, que me brindaron su voto de confianza para prepararme en pro de la investigación, generación de conocimiento y de resolución de problemas crónicos en nuestra planta de Continental Cuautla, ahora Vitesco Technologies Cuautla.

A todos mis compañeros y colegas que en poco o mucho brindaron su apoyo incondicional, José Servín, Gregorio Valdovinos, Ivonne Soto, Liliana González, Jair Martínez, Gerardo Villanueva, Nancy Figueroa y Claudia Sosa por nombrar algunos.

Siempre le estaré agradecido a la Dra. Carmina Menchaca y al Dr. Jorge Uruchurtu por apoyarme y asesorarme durante toda mi estadía en el CIICAp, incluso en temas relacionados a la empresa siempre se mostraron dispuestos a apoyar incluso haciendo visitas a la planta.

A los doctores del CIICAp que fungieron como maestros y asesores siempre demostraron disponibilidad para asesorarme, apoyarme y guiarme en mis tareas de investigación durante este periodo interminable de análisis, muestreos y evaluaciones.

Por supuesto que agradezco a toda mi familia, por tener confianza y siempre aportar ese granito de arena, fortaleza y confianza para que yo lograra dar este gran paso en mi vida personal y profesional.

DEDICATORIA

Este trabajo de investigación se lo dedico a mis 4 Hijos, Rosa Jinnue, Elia Margarita, Mateo David y José Santiago, así como a mi esposa Nora Elia Tinoco Reyes y a mi madre Rosa Margarita Juárez Rosales a MaCon, Dany, Michi, Fer, Vic, y a mis hermanos Daniel y Gisela quienes siempre estuvieron al pie del cañón a mi lado, apoyándome y dándome aliento para seguir adelante, en fin, a mi ***“Pequeña Gran Familia”***

CONTENIDO

RESUMEN.....	III
ABSTRACT	IV
AGRADECIMIENTOS.....	V
DEDICATORIA	VI
CONTENIDO	VII
LISTA DE TABLAS	XIII
LISTA DE FIGURAS.....	XV
1. CAPÍTULO UNO: GENERALIDADES DEL PROYECTO.....	1
1.1. Introducción	1
1.2. Antecedentes	3
1.3. Justificación	6
1.3.1. Visión de Continental Cuautla.	7
1.3.2. Misión de Continental Cuautla.....	7
1.3.3. Política de Calidad	7
1.3.4. Roadmap	8
1.3.5. Objetivo de Continental Cuautla hacia 2015.....	10
1.4. Objetivos	11
1.4.1. Objetivo Principal	11
1.4.2. Objetivo Secundario.....	11
1.5. Hipótesis	11
2. CAPÍTULO DOS: MARCO TEÓRICO	12
2.1. Metales	12
2.1.1. Propiedades de los metales	13
2.2. Metales no ferrosos.....	16
2.2.1. Usos y aplicaciones de los metales no ferrosos	18

2.3.	Aluminio y sus aleaciones	20
2.3.1.	Propiedades y características del aluminio.....	22
2.3.2.	Producción industrial del aluminio	23
2.3.3.	Clasificación y nomenclatura.....	24
2.3.4.	Aluminio 3xx.x.....	29
2.4.	Métodos de fabricación del aluminio	30
2.4.1.	Extrusión	30
2.4.2.	Laminación.....	32
2.4.3.	Moldeo o Fundición (<i>die casting</i>).....	34
2.5.	Fundamentos de la adhesión	36
2.5.1.	Definición de adhesión y cohesión	36
2.5.2.	Fuerzas de adhesión.....	38
2.5.3.	Mecanismos de adhesión.....	39
2.6.	Caracterización de las uniones adhesivas.....	41
2.6.1.	Ensayo de tracción de uniones a tope.....	44
2.6.2.	Ensayo de la unión por cizallamiento	47
2.6.3.	Ensayos de pelado.....	49
2.7.	Análisis de falla de uniones adhesivas	51
2.8.	Preparación de superficies previo a la unión adhesiva	55
2.8.1.	Limpieza superficial.....	56
2.8.2.	Pretratamiento	57
2.8.3.	Postratamiento	58
2.8.4.	Preparación superficial de Aluminio y sus aleaciones	59
2.9.	Caracterización de superficies	61

2.9.1.	Análisis de tensión superficial	62
2.9.2.	Prueba de Dinis	64
2.9.3.	Rugosidad.....	65
2.9.4.	Revelado de grano.....	67
2.9.5.	Pruebas electroquímicas (Polarización)	69
2.9.6.	Micrografía de dobla haz (FIB - cross section)	71
2.9.7.	Otras pruebas analíticas de caracterización superficial	73
2.10.	Tecnología plasma.....	75
2.10.1.	Clasificación y tipos de plasma	78
2.10.2.	Usos del plasma en la industria.....	82
2.10.3.	Tratamiento con plasma antes de la unión adhesiva	85
2.11.	Tecnología láser.....	88
2.11.1.	Principios de operación de un láser.....	89
2.11.2.	Tipos de tecnologías laser	91
2.11.3.	Usos y aplicaciones del láser	93
2.11.4.	Características del láser.....	94
2.12.	Ablación de materiales mediante láser (Laser ablation)	98
2.13.	Caracterización de sistema Laser y su efecto en la ablación de superficies.....	101
2.14.	Métodos de validación y Normatividad	105
2.14.1.	ISO 4587.....	105
2.14.2.	ASTM D 1002 – 99.....	106
2.14.3.	ISO 6922.....	107
2.14.4.	ISO 4578.....	108

2.14.5.	ISO 19095-1:2015 a ISO 19095-4:2015	108
3.	CAPÍTULO TRES: DESARROLLO EXPERIMENTAL	110
3.1.	Obtención de relación entre las condiciones ambientales y las fallas adhesivas en producción.	110
3.2.	Caracterización del sustrato	111
3.2.1.	SEM-Análisis de composición	112
3.2.2.	Revelado de grano	112
3.2.3.	Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FITR)	114
3.2.4.	Curvas de polarización de sustrato	115
3.2.5.	FIB - cross-sections	115
3.3.	Efecto de la contaminación en la adhesión	116
3.3.1.	Efectos de la contaminación en la adhesión (Esfuerzo cortante).....	116
3.3.2.	Medición de energía superficial.....	119
3.3.3.	Efectos del tratamiento con plasma en la adhesión (Esfuerzo cortante).....	120
3.3.4.	Comprobación de C y Si en sustrato de Cobalto	121
3.3.5.	Comprobación de la cantidad crítica de C y Si en la adhesión mediante diluciones seriadas y pruebas de adherencia a tope.....	122
3.4.	Evaluación de sistema láser como pretratamiento de limpieza.....	124
3.4.1.	Pruebas de limpieza preliminares en aleación A380	124
3.4.2.	-Establecimiento de parámetros óptimos del láser usando pruebas de tensión a tope	126
3.4.3.	Prueba sobre material de producción	128
3.4.4.	Validación del sistema láser y optimización de parámetros	129

3.4.5.	-Pruebas de corrosión	131
3.4.6.	Pruebas de aceptación final	132
4.	CAPÍTULO CUATRO: RESULTADOS	134
4.1.	Relación entre las condiciones ambientales y las fallas adhesivas en producción.....	134
4.2.	SEM y análisis de composición	136
4.3.	Revelado de grano.....	139
4.4.	Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).....	143
4.5.	Análisis de polarización.....	146
4.6.	FIB – cross section.....	148
4.7.	Efectos de la contaminación en la adhesión (Esfuerzo cortante).....	156
4.8.	Medición de energía superficial.....	159
4.9.	Efectos del tratamiento con plasma en la adhesión (Esfuerzo cortante).....	161
4.10.	Comprobación de C y Si en sustrato de Cobalto	170
4.11.	Comprobación de la cantidad crítica de C y Si en la adhesión mediante diluciones seriadas	173
4.12.	Pruebas de limpieza preliminares en aleación A380	183
4.13.	Establecimiento de parámetros óptimos del láser usando pruebas de tensión a tope	187
4.14.	Prueba sobre material de producción.....	189
4.15.	Validación del sistema láser y optimización de parámetros	191
4.16.	Pruebas de corrosión	200
4.17.	Pruebas de aceptación final	203

5.	CAPÍTULO CINCO: DISCUSIÓN	205
6.	CAPÍTULO SEIS: CONCLUSIONES.....	207
7.	BIBLIOGRAFÍA.....	209

LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1.1. Propiedades de los metales.	15
Tabla 2.1.2. Diferencia entre metales y no metales	16
Tabla 2.3.1. Propiedades del aluminio en distintos grados de pureza.	23
Tabla 2.3.2. Designación de las aleaciones para conformado.	26
Tabla 2.3.3. Designación de aluminios para moldeo.	28
Tabla 2.3.4. Designación de acuerdo con los tratamientos térmicos.	28
Tabla 2.8.1. Tipos de contaminantes superficiales.	56
Tabla 2.8.2. Tratamientos comunes para la adhesión de aluminio.	60
Tabla 2.10.1. Clasificación y tipos de plasma (Shah, 2018).	81
Tabla 2.10.2. Tratamiento de polímeros con plasma (Pocius, 2012).	87
Tabla 3.3.1. Condiciones experimentales.	117
Tabla 3.3.2. Formulación de soluciones jabonosas.	122
Tabla 3.3.3. Formulación de solución jabonosa - desmoldante.	123
Tabla 3.4.1. Matriz para pruebas con láser.	125
Tabla 3.4.2. Parámetros de láser para pruebas de limpieza.	127
Tabla 3.4.3. Tratamiento laser para pruebas de validación.	131
Tabla 4.2.1. Composición elemental de la muestra en la Figura 4.2.5.	139
Tabla 4.7.1. Resultados de esfuerzo de cizallamiento	158
Tabla 4.8.1. Resultados tensión superficial y ángulo de gota.	159
Tabla 4.9.1. Resultados de <i>lap shear</i> para muestras contaminadas.	161
Tabla 4.9.2. Resultados de la prueba de tensión superficial.	164
Tabla 4.11.1. Composición de muestras del tratamiento A	176
Tabla 4.11.2. Composición de muestras del tratamiento B.	179
Tabla 4.14.1. Rugosidad antes y después del tratamiento con láser.	191
Tabla 4.15.1. Resultados de pruebas de validación de limpieza por láser.	194
Tabla 4.15.2. Resultados de muestras tratadas con parámetros calculados.	199
Tabla 4.16.1. Resultados prueba de corrosión por 40 días	200

Tabla 4.16.2. Resultados prueba de corrosión por 60 días. 202

Tabla 4.17.1. Resultado pruebas de aceptación final por 40 días. 203

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.2.1. Costo anual de defectos en planta.....	4
Figura 1.2.2. Productos afectados por la falla cohesiva.	5
Figura 1.2.3. Falla intermedia en módulos de transmisión.	5
Figura 1.3.1. RoadMap 2013-2015 de Continental.....	9
Figura 1.3.2. Descripción detallada del punto “Nuestras Habilidades”.	9
Figura 1.3.3. Objetivo planta Continental Cuautla 2015.	10
Figura 2.1.1. Metales en la tabla periódica.	13
Figura 2.1.2. Clasificación de las propiedades de los metales.	14
Figura 2.2.1. Clasificación de los metales no ferrosos.	17
Figura 2.3.1. Producción mundial de aluminio 2012 (world- aluminium.org).....	21
Figura 2.3.2. Estructura cristalina del Aluminio.	22
Figura 2.5.1. Fuerzas de adhesión y de cohesión a nivel molecular.	37
Figura 2.5.2. Mecanismos químicos de adherencia.	40
Figura 2.5.3. Mecanismo de adhesión micromecánica	41
Figura 2.6.1. Cargas soportadas por las uniones adhesivas (Pardo D. J., 2006).....	43
Figura 2.6.2. Representación ensayo de uniones a tope.	45
Figura 2.6.3. Geometrías en ensayos a tope (Pizzi & Mittal, 2003).	46
Figura 2.6.4. Ensayo de esfuerzo cortante para uniones adhesivas.	48
Figura 2.6.5. Adherentes flexibles.....	49
Figura 2.6.6. Prueba de pelado básico (Pardo D. J., 2006).....	50
Figura 2.6.7. Ensayo de pelado en T (Pocius, 2012).	51
Figura 2.7.1. Modos de falla de las uniones adhesivas.	52
Figura 2.9.1. Medición del ángulo de gota (Humectabilidad).....	63
Figura 2.9.2. Prueba de Dinast o Tinta (Plasmastreat GmbH, 2018)	65
Figura 2.9.3. Esquema general de un palpador (Mitutoyo México, 2010).	67
Figura 2.9.4. Formas de la curva de polarización (Alvarado, 2006).	70

Figura 2.9.5. FIB - Cross section	72
Figura 2.9.6. Fresado y pulido mediante FIB.	73
Figura 2.10.1. Estados de agregación de la materia.	76
Figura 2.10.2. Esquema de un generador de plasma (D. E. GmbH, 2018)	77
Figura 2.11.1. Espectro electromagnético (Fonrouge, 2016).	88
Figura 2.11.2. Fenómeno de emisión estimulada.	90
Figura 2.11.3. Funcionamiento de un láser YAG.	91
Figura 2.12.1. Efecto del pulso de energía en un sólido.	99
Figura 2.14.1. Dimensiones de las probetas (ISO 4587, 2003).	106
Figura 3.2.1. Representación de ensamblaje de módulo de transmisiones.	112
Figura 3.2.2. Tipos de muestras usadas en en análisis FTIR.	114
Figura 3.2.3. Muestras analizadas por FIB X-section.	116
Figura 3.3.1. Especificaciones de la probeta y el área de unión	117
Figura 3.3.2. Herramental diseñado para el experimento	118
Figura 3.3.3. Prueba de esfuerzo cortante.	119
Figura 3.3.4. Proceso de prueba de tensión a tope	124
Figura 4.1.1. Gráfico Temperatura vs PPM's scrap en 2013.	135
Figura 4.1.2. Gráfico %HR vs PPM's scrap en 2013.	135
Figura 4.2.1. Análisis SEM de muestra uno con falla adhesiva.	136
Figura 4.2.2. Composición elemental de la muestra uno.	137
Figura 4.2.3. Micrografía muestra dos con falla adhesiva.	137
Figura 4.2.4. Composición elemental muestra dos.	138
Figura 4.2.5. Micrografía de muestra tres con falla adhesiva.	138
Figura 4.3.1. Revelado de grano a diferentes tiempos de grabado.	140
Figura 4.3.2. Revelado de grano a 10, 20, 50 100X.	141
Figura 4.3.3. Análisis SEM/EDS de muestra revelada con HNO ₃ al 25%.	142
Figura 4.4.1. Espectro FTIR punto A	144

Figura 4.4.2. Espectro FTIR punto B	145
Figura 4.4.3. Espectro FTIR Adhesivo	146
Figura 4.5.1. Curvas de polarización.	147
Figura 4.6.1. Micrografía y análisis EDS muestra 1 punto 1.....	148
Figura 4.6.2. Micrografía y análisis EDS muestra 1 punto 2.....	149
Figura 4.6.3. Micrografía y análisis EDS muestra 1 punto 3.....	150
Figura 4.6.4. Micrografía y análisis EDS muestra 1 punto 4.....	151
Figura 4.6.5. Análisis FIB X-Section muestra 1	152
Figura 4.6.6. Micrografía y EDS muestra 1 por FIB x-Section.....	153
Figura 4.6.7. Micrografía y análisis EDS muestra 2	154
Figura 4.6.8. Análisis FIB X-Section muestra 2.....	155
Figura 4.7.1. Muestras con menos del 10% de falla adhesiva	156
Figura 4.7.2. Muestras con alto % de falla adhesiva.....	157
Figura 4.7.3. Comparativo pruebas de cizallamiento.	158
Figura 4.8.1. Comparación energía superficial.....	160
Figura 4.9.1. Prueba de <i>lap shear</i> en muestras con desmoldante.	162
Figura 4.9.2. Prueba de <i>lap shear</i> en muestras con lubricante.	162
Figura 4.9.3. Prueba de Lap Shear en muestras con solución jabonosa.	163
Figura 4.9.4. Comparativo de resultados de tensión superficial.	164
Figura 4.9.5. Muestras contaminadas con desmoldante.	165
Figura 4.9.6. Muestra contaminada con lubricante.	166
Figura 4.9.7. Muestra contaminada con solución jabonosa.....	167
Figura 4.9.8. SEM/EDS de muestra con tratamiento abrasivo.	169
Figura 4.10.1. SEM/EDS muestra Co-Ni contaminada con desmoldante.	170
Figura 4.10.2. SEM/EDS muestra Co-Ni contaminada con lubricante.....	171
Figura 4.10.3. SEM/EDS muestra Co-Ni contaminada con jabón.	172
Figura 4.11.1. SEM de muestras contaminadas con el tratamiento A.	174

Figura 4.11.2. Mapeo EDS muestras contaminadas con el tratamiento A.....	175
Figura 4.11.3. SEM de muestras contaminadas con el tratamiento B.	177
Figura 4.11.4 Mapeo EDS muestras contaminadas con el tratamiento B.	178
Figura 4.11.5. Gráfico de concentración vs número de prueba.	180
Figura 4.11.6. Gráfico de esfuerzo de tensión vs número de prueba.	181
Figura 4.11.7. Análisis cruzado tensión a tope vs %C.	182
Figura 4.12.1. Resultados del marcado frecuencia vs velocidad.....	183
Figura 4.12.2. Comportamiento del pulso laser a diferentes condiciones.	185
Figura 4.12.3. Comparación entre líneas de laser 0.15 vs 0.2.	186
Figura 4.13.1. Resultado de pruebas de tensión a tope.	188
Figura 4.14.1. Micrografías y análisis EDS	189
Figura 4.14.2. Inspección visual muestra tratada por choques térmicos	190
Figura 4.15.1. Resultados de la abrasión con láser.	192
Figura 4.15.2. Muestras con zonas quemadas	192
Figura 4.15.3. Zonas de marcado profundo por laser.	193
Figura 4.15.4. Resultados de la prueba de tensión a tope.	195
Figura 4.15.5. Modo de falla módulos T, pruebas de abrasión con láser.	196
Figura 4.15.6. Modo de falla muestras de referencia.	196
Figura 4.15.7. Análisis estadístico	197
Figura 4.15.8. Muestras tratadas con parámetros calculados.	198
Figura 4.15.9. Fuerza de desprendimiento máximo y mínimo alcanzado.	199
Figura 4.16.1. Muestra corroída durante 40 días.	201
Figura 4.16.2. Área de unión inferior.....	202
Figura 4.17.1. Histogramas % de falla cohesiva y fuerza de desprendimiento.	204

Figura 4.17.2. Áreas después de prueba de desprendimiento. 204

1. CAPÍTULO UNO: GENERALIDADES DEL PROYECTO

1.1. Introducción

La combinación única de propiedades que presentan el aluminio y sus aleaciones, hacen de este material uno de los más versátiles, económicos y atractivos para una amplia gama de usos y aplicaciones; desde la fabricación de papel de aluminio para embalajes y usos domésticos hasta aplicaciones de ingeniería más exigentes, como su empleo en fuselajes de aeronaves (Maffia, 2013).

Las aleaciones de aluminio ocupan el segundo lugar (con respecto a los aceros) en los materiales que se utilizan con fines estructurales. Tienen una densidad de sólo $2,7 \text{ g/cm}^3$ que es aproximadamente un tercio de la del acero ($7,83 \text{ g/cm}^3$). Este peso tan leve, junto con la alta resistencia en algunas aleaciones de aluminio (próxima o similar a la de algunos aceros estructurales), permite la construcción de estructuras ligeras y resistentes, particularmente ventajosas en la manufactura de vehículos espaciales, aviones, y en todo tipo de vehículos terrestres y náuticos (Maffia, 2013).

El éxito de las aleaciones base Aluminio surge gracias sus propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y finalmente las propiedades de maquinado, de entre las muchas aleaciones de aluminio una de las más usada es la serie A300, la cual es una aleación basada en aluminio con reforzamiento en silicio, cobre, hierro y zinc. La serie A300 es usada para moldeo (también llamados *cast alloys*).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

En el sector electrónico automotriz los ensamblajes electrónicos son protegidos contra las condiciones ambientales mediante carcasas o “housing” estos componentes están hechos de materiales metálicos (principalmente aluminio) y plásticos resistentes a la corrosión, temperatura y humedad. Las carcasas deben brindar una protección hermética a los componentes ya que algunos se colocan cerca del motor por lo que están sometidos a ambientes sumamente agresivos, como altas temperaturas, humedad, salpicaduras de agua, aceite, etc.

Uno de los tópicos más importantes en este sentido, es la correcta selección del adhesivo a prueba de falla cohesivo en la carcasa, asegurando así el sellado correcto en las uniones de las piezas para evitar fugas y el daño sistemático de los ensamblajes electrónicos.

Cuando la unión falla en la fase del adhesivo-adherente en las carcasas, se genera una falla no deseable conocida como “separación por adhesión”, lo cual representa un problema por los altos costos de desperdicio, reprocesamiento e inspección sobre el producto final. El efecto de “Separación por adhesión”, es altamente crítico debido al riesgo de generación de reprocesamientos, paros de línea y desperdicios, lo que eleva los costos de fabricación y mantiene un riesgo latente de rechazo por parte del cliente. Así pues, con el aumento en el uso de aleaciones de aluminio en la arquitectura de vehículos, los problemas relacionados con las uniones entre materiales se convierten en temas importantes. Uno de ellos, y el tema de investigación de esta tesis doctoral es el problema de adhesión en las carcasas de los ensamblajes electrónicos y la correcta selección de los adhesivos que aseguren el sellado correcto en las uniones de las piezas.

1.2. Antecedentes

Como se mencionó en el apartado anterior, en las líneas de ensamble de módulos de transmisión electrónica para la industria automotriz se construyen piezas en las cuales es comúnmente requerido el sellado entre partes que son manufacturadas con diferentes materiales, esto mediante adhesivos. Los componentes de las carcasas que son comúnmente sellados son algunas aleaciones de aluminio, estas aleaciones tienen probabilidad de sufrir “Separación por adhesión” en el proceso de fabricación. A continuación, se enlistan las aleaciones de aluminio usadas:

- ALSi9Cu3Mg.
- AlSi9Cu3FeZn
- AlSi9Cu3MgFeNi
- ALSi9Cu3FeZn

Como se puede observar, todas estas aleaciones son parte de la serie de aluminio A300, la cual se compone de reforzamiento de silicio (Si), cobre (Cu) y magnesio (Mg). Este tipo de aleaciones son muy comunes en el mercado de fundiciones y su uso para construcción de piezas de uso extremo se debe a sus propiedades mecánicas, resistencia climas extremos y ataques químicos cuando las piezas ya están montadas en los automóviles.

Desde los inicios de utilización en la planta de las aleaciones A300 en las carcasas, se detectaron fallos relacionados con áreas de separación de materiales entre el adhesivo sellador y el sustrato adherente. Este tipo de defecto en el módulo es crítico, debido a que es visible sólo después del curado

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

del adhesivo al final del proceso de ensamble. Es decir, no existe un control previo a esos procesos para detectarlo por lo que las piezas defectuosas incrementan las pérdidas por costos de manufactura. En la siguiente gráfica se muestra el resumen del año 2013 sobre el costo anual de defectos incluyendo las fallas debidas a “Separación por adhesión” o “Delaminación” como se identificó a este defecto de manera interna en la empresa.

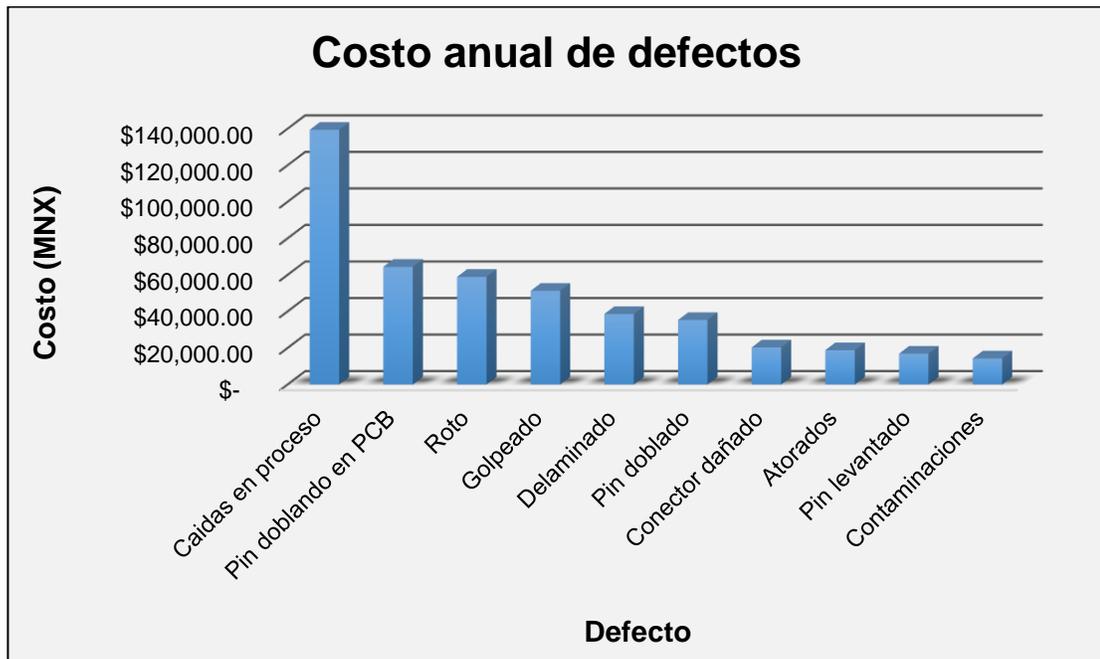


Figura 1.2.1. Costo anual de defectos en planta.

En la Figura 1.2.2, se observa la carcasa de los módulos de transmisión afectados por la falla cohesiva además su de su respectiva aleación de fabricación.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Producto ITA

Producto EATON

Figura 1.2.2. Productos afectados por la falla cohesiva.

Por otro lado, en la Figura 1.2.3, se muestra la falla cohesiva detectada en la planta, además se destaca que esta falla es una falla cohesiva intermedia y provoca fugas de líquido hacia los componentes.



Falla intermedia en adhesión

Fugas de líquido hacia los componentes

Figura 1.2.3. Falla intermedia en módulos de transmisión.

Dado que este tipo de fallas es un problema recurrente en la planta, esta investigación se centra en la caracterización de la falla, el análisis de los

factores que afectan de manera negativa la adhesión y en la reducción de la incidencia de esta falla en el procesos productivo.

1.3. Justificación

En Continental Cuautla existen métricos de calidad que son evaluados en cada producto fabricado, estos métricos pueden verse afectados por un defecto que afecte el rendimiento productivo, por ejemplo, la pérdida de adhesión que llevaría al efecto de delaminación o separación de materiales, de manera muy particular en los productos que usan una fundición (Diecast). En este caso existe el riesgo de incrementar los costos de fabricación de cada pieza debido al incremento del personal para hacer retrabajos, inspecciones (100%, 200% y en casos extremos hasta el 300% de esta inspección) y esto solo para poder contener el nivel de fallas sin llegar a la causa raíz, generando grandes pérdidas de calidad en el producto, tiempo y costos que implica el tener personal externo para realizar estas actividades.

Otro importante tema para tener en cuenta radica en el riesgo latente de rechazos de cliente por pérdidas de calidad en campo (Durante el ensamble del módulo en el auto) y en 0 km (fallas del módulo con el usuario final).

La Visión, Política y Estrategia definidas en Continental Cuautla se contraponen a tener el riesgo de fallas con nuestros clientes internos y externos, por lo cual se trabaja arduamente en la definición de proyectos de investigación que permitan evitar o eliminar causas potenciales de falla en el futuro y tomar acciones de mejora que puntualicen el aprovechamiento de recursos, así como el fortalecimiento de los procedimientos de fabricación de productos con la más alta calidad sin generar desperdicios, y siempre

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

generando un valor agregado para el cliente final. En este sentido, los pilares en los cuales se fundamenta Continental Cuautla se mencionan a continuación.

1.3.1. Visión de Continental Cuautla.

Seremos la planta modelo del grupo CONTINENTAL y el proveedor preferido de nuestros clientes.

1.3.2. Misión de Continental Cuautla.

En Continental Temic México participamos en que la movilidad sea más segura y más confortable, suministrando a nuestros clientes del sector automotriz productos innovadores fabricados en México de excelente desempeño a precios competitivos.

Todo ello en el marco de la mejora continua, apoyándonos en nuestros valores y asegurando un futuro brillante para nuestro corporativo, nuestros trabajadores y la comunidad.

1.3.3. Política de Calidad

La Política de Calidad de Continental está orientada al compromiso y la mejora continua de la calidad para lograr la satisfacción del cliente, con sus bases en el lema de “cero defectos”, contiene cinco pilares, los cuales se mencionan a continuación:

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

- Satisfacción del cliente. Sabemos que la calidad es un factor decisivo para la satisfacción de nuestros clientes y, por ello, también para el éxito de nuestra empresa. Nuestro objetivo es “cero defectos”.
- Juntos. Todos nosotros somos decisivos en la calidad de nuestros productos y servicios.
- Desde el principio. Hacemos las cosas bien desde el principio y así establecemos nuevas pautas en cuanto a calidad.
- Estructurado. Establecemos normas para nuestro trabajo y colaboración. Al mismo tiempo damos lugar al compromiso personal y la responsabilidad propia para fomentar aún más la calidad.
- Integral. Entendemos la calidad como el esfuerzo continuo e integral para mejorar el rendimiento de nuestra empresa.

1.3.4. Roadmap

Un Roadmap (que podría traducirse como hoja de ruta) es una planificación con objetivos a corto y largo plazo, y posiblemente incluyendo unos plazos aproximados de consecución de cada uno de estos objetivos.

Como se puede observar en la Figura 1.3.1, y en la Figura 1.3.2, dentro del roadmap de Continental para los años del 2013 al 2015 se establece como un aspecto de mejora el modelo de capacitación a través de la colaboración con universidades para la obtención de personal mejor capacitado y con enfoque en el proceso SMD.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

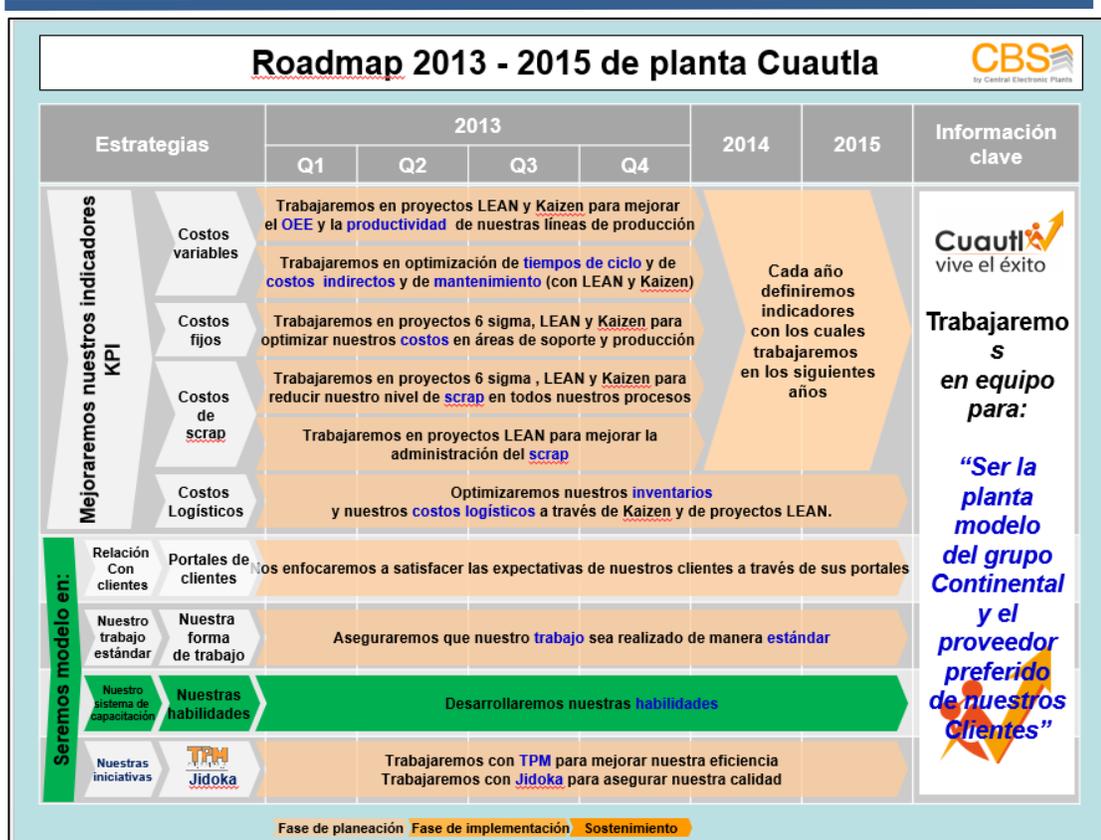


Figura 1.3.1. RoadMap 2013-2015 de Continental.

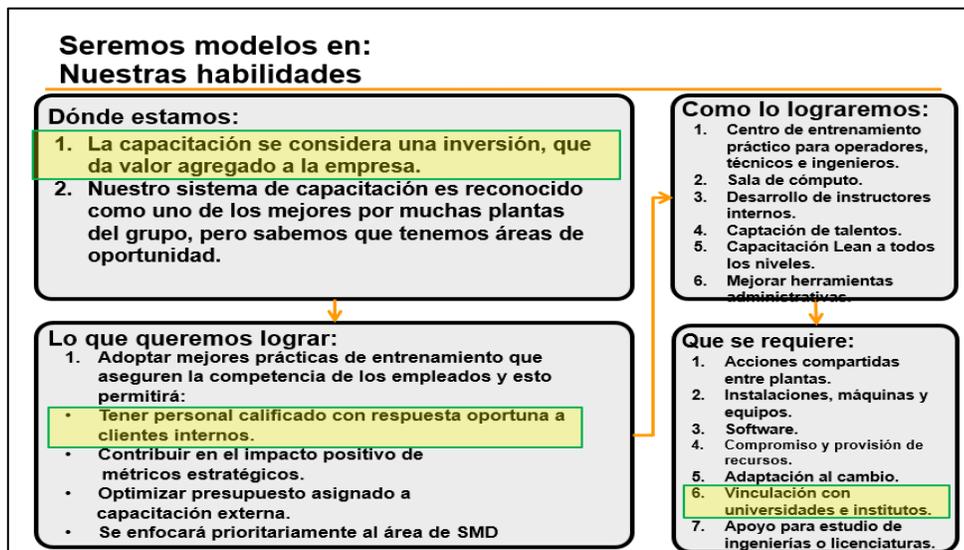


Figura 1.3.2. Descripción detallada del punto “Nuestras Habilidades”.

1.3.5. Objetivo de Continental Cautla hacia 2015

Para el 2015 la planta de Continental Cautla se propuso el objetivo de estar dentro de los primeros lugares en el grupo de plantas de Continental a nivel mundial, por lo que desarrollar proyectos de investigación que minimicen los riesgos de fallas, reprocesamientos, desperdicio y rechazos de cliente, se convierten en prioridad dentro de la estrategia 2015 de la planta.

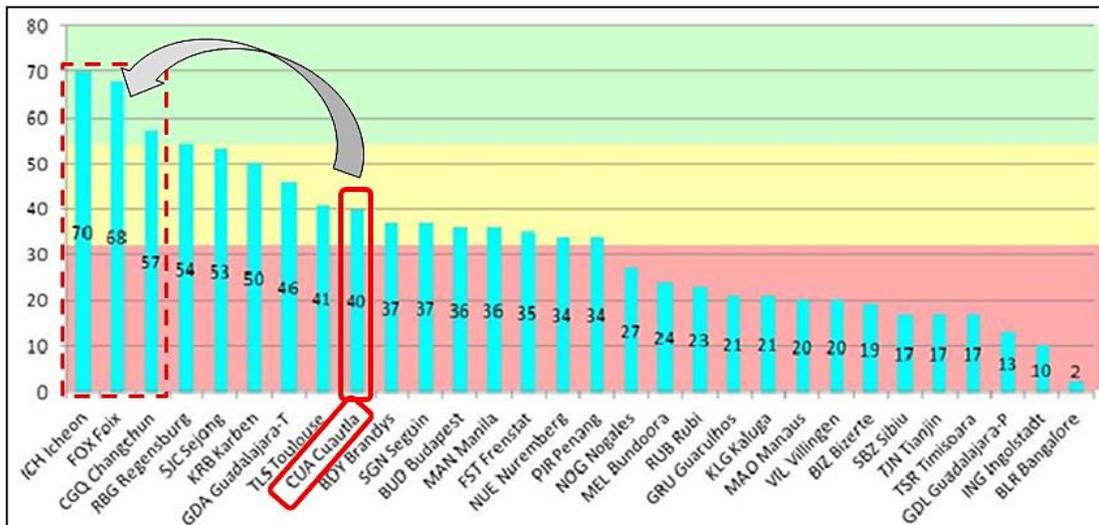


Figura 1.3.3. Objetivo planta Continental Cautla para el 2015, estar dentro de las primeras 3 plantas del grupo Continental.

1.4. Objetivos

1.4.1. Objetivo Principal

Realizar la caracterización de la falla cohesiva entre los materiales y con base en eso desarrollar un método no destructivo capaz de evaluar si un material cumple o no, con las características superficiales para generar una buena unión incluso antes de realizarla.

1.4.2. Objetivo Secundario

Proponer un método de pretratamiento superficial para ser usado en aquellos materiales que no cumplan con las características para ser procesados.

1.5. Hipótesis

Con base al efecto de delaminación en el producto DKG, se supone que las variables que causan el efecto de bajo nivel de adherencia, en una aleación base aluminio están relacionadas con la contaminación adquirida durante el proceso de fabricación de la materia prima, el transporte y en su manejo en el proceso de producción, por lo tanto este trabajo de investigación pretende “verificar” si estas variables son significativas o, en caso contrario, descartarlas y mostrar evidencia de las que si deben ser consideradas para control, desde el diseño, fabricación y uso de carcasas de aleaciones de aluminio en las diferentes plantas de continental a nivel mundial.

2. CAPÍTULO DOS: MARCO TEÓRICO

2.1. Metales

Los metales son sustancias inorgánicas compuestas por uno o más elementos metálicos. Son ejemplos de elementos metálicos el hierro (Fe), el cobre (Cu), el aluminio (Al), el níquel (Ni) y el titanio (Ti). Los materiales metálicos pueden contener elementos no metálicos como carbono (C), nitrógeno (N) y oxígeno (O). Los metales tienen una estructura cristalina en la que los átomos están dispuestos de manera ordenada. En general, los metales son buenos conductores térmicos y eléctricos. Muchos metales son relativamente resistentes y dúctiles a la temperatura ambiente y presentan alta resistencia, incluso a altas temperaturas (Smith, 2006).

En la Figura 2.1.1., se muestra la distribución de los elementos metálicos en la tabla periódica; en color rosado se ilustran los elementos metálicos, englobando a los metales alcalinos, los alcalinotérreos y los de transición; en color verde se engloban los elementos no metálicos y los gases nobles o halógenos; por último también se diferencian los elementos que tienen propiedades tanto de no metales como de metales, estos elementos reciben el nombre de metaloides o semimetales.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

The periodic table is color-coded as follows:

- Metals (pink):** Elements from Group 1A to 10B, plus the lanthanide and actinide series.
- Nonmetals and Noble gases (green):** Elements from Group 11A to 8A.
- dual properties (purple):** Elements from Group 11A to 16A.

1A																			8A	
1	H																			He
2	Li	Be																		Ne
3	Na	Mg																		Ar
4	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br			Kr
5	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I			Xe
6	Cs	Ba		Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At			Rn
7	Fr	Ra		Unq	Unp	Unh	Uns	Uno	Une											
			6	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb			Lu
			7	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No			Lr

Figura 2.1.1. Metales en la tabla periódica.

Los metales se encuentran en la naturaleza formando menas de sales minerales con elementos no metálicos. Sin embargo, existen metales que es posible encontrarlos en estado basal, estos son el oro, la plata y el cobre.

2.1.1. Propiedades de los metales

Los metales son materiales bastante útiles en los campos de la ingeniería dado al conjunto de características que tienen, estas propiedades son únicas y se pueden clasificar en tres aspectos los cuales se esquematizan en la Figura 2.1.2.

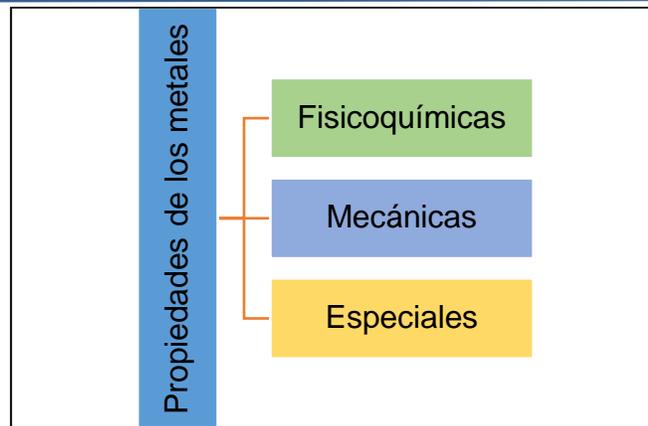


Figura 2.1.2. Clasificación de las propiedades de los metales.

Las propiedades fisicoquímicas son aquellas que dependen de la estructura molecular atómica de los metales, su arreglo cristalino y en general su estructura atómica. Estas propiedades diferencian a los no metales de los metales y los metaloides.

Muchos materiales de ingeniería son sujetos a diferentes tipos de fuerzas tanto durante el proceso de fabricación como durante los servicios que prestan. Estas condiciones a las que son sometidos, determinan en gran medida que material se debe usar en cada ocasión, tomando en cuenta las propiedades mecánicas de cada material.

Las propiedades mecánicas de los metales son las características inherentes, que permiten diferenciar un metal de otro desde el punto de vista de su comportamiento mecánico el cual determina el comportamiento que puede tener un metal en los diferentes procesos de mecanizados para su fabricación u operación.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Las propiedades especiales de los metales, están relacionadas con el comportamiento que tienen cuando son trabajados y estudiados. Estas propiedades permiten diferenciar a un metal de otro y saber si el metal utilizado es el apropiado o no para el fin que va a desempeñar.

Tabla 2.1.1. Propiedades de los metales.

Propiedades Físicoquímicas	Propiedades Mecánicas	Propiedades Especiales
Densidad	Tenacidad	Ductilidad
Punto de fusión	Dureza	Maleabilidad.
Calor específico	Fragilidad	Colabilidad
Dilatación	Acritud	Maquinabilidad.
Impenetrabilidad	Resistencia	Soldabilidad.
Resistencia a la corrosión	Fatiga	Templabilidad.
Aleabilidad	Elasticidad	Forjabilidad
Magnetismo	Plasticidad	
Conductividad eléctrica		
Conductividad térmica		

En la tabla 2.1.2 se pueden encontrar las diferencias más significativas entre los metales y los no metales. En estas diferencias se explica el por qué los metales son, hoy en día, los materiales más importantes en la ingeniería.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 2.1.2. Diferencia entre metales y no metales

Metales	No metales
Alto punto de fusión	Bajo punto de fusión
Apariencia brillante	Apariencia opaca
Sólidos a temperatura ambiente (a excepción del mercurio).	Generalmente gases o sólidos a temperatura ambiente
Dúctiles	No dúctiles
Tenaces	Frágiles
Maleables	No maleables
Forman óxidos alcalinos	Forman óxidos ácidos
Buenos conductores de calor y electricidad	Malos conductores de calor y electricidad
Mayor densidad que la del agua	Menor densidad que la del agua

2.2. Metales no ferrosos

Los metales y las aleaciones suelen dividirse en dos clases: aleaciones y metales ferrosos que contienen un alto porcentaje de hierro, como el acero y el hierro fundido, y aleaciones y metales no ferrosos que carecen de hierro o contienen sólo cantidades relativamente pequeñas de éste. Son ejemplos de metales no ferrosos el aluminio, el cobre, el zinc, el titanio y el níquel. La distinción entre aleaciones ferrosas y no ferrosas se hace debido al empleo y producción considerablemente mayores de aceros y hierros fundidos en comparación con otras aleaciones (Smith, 2006).

Las aleaciones de metales no ferrosos se utilizan en la industria debido a sus características como su alta resistencia a la corrosión (considerablemente mayor a la de algunos aceros), facilidad de fabricación,

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

(por ejemplo maquinado, fundido, forjado, etc.), poseen muy buenas conductividades térmicas y eléctricas, tienen un color atractivo y su baja densidad (Ferrous Materials and Non-Ferrous, 2018).

Los metales no ferrosos se pueden clasificar en diversos tipos como lo vemos en la figura 2.2.1, como se puede observar, los metales pesados son aquellos cuya densidad es igual o mayor a los $5 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, estos engloban al plomo, cadmio, níquel, estaño, cobre, cobalto, tungsteno y zinc. Por otro lado, los ligeros son aquellos cuya densidad está comprendida entre 2 y $5 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$. Por último, se encuentran los metales ultraligeros como el magnesio cuya densidad es menor a $2 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ (Cárdenas Fernández & Díaz Del Castillo Rodríguez, 2015).

Cabe resaltar que existe un campo extra en esta clasificación, sin embargo, no tiene que ver con el peso, sino con la estabilidad de los metales, este campo es el de los metales nobles, entre los cuales están el oro, plata, cobre y platino. En este sentido puede haber un metal en dos clasificaciones diferentes.

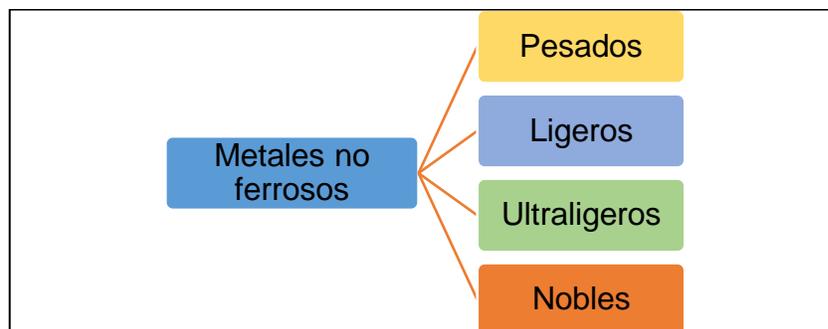


Figura 2.2.1. Clasificación de los metales no ferrosos.

2.2.1. Usos y aplicaciones de los metales no ferrosos

Los metales no ferrosos son utilizados en la manufactura como elementos complementarios de los metales ferrosos, también son muy útiles como materiales puros o aleados ya que por sus propiedades físicas y de ingeniería cubren determinadas exigencias o condiciones de trabajo, por ejemplo el bronce y el latón. (Cárdenas Fernández & Díaz Del Castillo Rodríguez, 2015).

Los usos en ingeniería de los metales y aleaciones no ferrosas han ido en aumento en los últimos años con el aluminio (Al) a la cabeza del tonelaje venido por año de materiales no ferrosos ya que resulta muy útil debido a sus propiedades que lo hacen un material sumamente versátil, es usado en la industria de la aeronáutica como parte del fuselaje de aviones y naves espaciales, también es usado como parte del motor y del chasis de automóviles modernos. En la industria electrónica es usado como alambre para el proceso de *wire-bonding* (*unión de alambre*), como parte de los componentes, como disipador de calor y como carcasa para la protección del ensamble final.

Por otro lado el cobre (Cu) tiene usos importantes en las industrias de proceso formando intercambiadores de calor, tubos, tuberías y accesorios para manipular agua de mar, sujetadores y otros accesorios, etc. (Asish Kumar , 2017). En la industria electrónica es usado para fabricar tarjetas de circuito impreso (PCB por sus siglas en inglés), alambres, pines, cables, disipadores de calor, entre otros.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

El níquel (Ni) es usado especialmente donde la resistencia al ambiente específico altamente corrosivo es necesaria como en tuberías de servicio de ácidos fuertes, también en el acabado de piezas de motor, válvulas, tubos alimentarios, entre otros. Otro uso importante de este metal es en baterías Ni-Cd.

Por otra parte, el zinc (Zn) es uno de los materiales de ingeniería muy usados en la construcción ya que este metal es usado como recubrimiento (galvanizado del acero). Se encuentra formando piezas de fundición, como baterías de Zn-AgO usadas en la industria aeroespacial, para misiles y cápsulas espaciales por su óptimo rendimiento por unidad de peso.

El titanio (Ti) es generalmente un metal muy fuerte, pero al mismo tiempo un metal ligero. Esto lo hace muy útil en la fabricación de aviones que requieren metales fuertes y al mismo tiempo livianos. El titanio también se utiliza en la fabricación de taladros que se utilizan en la perforación de madera, metales blandos y plásticos. También se utiliza en la construcción de embarcaciones y submarinos (SAMaterials, 2014)

Otros metales no ferrosos son el plomo (Pb) cuyas principales aplicaciones son como componente de soldaduras blandas y en la fabricación de elementos de protección contra la radioactividad. El Tungsteno (W) como componente principal de los filamentos de bombillas incandescentes y en la fabricación de herramientas de corte. Oro (Au) este metal raro, precioso y muy buscado es extremadamente resistente a la corrosión, el calor, la presión, se usa comúnmente en conectividad eléctrica. Plata (Ag) Al igual que el oro, este metal precioso es un gran conductor y muy resistente a la corrosión. Se usa en medicina, joyería y la industria alimentaria.

2.3. Aluminio y sus aleaciones

El aluminio es el segundo elemento metálico más abundante en la tierra después de hierro, se convirtió en un competidor económico en aplicaciones de ingeniería a finales del siglo XIX. La aparición de tres desarrollos industriales importantes, al exigir características de materiales consistentes con las cualidades únicas del aluminio y sus aleaciones, beneficiará enormemente el crecimiento en la producción y el uso del nuevo metal (ASM International, 1992).

Los tres mercados emergentes que coincidieron con la aparición del aluminio como material alternativo fueron:

- **Industria eléctrica:** La electrificación de las grandes ciudades demandaba no sólo cable y alambre con baja densidad, resistente a la corrosión, con alta conductividad eléctrica para lo cual el aluminio era el más adecuado, sino también torres de transmisión e infraestructura.
- Los pioneros del sector automotriz buscaron materiales innovadores para aumentar el rendimiento y la apariencia de sus productos. En este sentido las carrocerías de aluminio y accesorios marcaron la pauta en el uso del aluminio en este sector industrial.
- Cuando los hermanos Wright tuvieron éxito en el vuelo motorizado, el motor y otras piezas fabricadas en aluminio moldeado representaron el comienzo de una estrecha colaboración de lo que se convertiría en las industrias aeronáutica y aeroespacial.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Por otro lado, la producción mundial de aluminio aumentó un 4% en 2013 en comparación con la de 2012 debido a las nuevas fundiciones y expansiones de fundición en China, Irán, Malasia y Arabia Saudita. Además, Arabia y los Emiratos Árabes Unidos reiniciaron su capacidad instalada en Canadá, Alemania y Sudáfrica. Estas ganancias fueron parcialmente compensadas por los cierres de fundiciones en varios países como resultado de los menores precios del aluminio, los altos costos de energía, los desafíos financieros, las disputas laborales y los problemas técnicos (USGS, 2018).

China, Rusia, Canadá y los Estados Unidos, en orden decreciente de producción, representaron el 65% de la producción total mundial de aluminio primario. China fue el principal productor y representó el 46% de la producción mundial (USGS, 2018). En la Figura 2.3.1 se puede observar la producción mundial de aluminio de 2012 a 2013.

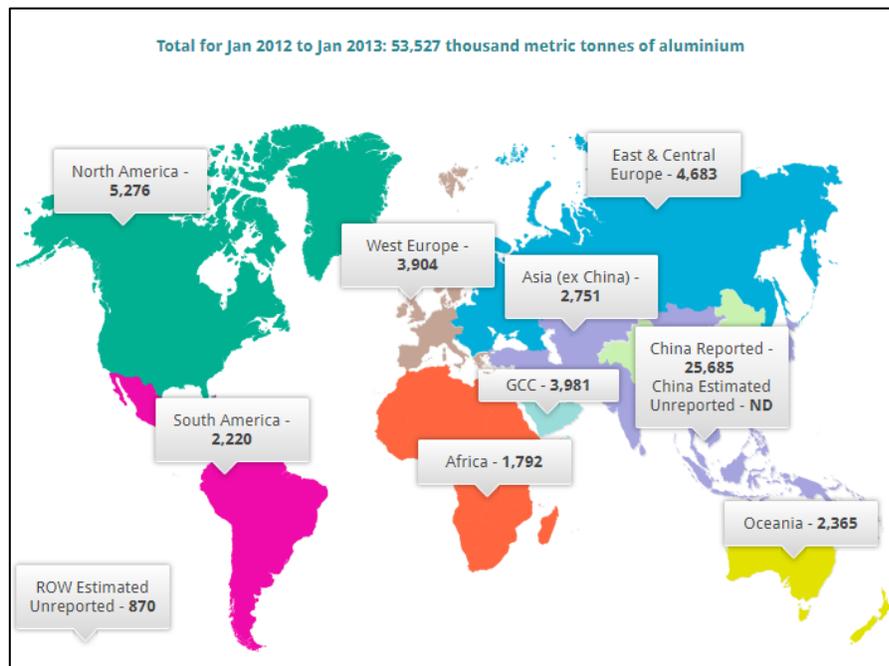


Figura 2.3.1. Producción mundial de aluminio 2012 (world-aluminium.org)

2.3.1. Propiedades y características del aluminio

El aluminio es un elemento químico, de símbolo Al y número atómico 13. Se trata de un metal no ferromagnético. Es un metal ligero, el aluminio 99.9999% cuenta con una densidad de 2700 kg/m^3 , y con un bajo punto de fusión ($660 \text{ }^\circ\text{C}$). Su color es grisáceo y refleja bien la radiación electromagnética del espectro visible y el térmico. Es buen conductor eléctrico (entre $35 \text{ y } 38 \frac{\text{m}}{\Omega \cdot \text{mm}^2}$) y térmico ($80 \text{ a } 230 \frac{\text{W}}{\text{m} \cdot \text{K}}$). Es un sólido con estructura cristalina centrada en la cara (ver Figura 2.3.2) con 14 átomos.

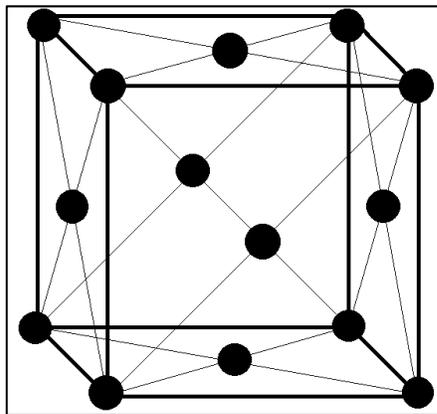


Figura 2.3.2. Estructura cristalina del Aluminio.

En la Tabla 2.3.1 se pueden apreciar las características más resaltables del aluminio puro (99.9999%). Sin embargo, cabe resaltar que para mejorar las propiedades de manera específica se emplean aleaciones, fundiciones, tratamientos térmicos y mecánicos (Totten & MacKenzie, 2003). Es importante mencionar cómo estas propiedades se ven afectadas por la pureza. Se observa que los principales efectos de la pureza están sobre la resistividad y conductividad térmica.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 2.3.1. Propiedades del aluminio en distintos grados de pureza.

Propiedad	Pureza				
	99.9999	99.990	99.800	99.500	99.00
Punto de fusión (°C)		660.2			657.0
Punto de ebullición (°C)		2480			
Calor latente de fusión (cal/g)		94.6			93.0
Calor específico (cal/g)		0.2226			0.2297
Densidad a 20°C (g/cm ³)	2.7	2.7	2.71	2.71	
Resistividad eléctrica (μΩ*cm)	2.63	2.68	2.74	2.8	2.87
Coefficiente de resistividad de temperatura		0.0042	0.0042	0.0041	0.0040
Coefficiente de expansión térmica		23.86	23.5	23.5	23.5
Conductividad térmica		0.57	0.56	0.55	0.54
Reflectividad total %		90	89	86	
Módulo elástico (lb/in ² x10 ⁶)		9.9			10

2.3.2. Producción industrial del aluminio

Toda la producción de aluminio se basa en el proceso Hall-Heroult. Comienza con la extracción de la bauxita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, Fe_2O_3 y SiO_2) de las vetas minerales, luego es triturada y secada, posteriormente la alúmina es extraída y refinada por medio del proceso Bayer usando soluciones de NaOH para su disolución selectiva. Luego, la alúmina se disuelve en una solución de criolita (Na_3AlF_6), en ese mismo proceso una corriente eléctrica se pasa a través del baño para electrolizar la alúmina disuelta formando dióxido de

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

carbono por acción de un ánodo de carbón, y el aluminio se acumula como una almohadilla de metal en el cátodo.

El metal separado es periódicamente eliminado por sifón o métodos de vaciado en crisoles, que luego se transfieren a instalaciones de fundición donde se hace la fabricación de lingotes. Las principales impurezas del aluminio fundido son el hierro y el silicio; el zinc, el galio, el titanio y el vanadio están presentes típicamente como contaminantes menores

2.3.3. Clasificación y nomenclatura

Para su estudio, es conveniente dividir a las aleaciones de aluminio en dos grandes categorías:

- Aleaciones de aluminio para moldeo (casting compositions).
- Aleaciones de aluminio para conformado (wrought compositions)

Una mayor diferenciación en cada una de las categorías arriba mencionadas se puede lograr teniendo en cuenta los mecanismos involucrados en la obtención de las propiedades mecánicas finales. Los tratamientos térmicos de estas aleaciones se basan en las solubilidades de las fases. Estos tratamientos incluyen el solubilizado, temple y endurecimiento por precipitación. Tanto las aleaciones para moldear (Fundición de Aluminio) como las aleaciones para conformar (aleación) pueden ser descritas como termo tratables.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Las aleaciones tanto para conformar como para moldear tienen diferentes tipos de designación asignada por la organización del aluminio en el Instituto Americano de Estándares Nacionales (ANSI) H35.1. Esto quiere decir que no todos los países usan este estándar ya que no hay una designación oficial para todo el mundo, sin embargo, el estándar americano es el más usado.

Para las aleaciones de forjado o conformado el sistema de designación de la Asociación de Aluminio consiste en cuatro dígitos numéricos, a veces incluyendo prefijos alfabéticos o sufijos, pero normalmente sólo los cuatro números:

- El primer dígito define la clase principal de aleación de la serie que comienza con ese número.
- El segundo define las variaciones en la aleación básica original: ese dígito siempre es cero (0) para la composición original, uno (1) para la primera variación, un dos (2) para la segunda variación, y así sucesivamente. Las variaciones se definen típicamente por diferencias en uno o más elementos de aleación de 0.15 a 0.50% o más, dependiendo del nivel del elemento agregado.
- Los dígitos tercero y cuarto designan la aleación específica dentro de la serie; no hay un significado especial para los valores de esos dígitos, ni se usan necesariamente en secuencia, pero son específicos para cada aleación.

En la Tabla 2.3.2 se pueden observar las principales designaciones de los aluminios para conformado juntos con los principales metales que son usados como aleación para cada una.

Tabla 2.3.2. Designación de las aleaciones para conformado.

Designación	Elemento	Características
1xxx	Al puro	Tienen composiciones de 99.0% o más de aluminio son por definición en esta serie.
2xxx	Cu	Tienen cobre como su principal elemento de aleación, se las conoce por ser tratables térmicamente.
3xxx	Mn	Son endurecibles por deformación. Estas aleaciones no responden al tratamiento térmico de la solución.
4xxx	Si	Algunas aleaciones son tratables térmicamente y otras no, según la cantidad de silicio y los otros componentes de aleación.
5xxx	Mg	Son endurecibles por deformación, pero no son tratables térmicamente.
6xxx	Mg y Si	Sus principales elementos de aleación se combinan como siliciuro de magnesio (Mg_2Si) después de una solución sólida. Las aleaciones en esta serie son tratables térmicamente.
7xxx	Zn	Tienen zinc como su principal elemento de aleación, a menudo con cantidades significativas de cobre y magnesio. Son tratables térmicamente
8xxx	Fe o Sn	Las características de esta serie dependen de los principales elementos de aleación.

El sistema de designación para aleaciones de aluminio fundido es similar en algunos aspectos al de las aleaciones para conformado. El sistema

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

de designación de las aleaciones para fundición también tiene cuatro dígitos, sin embargo, se usa un punto decimal entre el tercer y cuarto dígito para aclarar que estas son designaciones usadas para identificar aleaciones en forma de lingotes o lingotes de fundición.

- En cuanto al sistema de designación de aleación forjado, los diversos dígitos del sistema de aleación de fundición transmiten información sobre la aleación:
- El primer dígito indica el grupo de aleación, como se puede ver en la Tabla 2.3.3. Para Aleaciones 2xx.x a 8xx.x, el grupo de aleación está determinado por el elemento de aleación presente en mayor porcentaje.
- El segundo y tercer dígito identifican la aleación de aluminio específica o, para la serie aluminio 1xx.x, indica pureza.
- El cuarto dígito indica la forma del producto: xxx.0 indica fundición, y xxx.1 o xxx.2, en su mayor parte, indican las limitaciones que el lingote tiene para la aleación.

Cabe destacar que los aluminios más comercializados son los aluminios con un cuarto número de designación “0” por lo que generalmente es omitido por los distribuidores de estos lingotes.

En la Tabla 2.3.3 se muestran los principales elementos de las aleaciones de moldeo o fundición.

Tabla 2.3.3. Designación de aluminios para moldeo.

Designación	Principal elemento aleante
1xx.x	Al puro
2xx.x	Cu
3xx.x	Si, Cu y/o Mg
4xx.x	Si
5xx.x	Mg
7xx.x	Zn
8xx.x	Ti
9xx.x	Otros

Existe también la designación de los aluminios de acuerdo con el tratamiento térmico que se les ha dado en su proceso de fabricación, en la Tabla 2.3.4 se muestra un breve resumen de estos tratamientos térmicos.

Tabla 2.3.4. Designación de acuerdo con los tratamientos térmicos.

Designación	Descripción
F	Se aplica a los productos forjados hechos mediante procesos de conformación en los que no existe un control especial sobre las condiciones térmicas.
O	El O se aplica a los productos fundidos que se recocen para mejorar la ductilidad y la estabilidad dimensional.
H	Se aplica a productos que tienen su resistencia aumentada por el endurecimiento por deformación.
W	Se aplica solo a las aleaciones que envejecen después del tratamiento térmico de solución.
T	Se aplica a productos que son tratados térmicamente, con o sin endurecimiento por deformación adicional.

2.3.4. Aluminio 3xx.x

Las aleaciones de aluminio de la serie 3xx.x que están basadas en el sistema aluminio-silicio y aluminio-silicio-cobre se caracterizan por buena resistencia a la corrosión y al desgaste, junto a un peso ligero. Tienen un óptimo acabado superficial. Las aleaciones de la serie 3xx.x muestran características mecánicas ligeramente mejores que las de la serie 1xx.x.

De este tipo de aleaciones, las más ampliamente utilizadas son las que contienen silicio y cobre. En estas aleaciones el cobre proporciona resistencia y el silicio facilita el vaciado, reduciendo defectos en el material al ir solidificando; por lo tanto, las aleaciones con contenidos altos de silicio se utilizan para producir piezas de formas intrincadas. Estas aleaciones cuando contienen más de 3.0 % de cobre son tratables térmicamente, aunque normalmente estos tratamientos se realizan cuando la aleación contiene también magnesio, el cual incrementa la respuesta al tratamiento. Las aleaciones de alto silicio (mayor al 10%) presentan baja expansión térmica y presentan algunas ventajas en operaciones a altas temperaturas. Cuando el contenido de silicio excede del 12 ó 13% (puede ser tan alto como el 22%), se presentan cristales primarios de silicio y si se encuentran apropiadamente distribuidos, imparten excelente resistencia al desgaste (Morales, 2003).

En general este tipo de aleaciones presentan buena fluidez, resistencia a la formación de grietas en caliente, buena soldabilidad, baja cantidad de rechupes por solidificación, resistencia a corrosión y resistencia mecánica moderada (Morales, 2003).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Las aleaciones más comunes son las siguientes: 308.0, 319.0, A319.0, B319.0, 320.0, 332.0, 333.0, A333.0, A336.0, 354.0, 356.0., sin embargo, la aleación A380 es, por mucho, la más usada de las aleaciones de fundición a presión de aluminio, y ofrece la mejor combinación de propiedades de materiales y facilidad de producción (ASM International, 1992).

Se puede especificar para la mayoría de las aplicaciones de productos. Algunos de los usos de esta aleación incluyen equipo de electrónica y comunicaciones, componentes automotrices, soportes del motor, cajas de transmisión y engranajes, electrodomésticos, cajas de podadoras de césped, muebles componentes, herramientas manuales y eléctricas, entre otros.

2.4. Métodos de fabricación del aluminio

Los métodos de fabricación del aluminio comprenden una serie de transformaciones que sufre el aluminio e influyen en sus propiedades mecánicas, también determinan la presentación en el que este metal es comercializado. Existen cuatro principales transformaciones del aluminio y la elección de cada uno de ellos depende del uso que se le va a dar. Estas transformaciones son: extrusión, laminación, forja y moldeo.

2.4.1. Extrusión

La extrusión del aluminio consiste en la inyección del metal a través de una matriz para darle una forma en específico. En este proceso, un lingote usualmente cilíndrico, es transformado en un tramo largo de sección uniforme, haciéndolo pasar a presión por el orificio de un molde de metal con aberturas

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

de diferente diseño llamado dado a través del cual obtiene su forma, la cual recibe el nombre de perfil (Ortiz *et al.*, 2013). Este proceso puede ser llevado a cabo a temperatura ambiente (extrusión en frío) o precalentando el lingote hasta una temperatura sobre su punto de recristalización (extrusión en caliente).

Existen dos clasificaciones del proceso de extrusión que dependen de la dirección del flujo de metal extruido: Extrusión en directa y extrusión indirecta: En la extrusión directa, el metal extruido fluye en la misma dirección que el pistón. Se considera entonces que el lingote se desplaza con respecto a la cámara de compresión durante el proceso, dando como resultado que la presión sea función de la longitud del lingote. Por otra parte, en la extrusión indirecta o inversa, el metal fluye en dirección opuesta a la del movimiento del pistón; en este caso no existe movimiento relativo entre la pared del contenedor y el tocho, lo cual se traduce entonces en que la carga de extrusión no es función de la longitud del lingote. Es conveniente mencionar que debido a las características del proceso, éste tiene limitaciones y requiere además de un herramental complicado lo cual restringe su campo de aplicación, dando como resultado que la extrusión directa sea el método más utilizado.

La extrusión presenta como ventaja la multitud de formas que se pueden producir, muchas de las que son imposibles de fabricar por laminación; sus tolerancias son más cerradas y los acabados son mejores. Como en realidad lo único que se requiere variar para producir un determinado perfil es el dado, y debido a su relativo bajo costo, el proceso se puede aplicar cuando se requieren producciones pequeñas que no justifican de forma alguna el costo de los rodillos necesarios para manufacturar mediante laminación (Granados, 2015).

2.4.2. Laminación

El laminado es un proceso de deformación volumétrica en el que se reduce el espesor inicial del material trabajado, mediante las fuerzas de compresión que ejercen dos rodillos sobre la pieza/material de trabajo. Los rodillos giran en sentidos opuestos para que fluya el material entre ellos, ejerciendo fuerzas de compresión y de cizallamiento, originadas por el rozamiento que se produce entre los rodillos y el metal (Peña & Tipán, 2014).

La operación básica es el laminado plano o laminado simple, donde los productos laminados son la placa plana y la hoja. Las placas fabricadas por laminación tienen un espesor generalmente superior a 6 mm, son usadas en aplicaciones estructurales, para la manufactura de maquinaria pesada, en vehículos como cascos de buques, así como equipos industriales y en la construcción civil. Por otro lado, las hojas tienen un espesor menor a 6 mm y son fabricadas para manufacturar materias primas intermedias como piezas planas o rollos. Las hojas son utilizadas como materia prima en la industria automotriz, aeronáutica, para la fabricación de enseres domésticos y equipos de cocina, etc.

El proceso de laminación se clasifica en dos grandes grupos de acuerdo con la temperatura de operación, estos son: laminado en caliente y laminado en frío. Para el laminado en caliente, el metal a conformar debe estar por encima de su temperatura de recristalización. Este procedimiento es usado para grandes operaciones de desbaste partiendo de lingotes tanto de acero como de otros metales no ferrosos. Este procedimiento se usa como una transformación intermedia para reducir el espesor del metal rápidamente acercándolo a sus dimensiones finales. En el caso de la laminación en frío la

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

temperatura de las piezas de trabajo se halla por debajo de la temperatura de recristalización. Este tipo de laminado se utiliza como un procedimiento en piezas donde se requiere buen acabado superficial y tolerancias dimensionales pequeñas.

Las características más importantes de la laminación en caliente y de la laminación en frío se muestran a continuación.

Laminación en frío

- Buen acabado superficial
- Buen control dimensional
- Bajo porcentaje de reducción posible. Se hace necesario un recocido para aliviar tensiones por deformación plástica en frío (acritud).

Laminación en caliente:

- Posibilidad de altos porcentajes de reducción
- Deficiente acabado superficial
- Limitado control dimensional
- Menores cargas de deformación

Con base en estas propiedades se elige el proceso que se debe seguir para la obtención de un producto determinado y, en muchos casos, se utilizan combinaciones de ellos (Ortiz *et al.*, 2013).

2.4.3. Moldeo o Fundición (*die casting*)

El moldeo a presión o *die-casting* es un proceso que consiste en forzar o inyectar aluminio o un metal fundido, hacia un molde permanente, también denominado “dado”, dichos moldes o dados, tienen una cavidad de la pieza deseada, considerando la contracción de este, los moldes pueden o no contener corazones y botadores para separar las partes del molde obteniendo así la pieza deseada. La cavidad del molde se crea utilizando dos troqueles de acero que funcionan de manera similar a un molde de inyección durante el proceso. La mayoría de los moldes de fundición están hechos de metales no ferrosos, específicamente zinc, cobre, aluminio, magnesio, plomo, peltre y aleaciones base de estaño (Taizhou Sanjian Mould Co.,Ltd, 2018).

El proceso de moldeo a presión comprende cinco etapas fundamentales:

Preparación del molde: El dado y los troqueles se limpian y lubrican para ayudar en el paso dos, la inyección. Una vez que se han limpiado y lubricado correctamente, las mitades del dado se cierran y se sujetan juntas a alta presión. El molde puede ser fabricado de arena, metalizado, cerámica, arcilla, grafito, etc. La preparación del molde es un factor importante que afecta la calidad de los moldes.

Inyección: El metal fundido se transfiere de un horno a un contenedor, luego, este vierte el metal fundido en una cámara, donde está listo para ser inyectado en el dado. El metal fundido se fuerza a la matriz utilizando una

presión extremadamente alta. La alta presión entonces retiene el metal en el dado hasta que tenga tiempo para solidificarse.

Enfriamiento: Después de que el metal fundido se inyecta en la matriz, debe tener tiempo para solidificarse y enfriarse. Durante este tiempo, el dado no puede ser liberado. Una vez que el metal se haya enfriado por completo, adquiere su forma final.

Expulsión: Una vez que el proceso de enfriamiento ha finalizado, las mitades de la matriz pueden liberarse y un mecanismo de expulsión empuja la pieza fundida solidificada fuera de la matriz.

Recorte: Mientras el metal se enfría, el exceso de metal en los conductos del equipo se debe quitar junto con las rebabas de metal que se hayan producido. El exceso de metal se recorta del molde final. Las rebabas recortadas, y el exceso de metal se pueden reciclar y reutilizar en el proceso. Este proceso incluye también el rectificado en relieve y otras proyecciones, así como el tratamiento térmico, la conformación, la prevención del óxido, el acabado rugoso, etc.

El *die casting* se clasifica en cuanto al tipo de proceso que se ocupa para moldear el metal, de ahí que se le pueda catalogar en tres procesos:

El moldeado a presión, en el cual el metal es introducido a las cavidades del dado con ayuda de un dispositivo que ejerce presión sobre el metal y lo fuerza a entrar en el dado. Esta técnica de fabricación puede producir piezas

con un grosor más delgado sin comprometer su calidad. El proceso puede ser llevado a cabo con presiones altas o bajas (Thirugnanam, 2013).

El moldeado por gravedad, esta técnica de fundición a presión depende de la gravedad, a diferencia de la fundición a presión. El peso del metal fundido lo hace fluir dentro de las cavidades del dado, sin embargo, no hay ninguna otra fuerza que se aplique para facilitar el flujo de metal fundido. Este proceso de fabricación de piezas metálicas es adecuado para aleaciones no ferrosas. Es decir, aleaciones de cobre, aluminio y zinc (Gatonbrass. Inc., 2018).

El moldeo al vacío, en el cual, el metal fundido fluye hacia el dado debido a la diferencia de presión. El metal fundido fluye por un conducto hacia el molde donde se solidifica el metal. En este proceso, la diferencia de presión deseada se controla variando el vacío. Esto es entre el metal fundido y la cavidad del dado. La matriz tiene dos receptores: una tapa de salida y un alimentador a través del cual el metal fundido ingresa al dado y al vacío (Gatonbrass. Inc., 2018).

2.5. Fundamentos de la adhesión

2.5.1. Definición de adhesión y cohesión

Para entender los procesos adhesivos y la naturaleza de las uniones entre materiales es necesario definir dos conceptos fundamentales que se requieren conocer, la adhesión, que es la fuerza de atracción que mantiene unidas moléculas de distinta especie química (RAE, Diccionario RAE, 2018) y la cohesión que es la unión entre las moléculas de un cuerpo, más

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

específicamente, es la fuerza de atracción que mantiene unidas las moléculas de un cuerpo (RAE, 2018). En resumen, la adhesión permite mantener unidas dos superficies de sustancias iguales o diferentes por fuerzas intermoleculares, en cambio, la cohesión es la fuerza de atracción entre partículas de un mismo cuerpo, en la Figura 2.5.1 se muestra la diferencia entre las fuerzas de adhesión y las fuerzas de cohesión en dos sustratos unidos con un adherente.

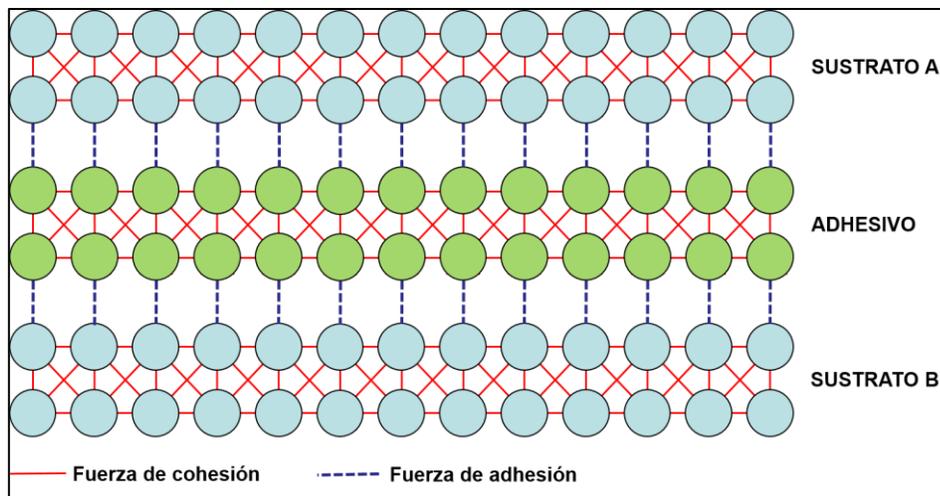


Figura 2.5.1. Fuerzas de adhesión y de cohesión a nivel molecular.

La adhesión y la cohesión presentan diferencias conceptuales que permiten diferenciar una de la otra. En el caso de la cohesión las fuerzas de las interacciones moleculares que ocurren son generalmente más fuertes ya que implican fuerzas electrostáticas de dipolo-dipolo o dipolo-dipolo inducido, además de fuerzas de Van der Waals y puentes de hidrogeno como en el caso del agua o el amoniaco. Por otro lado las fuerzas de unión en la adhesión implican fuerzas electrostáticas débiles y también uniones físicas de absorción aunque también se pueden interactuar con enlaces más fuerte como lo son las fuerzas de Van Der Waals. Un ejemplo clásico de la diferencia entre la

adhesión y la cohesión es la gota de agua suspendida desde una telaraña, la cohesión de las moléculas de agua mantiene la gota con una forma esférica y las fuerzas adhesivas la mantienen unida a la telaraña.

2.5.2. Fuerzas de adhesión

Una vez definido el concepto de adhesión y de cohesión es importante entender que las fuerzas de adhesión involucran diversas interacciones que se han discutido por mucho tiempo en la comunidad científica, así pues, para explicar la adhesión se han propuesto diversos enfoques, cada uno de los cuales intenta explicar el por qué un material se adhiere a otro, estos enfoques proponen que la adhesión se hacen desde el punto de vista químico, mecánico también existen teorías que intentan explicarlo desde el punto de vista difusivo, dispersivo y electrostático.

Atendiendo a estas teorías, las fuerzas de adhesión pueden ser básicamente de tres tipos: intermoleculares, que producen una adhesión específica, aunque esto realmente se puede dividir en tres tipos diferentes: adhesión química, adhesión dispersiva y adhesión difusiva; adhesión mecánica, que involucra los procesos de micro absorción de un material en otro; y efectiva, que resulta de una combinación de ambos fenómenos antes descritos (von Fraunhofer, 2012).

2.5.3. Mecanismos de adhesión

En la adhesión intermolecular química, el sustrato y el adherente se unen mediante enlaces químicos fuertes, formando compuestos en la interfase, creando así una unión muy consistente, sin embargo, estas interacciones son inversamente proporcionales a la distancia intermolecular entre las especies por lo que para que este enlace sea lo suficientemente fuerte, la unión debe ser de unos cuantos nanómetros.

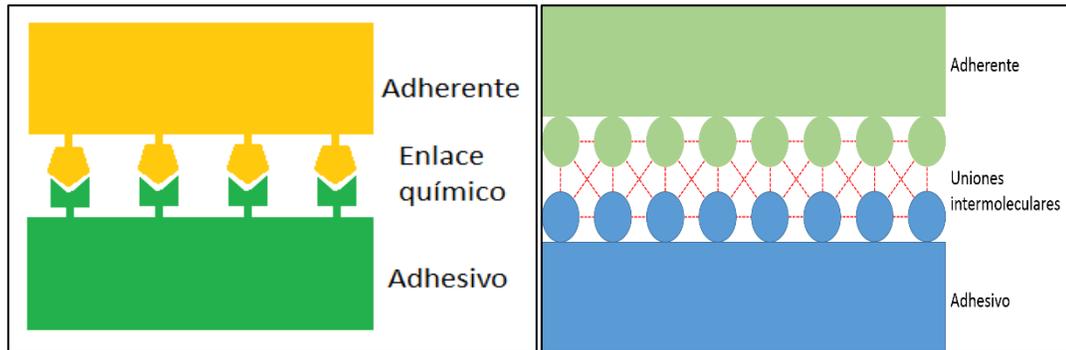
En este punto es necesario hacer una distinción entre interacciones intermoleculares débiles y enlaces químicos fuertes. Aunque se pueden formar enlaces químicos en algunas combinaciones sustrato / adhesivo, por ejemplo, resina epóxica y aluminio, estas son muy poco comunes. Aun así, cuando hay enlaces químicos dentro de las uniones adhesivas, pueden representar hasta el 50% de todas las interacciones (von Fraunhofer, 2012).

En la adhesión intermolecular dispersiva los sustratos se unen con el adhesivo por medio de interacciones más débiles que los enlaces químicos, estas interacciones son las mismas que los enlaces cohesivos de las moléculas (dipolo-dipolo, dipolo-dipolo inducido, iónico o covalente, puentes de hidrógeno e interacciones electrostáticas). A este tipo de fuerza adhesiva también se le llama adsorción, que es el fenómeno en el que las moléculas son retenidas en una interfase por fuerzas intermoleculares.

La adhesión química también implica fuerzas difusivas, en donde interviene el transporte de masa a través de la unión adhesiva de un componente a otro, este fenómeno es especialmente común cuando

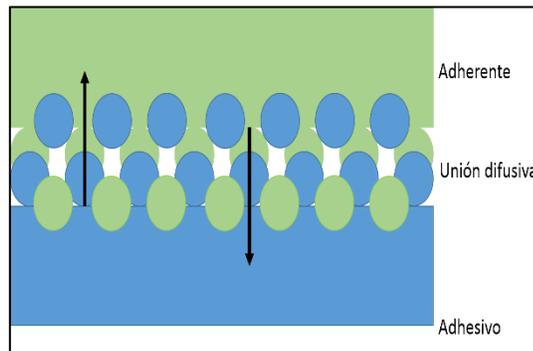
Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

intervienen polímeros en las uniones adhesivas (como agentes adherentes). En la Figura 2.5.2 se esquematizan las fuerzas que intervienen en las uniones adhesivas químicas.



a) Unión por enlaces químicos

b) Unión por fuerzas intermoleculares



c) Unión por transporte de masa.

Figura 2.5.2. Mecanismos químicos de adherencia.

Además de los mecanismos de adhesión intermolecular y química, la adhesión micromecánica también puede estar involucrada en el fenómeno global de adhesión. En tales casos, el adhesivo puede adherirse eficazmente a una superficie de sustrato rugoso y aumentar la adhesión general, por ejemplo, la goma de mascar unida a las suelas de los zapatos (von Fraunhofer,

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

2012). Esto pasa porque parte del adhesivo se queda atrapado en los microporos del sustrato, por lo tanto se ancla a estas estructuras amorfas, en este último caso, es muy importante tener en cuenta que este tipo de adhesión mecánica se debe a la rugosidad y la porosidad del material sustrato y la viscosidad del material adhesivo.



Figura 2.5.3. Mecanismo de adhesión micromecánica

La fuerza de la adhesión entre dos materiales depende de las interacciones entre los dos materiales y del área superficial sobre la cual los dos materiales están en contacto. Como resultado, una serie de factores entran como determinantes de la adhesión general de un sistema adherente-adhesivo.

2.6. Caracterización de las uniones adhesivas

Como sistema de unión y/o sellado de materiales, los adhesivos ocupan un lugar que en ocasiones comparten con otros sistemas de unión. No obstante, los adhesivos requieren conocimientos básicos para un adecuado

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

uso y sólo a través de un diseño adecuado de la unión se logran resultados satisfactorios (Madrid, 2014).

Las uniones adhesivas a menudo se evalúan mediante una prueba mecánica seguida de la exposición de una unión similar a temperatura elevada, humedad y / o atmósfera corrosiva.

Después de esta exposición a una atmósfera adversa, la unión generalmente se prueba nuevamente usando las mismas condiciones analíticas y geometría. La carga original hasta la falla generalmente se toma como una medida de la calidad de la unión y el rendimiento durante la prueba determina qué tan bien se mantendrá la junta en servicio. En el pasado, solo se observaban estos valores numéricos y había poco trabajo de diagnóstico sobre las superficies de falla. Más recientemente, sin embargo, se ha puesto mayor énfasis en dónde y por qué se produjo una falla (Mittal, 1982).

Los tecnólogos de la adhesión diseñan normalmente las formulaciones adhesivas para lograr que las fuerzas adhesivas sean siempre superiores a las cohesivas. De este modo, conociendo las propiedades mecánicas del adhesivo se puede evaluar y, por tanto, predecir, el comportamiento mecánico de una unión adhesiva. Según este enfoque, las propiedades mecánicas de la unión pueden estudiarse en base a las propiedades mecánicas del adhesivo que la constituye.

Los fracasos más frecuentes cuando se emplean adhesivos son debidos al desconocimiento de los esfuerzos a que va a estar sometido el ensamblaje. De hecho, dentro de ciertos límites, es viable proceder mediante

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

determinadas reglas empíricas para diseñar y obtener adhesiones correctas. Aun así, cuando los esfuerzos son complejos es indispensable tener en cuenta todos los factores que pueden influir. Hay cinco tipos de tensiones a las que comúnmente se hace referencia cuando se consideran uniones adhesivas. Estas son tensiones normales (o directas), tensiones de corte y tensiones de despegue y se ilustran en la Figura 2.6.1.

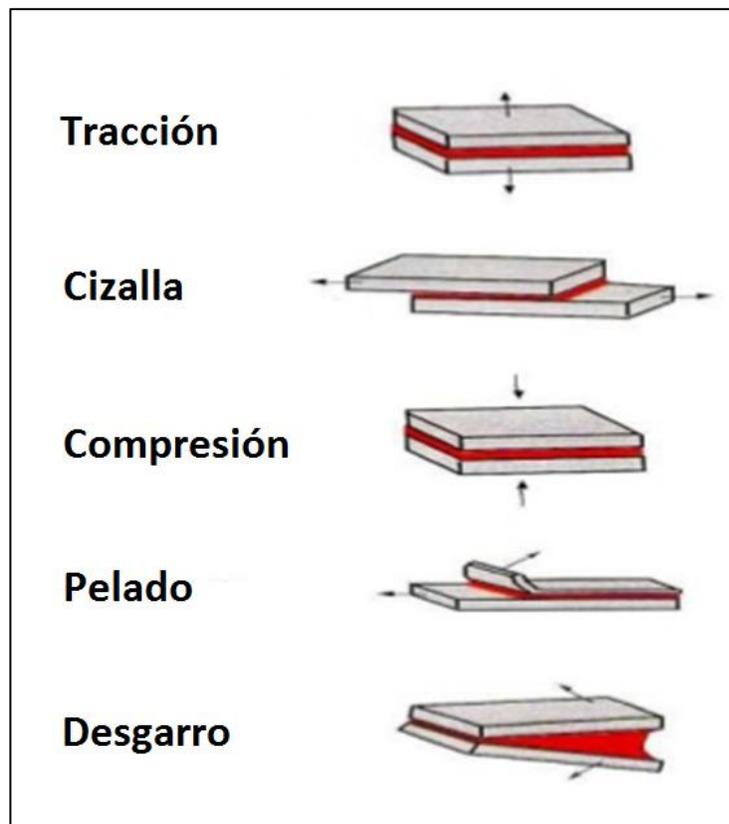


Figura 2.6.1. Cargas soportadas por las uniones adhesivas (Pardo D. J., 2006).

La resistencia de las uniones adhesivas se evalúa mediante pruebas mecánicas en las que se aplica una carga creciente hasta que se produce un fallo. Los ensayos de caracterización mecánica se realizan con el fin de

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

obtener propiedades intrínsecas del material propiedades que permitan realizar diseños correctos y predecir deformaciones y resistencia de la estructura donde se apliquen. En la actualidad existen numerosos métodos normalizados para evaluar el comportamiento de uniones adhesivas. Mediante estos ensayos se puede predecir la respuesta de las uniones ante diferentes tipos de solicitaciones.

Los ensayos mecánicos de uniones adhesivas que son estudiados típicamente son:

- Ensayo de tracción de uniones a tope
- Ensayo de cizalla de uniones
- Ensayos de pelado de uniones

2.6.1. Ensayo de tracción de uniones a tope

Ensayo estático que consiste en aplicar a la probeta, en dirección axial, un esfuerzo de tracción creciente, generalmente hasta la rotura, con el fin de determinar el modo de fallo de una unión adhesiva. Las pruebas de unión a tope es una prueba rigurosa para un adhesivo en la cual el adhesivo ha experimentado altos niveles de esfuerzos y tensiones hidrostáticas. La Figura 2.6.2 muestra un esquema de esta prueba. La probeta de este ensayo es preparada por la unión de dos barras de sección transversal equivalente, ambas unidas en sus extremos. La junta es puesta en tensión para obtener la máxima resistencia en tensión (Pardo D. J., 2006).

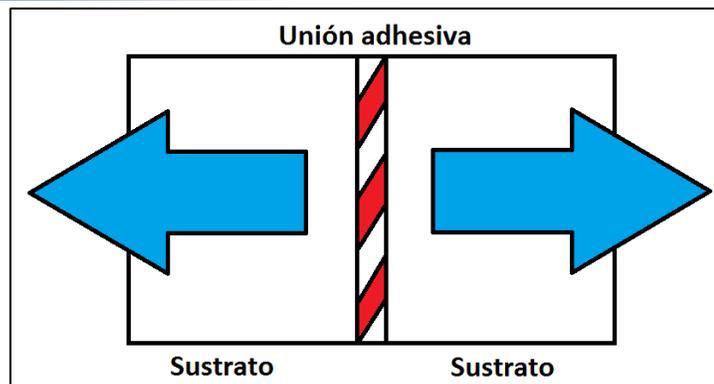


Figura 2.6.2. Representación ensayo de uniones a tope.

La unión a tope parece estar dominada por tensiones de tracción (al menos superficialmente), sin embargo, las diferencias en las propiedades entre el adhesivo y los adherentes inducen también tensiones de cizallamiento a lo largo de la línea de unión, aunque las fuerzas incidentes "directas" dominantes son de tensión. Claramente, para la unión adhesiva cargada por tracción, las tensiones de cizallamiento, así como tensiones de tensión se aplican directamente a la línea de unión. Otra razón por la que se evitan las juntas de tracción en el diseño es porque se ha observado empíricamente que muchos adhesivos exhiben menor resistencia y alta sensibilidad a la alineación cuando se exponen a tensiones de tracción de tipo a tope (Pizzi & Mittal, 2003).

Sin embargo, hay disponibles una variedad de pruebas de tracción estándar. Las geometrías de muestra para algunas de las más comunes se muestran esquemáticamente en la Figura 2.6.2. La Figura 2.6.2a es una representación esquemática de la configuración de ASTM D-897. Se usa (con ligeras alteraciones geométricas) para varios adherentes, desde madera hasta metal (Pizzi & Mittal, 2003).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

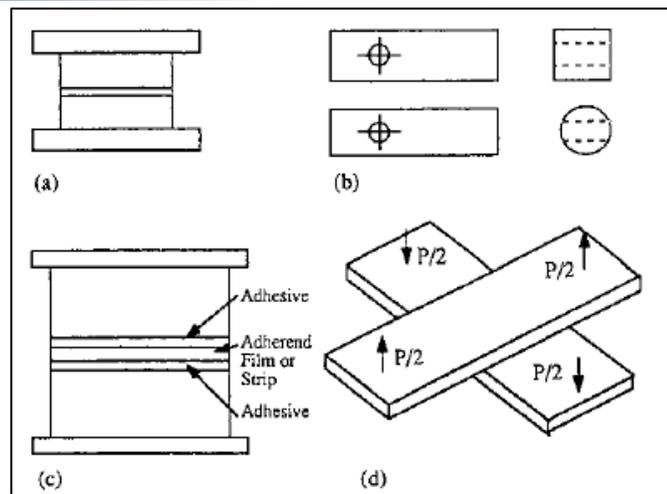


Figura 2.6.3. Geometrías en ensayos a tope (Pizzi & Mittal, 2003).

Sin embargo, incluso con tales agarres, un cuidado razonable en la fabricación de muestras y una alineación aceptable de las máquinas de prueba es difícil aplicar una carga realmente céntrica. Como consecuencia, tales experimentos a menudo muestran una dispersión de datos bastante grande.

Los resultados de estas pruebas de "tracción" se informan normalmente como la fuerza en falla dividida por el área de sección transversal. Dicha información de estrés promedio puede ser engañosa. La importancia de la alineación ya ha sido discutida. Incluso cuando la alineación es "perfecta" y los enlaces tienen un grosor uniforme en toda el área de unión, las tensiones máximas en la línea de unión pueden diferir marcadamente del estrés promedio. La distribución de tensiones a lo largo de la línea de unión es una función importante de la geometría de la unión adhesiva (Pocius, 2012).

Los resultados de estrés promedio comúnmente reportados en los ensayos de tracción a tope estándar deben ser usados con gran precaución

en los intentos de predecir la fuerza de las diferentes juntas, incluso cuando las uniones pueden ser superficialmente similares. El análisis y los resultados experimentales ilustran que la fuerza de la unión y el lugar del punto desde el cual se inicia la falla dependen en gran medida de la relación de espesor / diámetro del adhesivo (Pocius, 2012).

2.6.2. Ensayo de la unión por cizallamiento

Algunas de las pruebas de resistencia de la unión adhesiva más comúnmente usadas se clasifican en la categoría general de pruebas de cizallamiento. Tales muestras son relativamente fáciles de construir y se parecen mucho a la geometría de muchas articulaciones prácticas. La distribución de la tensión para las juntas traslapadas dista mucho de ser uniforme, pero nuevamente los resultados de la prueba se informan comúnmente como carga en falla dividida por el área de superposición. El estrés máximo generalmente difiere marcadamente de este valor promedio (Pizzi & Mittal, 2003).

La unión a solape, en la que dos placas están unidas mediante una capa de adhesivo, es una de las uniones más comunes que se encuentran en la práctica, y cada vez, son más utilizadas en el control de calidad. La unión es fácil de hacer y los resultados son sensibles tanto a la calidad del adhesivo como a la preparación superficial realizada sobre los adherentes. En la Figura 2.6.4 se esquematiza el fundamento de la prueba de esfuerzo cortante para la caracterización de uniones adhesivas (Pardo D. J., 2006).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

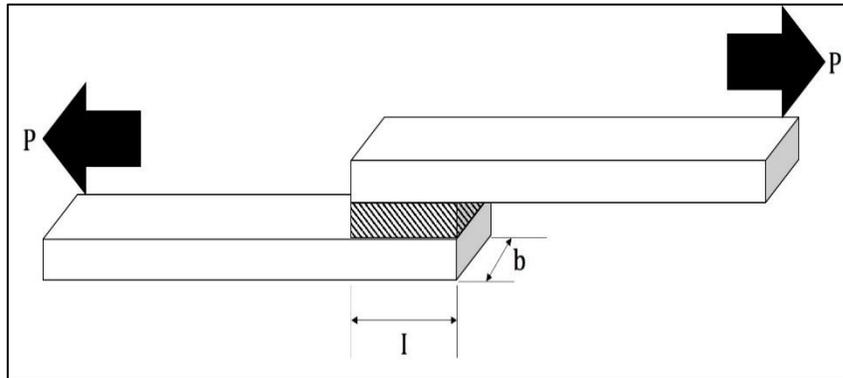


Figura 2.6.4. Ensayo de esfuerzo cortante para uniones adhesivas.

El análisis más simple de cizalla considera que los adherentes son rígidos y en el adhesivo sólo deforma a cortadura. Si el ancho del solape es b , y la longitud del solape es l y la carga P , entonces la tensión de corte T viene dada por la Ecuación 2.6.1

$$\tau = \frac{P}{b \cdot l} \quad \text{Ecuación 2.6.1}$$

Sin embargo, la distribución de tensiones en la unión adhesiva no es uniforme, ya que las fuerzas excéntricas que actúan sobre la unión producen eventualmente un momento de flexión. Este momento de flexión induce tensiones de tracción adicionales como se puede apreciar en la Figura 2.6.5 y deben tomarse en cuenta entonces las propiedades plásticas de los adherentes (Pocius, 2012).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

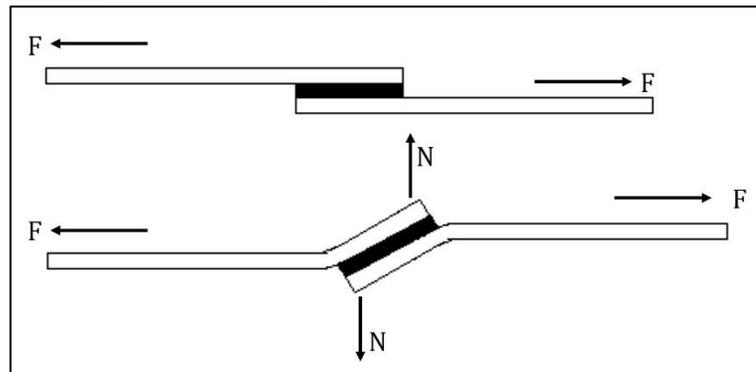


Figura 2.6.5. Adherentes flexibles.

2.6.3. Ensayos de pelado

Las pruebas de pelado se utilizan comúnmente para determinar la resistencia en uniones adhesivas. Científicamente, esta prueba de adherencia tiene dos ventajas que la diferencian de los otros métodos de prueba, por un lado, la falla de la unión adhesiva se produce en un rango controlado y por otro, la fuerza de pelado es una medida directa del trabajo de desprendimiento. Desde un punto de vista práctico, el ensayo de pelado es muy útil porque es simple de ejecutar y porque representa un modo de falla bajo condiciones de servicio, por ejemplo, para cintas adhesivas. Hay algunas pruebas de pelado para evaluar la adhesión entre un adherente flexible y un adherente rígido. La mayor diferencia entre estos métodos es el ángulo de pelado y si este ángulo se mantiene constante durante la prueba. Gran parte de la energía es disipada en el adherente, en vez que en el adhesivo. Datos exactos de las propiedades mecánicas, elásticas y plásticas tanto del adhesivo como los del adherente son importantes en los análisis de esta prueba. Se acostumbra a utilizar la prueba de pelado para caracterizar adhesivos flexibles (incluyendo adhesivos sensibles a la presión) que para adhesivos estructurales rígidos. La prueba de pelado básico se muestra en la Figura 2.6.6 en el cual una tira flexible de

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

grosor h y de ancho b es pelada de un sustrato jalando la tira con una fuerza F y en un ángulo θ . La energía total por unidad de área, G , en la unión adhesiva es mostrada en la Ecuación 2.6.2.

$$G = \frac{F}{b}(1 - \cos(\theta)) \quad \text{Ecuación 2.6.2.}$$

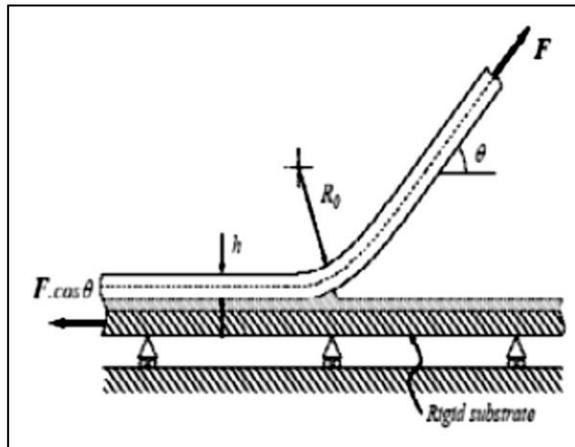


Figura 2.6.6. Prueba de pelado básico (Pardo D. J., 2006).

Una de las variantes más usadas de la prueba de pelado es la prueba de pelado en T. La prueba o ensayo de pelado es comúnmente usado para evaluar la resistencia de los sistemas adhesivos para una carga de pelado de fuerza normal. La probeta se muestra en la Figura 2.6.7. Esta prueba requiere de un adherente flexible, es decir, aquellos que se puedan doblar en un ángulo de 90° . La prueba se realiza bajo velocidades de separación constante en una máquina de prueba tensión estándar. La curva fuerza – deformación mide la máxima fuerza producida y la fuerza de pelado (por estado continuo de propagación de grietas). La prueba se realiza frecuentemente para evaluar la durabilidad y en esta prueba la fuerza de pelado se usa para evaluar los sistemas de unión.

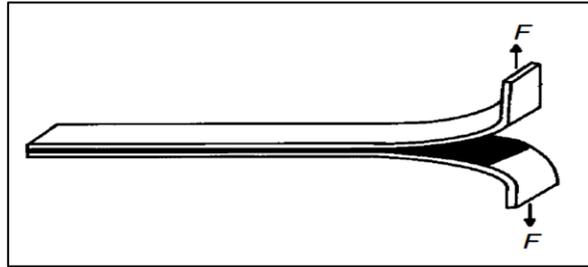


Figura 2.6.7. Ensayo de pelado en T (Pocius, 2012).

2.7. Análisis de falla de uniones adhesivas

En la unión adhesiva, el análisis de fallas es un aspecto de importancia crítica en las investigaciones científicas y de manufactura. La identificación del modo de falla de un producto fabricado o una estructura de prueba es necesaria para establecer la causa de la falla y para establecer acciones correctivas o preventivas al problema además es útil para comprender el mecanismo de iniciación y propagación de grietas e identificar el eslabón más débil de la estructura (Davis G. D., 1991).

EL mecanismo de una unión adhesiva depende de la resistencia de la unión entre el sustrato y el adhesivo (adhesión) y de las fuerzas internas del adhesivo (cohesión). Además, la función principal de una unión adhesiva estructural es transmitir una carga externa a los demás miembros estructurales. Si la unión no es capaz de transmitir la carga de manera adecuada, sufrirá un daño que posiblemente, desembocará en el fallo de la unión (Herrera, 2013).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

La evaluación de la unión adhesiva una vez producida la fractura puede desvelar fallos que hayan sido producidos por un tratamiento inadecuado de las superficies a unir, por una falta de cohesión por un curado inadecuado o porque el adhesivo no haya alcanzado las propiedades mecánicas deseadas (Herrera, 2013).

Como se puede observar en la figura los posibles modos de fallo que se pueden presentar en las uniones adhesivas se pueden resumir en tres posibles tipos:

- Fallo adhesivo: Fallo de la unión de interfase entre el sustrato y el adhesivo.
- Fallo cohesivo: Fallo del adhesivo. Se rompen las fuerzas de cohesión de este.
- Ruptura de sustrato: cuando el propio sustrato rompe antes que la unión adhesiva o que la interfase sustrato-adhesivo.

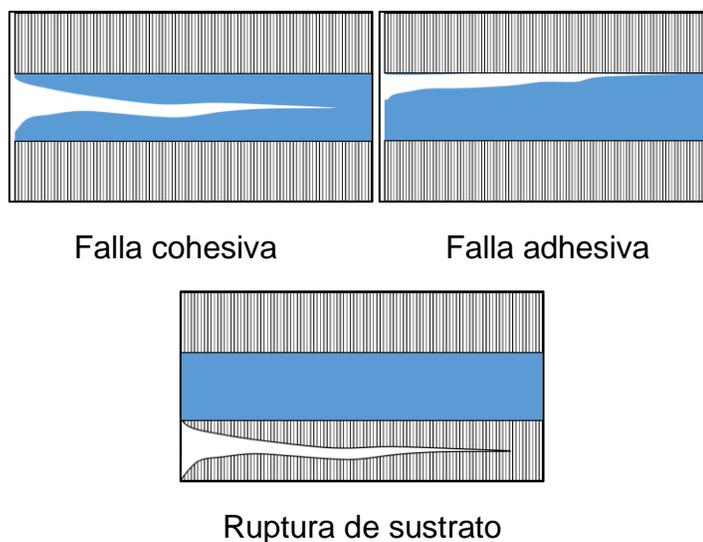


Figura 2.7.1. Modos de falla de las uniones adhesivas.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Cuando se diseña una unión adhesiva se pretende que la rotura no sea en ningún caso adhesiva, es decir, que la separación nunca se produzca en la interfase adherente - adhesivo. Los modos de rotura adhesiva no son nunca predecibles, puesto que la magnitud de la fuerza de adhesión depende de un gran número de factores rara vez controlables en su totalidad. Por el contrario, sí se pueden conocer las características mecánicas del adhesivo y, por tanto, se pueden predecir las cargas a la rotura en modo cohesivo bajo diferentes tipos de esfuerzos (Madrid, 2014).

El primer paso en el análisis de fallas es una inspección visual. En algunos casos, como una falla cohesiva o de sustrato, este examen es suficiente para identificar el lugar de falla. Sin embargo, en la mayoría de las situaciones, no es tan fácil. Por ejemplo, una falla puede parecer visualmente adhesiva, pero la propagación de grietas puede haber ocurrido dentro de uno de los componentes de la unión cerca de la interfaz. El ojo no suele detectar una capa delgada (<100 nm) en la interfaz de una muestra. Del mismo modo, a menos que sean muy evidente, la contaminación generalmente no se puede detectar visualmente (Davis G. D., 1991).

Un problema que puede, potencialmente, perjudicar el análisis de fallas es la falta de integridad de la muestra. La contaminación posterior a la falla, tal como la manipulación humana o el embalaje en contenedores o envoltorios sucios, pueden alterar irreparablemente la química de la superficie de las muestras. Desafortunadamente, esto es común en un entorno de manufactura, donde las muestras se pueden pasar de mano en mano antes de tomar la decisión de enviar la muestra para el análisis de su superficie. Otro tipo de pérdida de la integridad de la muestra es cuando se produce un cambio en la superficie durante la prueba, por ejemplo, la corrosión de una superficie

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

metálica después de la propagación de la grieta. Para estos casos, sólo un conocimiento de las reacciones potenciales y un análisis de fallas más detallado permiten determinar el lugar real de falla.

Para la interpretación de los resultados del análisis de fallas, a menudo es necesario tener espectros de los diversos componentes de la unión y de posibles contaminantes, o conocimiento de la composición química de cada componente de la unión adhesiva para ayudar en la identificación de la química de la superficie de las muestras. El examen de las superficies defectuosas debe realizarse inicialmente con microscopía electrónica, XPS o AES / SAM, dependiendo de los instrumentos disponibles, la resolución espacial requerida y la naturaleza de la superficie. (Davis G. D., 1991)

Una vez que se determina la localización de falla, la causa de la falla generalmente se puede deducir, con diversos grados de dificultad, a partir de la química o la morfología. Algunas de las posibles causas de falla de las uniones adhesivas de aluminio incluirían contaminación de la superficie antes de la unión, una preparación deficiente de la superficie dando como resultado una película de óxido lisa, hidratación de la superficie de óxido de aluminio, incompatibilidad del tratamiento de superficie con el adhesivo, desacoplamiento (parcial o completo) del adhesivo y el sustrato y fractura elastoplástica del adhesivo.

Para análisis de falla de un sistema fabricado, la identificación de la causa de la falla permite que se realicen soluciones que corrigen el problema o, al menos, impiden que vuelva a ocurrir. Para el análisis de fallas de una estructura de prueba, la identificación debe conducir a una mayor comprensión

de los procesos y reacciones involucradas y la posibilidad de mejorar la tecnología actual. (Davis G. D., 1991).

2.8. Preparación de superficies previo a la unión adhesiva

La preparación superficial se define como el conjunto de operaciones previas que son realizadas en los sustratos para mejorar la adhesión y las propiedades de humectación de los materiales a ser unidos mediante adhesivos.

La preparación de las superficies o preparación superficial es una de los más importantes pasos o procesos cuando se realiza una unión adhesiva. Así que no servirán los esfuerzos invertidos durante el diseño, selección y validación del adhesivo sin una buena preparación superficial en el sustrato donde se llevará a cabo la unión.

Existen diferentes métodos, procesos o técnicas de preparación superficial, la elección de la técnica depende entre otras cosas del tipo de material, ya sea metal, cristal, plástico o cerámica; el tipo de adhesivo y las condiciones de la superficie del sustrato, como que contenga aceites, óxido, polvo o pintura.

Así, el proceso de preparación superficial es dividido en 3 distintas etapas sucesivas entre sí: Limpieza, pretratamiento y postratamiento.

2.8.1. Limpieza superficial

La limpieza superficial es usada para eliminar todos los tipos de contaminantes que se encuentran en la superficie de los adherentes. Los contaminantes son agentes externos que están débilmente unidos al sustrato, la presencia de estos contaminantes afecta de manera negativa a la adhesión y las propiedades humectantes del adhesivo, si la adhesión del sustrato se lleva a cabo en presencia de contaminaciones la unión adhesiva fallará debido a la frágil adhesión y cohesión del contaminante con el sustrato.

Los contaminantes más comúnmente encontrados en la superficie antes de la unión adhesiva son mencionados en la Tabla 2.8.1 (Kopeliovich, 2018).

Tabla 2.8.1. Tipos de contaminantes superficiales.

Tipo de Contaminante	Ejemplos
Aceites minerales	Fluidos de corte, lubricantes, grasas.
Contaminantes orgánicos varios	Pinturas, huellas dactilares.
Compuestos de pulido	Residuos de productos de pulido.
Partículas solidas	Polvo, abrasivos, partículas de plástico.
Compuestos de corrosión	Sarro, oxido, picado, sales minerales.

Los procesos de limpieza son diferentes para cada tipo de material, sin embargo, los pasos básicos son los mismos ya que se componen de las mismas etapas para remover todas las clases de contaminaciones ya mencionadas. Estos pasos básicos son:

Desengrase: Se desengrasa con un solvente o un detergente orgánico que remueve contaminantes sólidos, contaminantes orgánicos, aceites minerales y grasas. El proceso más utilizado para el desengrase es el desengrase en caliente ultrasónico. Para validar este proceso se realizan pruebas de tensión superficial de las que se habla en el apartado 2.9 (Kopeliovich, 2018).

Abrasión o erosión. La abrasi3n o erosión de elimina las capas o películas de 3xido, incrustaciones, compuestos de corrosi3n y sarro por medio de métodos electroquímicos (*electrochemical cleaning*) o mecánicos como el *shot peening*, *lijado*, *sand blasting* y *air blasting* (Mahoney, 1990).

Modificaci3n superficial: Ciertos materiales presentan un reto muy grande para las uniones adhesivas como algunos plásticos, gomas y metales como el cobre, el acero inoxidable y el aluminio. Estos desafíos pueden superarse haciendo cambios en la estructura superficial para aumentar la energía superficial y la rugosidad, mejorando así la adhesi3n. Las tecnologías usadas para estos procesos pueden incluir grabado alcalino, grabado ácido, *wire brushing* y lijado (Wegman & Van Twisk, 2013).

2.8.2. Pretratamiento

El pretratamiento incluye el uso de tecnologías para la activaci3n superficial del sustrato y así mejorar la adherencia esto al aumentar la energía superficial y facilitar las interacciones moleculares del adherente con el adhesivo. Estas técnicas exponen al sustrato a descargas grandes de energía. Los métodos más comunes son el tratamiento de flama, la descarga corona y

el tratamiento con plasma. Estos pretratamientos han sido aplicados a metales y en particular a aleaciones y plásticos (CQTI, 2018).

Otros tratamientos usados son la activación de plásticos y materiales poliméricos mediante radiación UV y métodos llevados a cabo en cámaras de vacío como el grabado por pulsos iónicos y el grabado por radiofrecuencia que son también usados ampliamente en materiales plásticos (Pocius, 2012).

2.8.3. Postratamiento

Puede ser necesario tratar adicionalmente la superficie del sustrato después del pretratamiento de la superficie mediante la aplicación de un promotor de adhesión (*primer*). Estos son materiales que se adsorben fuertemente sobre la superficie del sustrato y que también interactúan fuertemente con el adhesivo. Se aplica un primer para lograr uno o más de los siguientes:

- Modificar la energía superficial del sustrato.
- Promover la reacción química entre el adhesivo y el sustrato.
- Activar el adhesivo. Inhibir la corrosión del sustrato.
- Proteger la superficie después del pretratamiento.

Los silanos órgano-funcionales, por ejemplo 3-aminopropil trimetoxisilano, se usan ampliamente para mejorar la adhesión. El sustituyente silano en un extremo reacciona con grupos hidroxilo en la superficie para dar una capa polimérica de polisiloxano. El sustituyente orgánico en el otro

extremo reacciona con los grupos funcionales libres del adhesivo (CQTI, 2018).

Los *primers* de silano en particular se pueden usar para promover la adhesión entre dos superficies que no se unen o para crear una unión más fuerte que el uso del adhesivo solo. Si bien estos compuestos están destinados para su uso con adhesivos de silicona, también se pueden usar con otros tipos de adhesivos, como los epóxicos. Los *primers* generalmente consisten en uno o más silanos reactivos, un catalizador de condensación y algún tipo de solvente portador (Victrex Peek Film Technology, 2018).

2.8.4. Preparación superficial de Aluminio y sus aleaciones

A lo largo de la historia se han desarrollado técnicas para la preparación de la superficie de aluminio, estas técnicas han sido mejoradas y optimizadas por algunos autores, sin embargo, estas técnicas son todavía usadas en la industria metalúrgica, de construcción y automotriz.

Durante años, la práctica industrial para la preparación de superficies de aluminio para la unión adhesiva fue generalmente el Grabado del Laboratorio de Productos Forestales, comúnmente conocido como el grabado FPL. El uso de tratamientos que contienen cromatos y dicromatos ya no está permitido en muchos países. Esto incluiría el grabado FPL, el anodizado con ácido crómico y el grabado con FPL optimizado. En la tabla siguiente se muestran unos de los métodos de preparación de aluminio más usados (Wegman & Van Twisk, 2013).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 2.8.2. Tratamientos comunes para la adhesión de aluminio.

Tratamiento	Composición
FPL etch	Desengrase con vapor: 1, 1 1-tricloroetano, Tricloroetileno y Percloroetileno Grabado ácido: Ácido sulfúrico-dicromato de sodio
PAA	Desengrase con vapor Grabado alcalino: Uso de mezcla TURCO 4215 Desoxidante: Ácido sulfúrico-dicromato de sodio
P2	Desengrase con vapor Grabado ácido: Ácido sulfúrico-fierro/sulfato férrico
CAA	Desengrase con vapor Grabado ácido: Ácido sulfúrico-fierro/sulfato férrico Ácido sulfúrico-dicromato de sodio Solución de anodizado: Ácido crómico Solución de sellado: Solución diluida de ácido crómico

2.9. Caracterización de superficies

Para que se lleve un adecuado control de la preparación superficial se debe asegurar que todos los contaminantes han sido removidos, para esto es necesario realizar análisis cualitativos y cuantitativos con el fin de caracterizar el estatus de la superficie y saber si la preparación superficial está siendo efectiva.

El análisis de las propiedades de las superficies tiene una creciente importancia en estudios de un amplio rango de procesos, incluyendo las uniones adhesivas y los análisis de fallas y es crítica para la mejora de la tecnología en general (Davis D. , 1991).

Aunque se dispone de una amplia gama de técnicas de análisis de superficies físicas y químicas, ciertos rasgos comunes a muchos de ellos se pueden clasificar desde dos puntos de vista. La mayoría de las técnicas involucran electrones, fotones (luz), rayos X, especies neutras o iones como sonda que golpea el material a analizar. El rayo interactúa con el material de alguna manera. En algunas técnicas, los cambios inducidos por el haz (energía, intensidad y distribución angular) se controlan después de la interacción, y la información analítica se deriva de la observación de estos cambios. En otras técnicas, la información utilizada para el análisis proviene de electrones, fotones, rayos X, especies neutras o iones que se expulsan de la muestra bajo la estimulación del haz de la sonda.

En muchas situaciones, varios procesos conectados pueden estar sucediendo más o menos simultáneamente, con una técnica analítica

particular que selecciona solamente un aspecto (por ejemplo, el grado de absorción de la luz incidente o la distribución de energía cinética de los electrones eyectados). Además, muchas técnicas mecánicas están disponibles para evaluar la rugosidad de la superficie y las propiedades micromecánicas de las superficies de los materiales (Miyoshi, 2002).

2.9.1. Análisis de tensión superficial

Una de las características más importantes de las superficies y que juega un papel muy importante en el rendimiento de las uniones adhesivas es la energía superficial. En una unión entre un fluido y un sólido, las fuerzas adhesivas entre el líquido y el sólido provocan que el líquido se extienda por la superficie, mientras que las cohesivas del líquido hacen que éste se abulte y tienda a evitarla. Por lo que para asegurar una buena unión adhesiva es necesario asegurarse que las fuerzas de adhesión sean más fuertes que las de cohesión en la superficie. La técnica más común y sencilla de medir la energía superficial es mediante pruebas de humectación o humectabilidad. La humectación es la capacidad de un líquido para formar una interfaz con una superficie sólida y el grado de humectación se evalúa como el ángulo de contacto θ formado entre el líquido y la superficie del sustrato sólido. Esto está determinado tanto por la tensión superficial del líquido como por la naturaleza y la energía superficial del sustrato. Cuanto menor sea el ángulo de contacto y menor la tensión superficial del líquido, mayor será el grado de humectación (von Fraunhofer, 2012).

En una medición de ángulo de contacto, se coloca una gota de líquido sobre la superficie de un sólido. El líquido se elige para que no hinche la superficie del sólido ni reaccione con la superficie. Se supone que el sólido es

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

perfectamente liso y rígido. A menudo podemos encontrar líquidos que no interactúan químicamente con el sólido, pero es difícil encontrar sólidos perfectamente lisos. Además, las fuerzas que actúan en una interfaz no solo no son insignificantes, sino que en muchos casos pueden distorsionar la superficie a una distancia considerablemente alejada del área de contacto (Pocius, 2012).

En la Figura 2.9.1 se muestra un diagrama de la medición del ángulo de gota θ . El líquido es colocado en la superficie de modo que los efectos de la gravedad para aplanar la gota sean insignificantes. El tamaño de gota suele ser pequeño (decenas de μL). El instrumento dispensador se mantiene muy cerca de la superficie y la gota de líquido se "coloca" en la superficie en lugar de "dejarle caer". La gota debe equilibrarse con la superficie. La medición generalmente se realiza con un goniómetro, que no es más que un transportador montado dentro de un telescopio. La mesa sobre la que descansa el sólido debe nivelarse con precisión y ese nivel se usa como la línea de base del transportador. Se realizan varias mediciones en varias gotas que se colocan en varias ubicaciones en la superficie. Se puede obtener una precisión de $\pm 1^\circ$ con una medición cuidadosa.

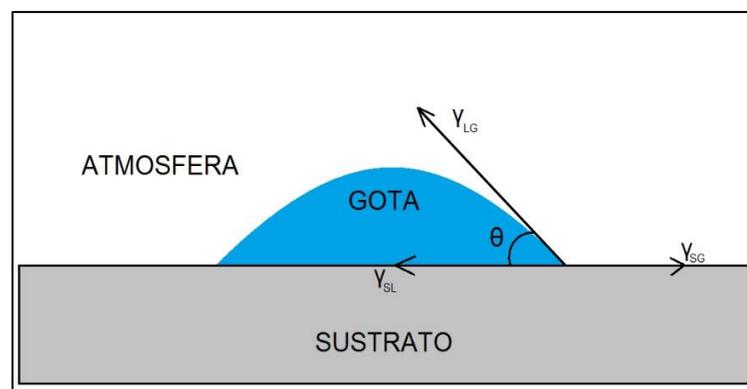


Figura 2.9.1. Medición del ángulo de gota (Humectabilidad).

La importancia de la medición del ángulo de contacto fue establecida por el análisis originalmente realizado por Young el cual determinó el ángulo de gota como función de las tensiones superficiales de las interfases de los medios que intervienen en el fenómeno (Pocius, 2012). Esta relación está dada en la ecuación 2.9.1

$$\gamma_{LG} \cos \theta = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} \quad \text{Ecuación 2.9.1}$$

Donde, θ es el ángulo de contacto, γ_{SL} es la tensión interfacial entre el sustrato sólido y la gota en estado líquido, γ_{SG} es la tensión interfacial entre el sustrato sólido y la atmosfera en estado gaseoso y γ_{LG} es la tensión entre la gota y la atmosfera.

2.9.2. Prueba de Dinas

Las pruebas de Dinas o de tinta son análisis bastantes sencillos que determinan de manera cuantitativa la tensión superficial. El proceso de medida consiste en depositar una cantidad de tinta de test con cierto valor de tensión superficial desde el frasco directamente sobre la superficie del material a verificar, mediante pincel, pipeta o bastoncillo de algodón. Esperando unos segundos, el aspecto de la tinta de test depositada indicará si hemos acertado en el valor de tensión superficial (dado por el frasco de tinta que se esté utilizando) si es que se queda estable en sus bordes y no forma gotas individuales o hemos de repetir la prueba con una tinta de test de más o menos tensión superficial si esta se desestabiliza. Como se puede observar en la Figura 2.9.2, la prueba de Dinas puede ser útil cuando se requieren pruebas

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

no destructivas y rápidas para medir la tensión superficial de un material (Plasmatreat GmbH, 2018).



Figura 2.9.2. Prueba de Dinas o Tinta (Plasmatreat GmbH, 2018)

2.9.3. Rugosidad

Como ya se ha visto, la adhesión micromecánica es el proceso en el cual el adhesivo se aloja en los poros del sustrato y estos sirven como un ancla mecánica que ayuda a mejorar la adhesión, por esta razón es importante la medición de la rugosidad de las superficies, además este parámetro es un indicador de limpieza superficial.

Existen dos tipos de irregularidades o rugosidades dentro de las superficies: a) Las irregularidades mayores (macro geométricas) que son errores de forma, asociados con la variación en tamaño de una pieza, paralelismo entre superficies y planicidad de una superficie o conicidad, redondez y cilindridad, y que pueden medirse con instrumentos

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

convencionales, y b) las irregularidades menores (micro geométricas) que son la ondulación y la rugosidad.

La primera pueden ocasionarla la flexión de la pieza durante el maquinado, falta de homogeneidad del material, libración de esfuerzos residuales, deformaciones por tratamiento térmico, vibraciones; la segunda la provoca el elemento utilizado para realizar el maquinado, por ejemplo, la herramienta de corte o la piedra de rectificado.

Así, el perfil de rugosidad es definido como el máximo promedio de profundidad entre picos y valles causado por el impacto de las partículas abrasivas sobre la superficie. La importancia de este parámetro radica en que incrementa el área en la que el adhesivo se puede adherir, proporciona un soporte mecánico, resultando en una buena adhesión. Como regla general, los recubrimientos de película gruesa requerirán una rugosidad mayor que las películas de pintura más delgadas.

Los equipos para medición de rugosidad lucen como es mostrado en la figura 2.9.3, aunque también existen de tipo portátil. Sobre una base se coloca un dispositivo de nivelación/sujeción/alineación sobre el que se coloca la pieza a medir, un palpador con una punta cónica con un radio esférico muy pequeño recorre una pequeña distancia sobre la superficie a la que se desea medir la rugosidad, el palpador es movido por el dispositivo de alimentación que está montado sobre una columna.

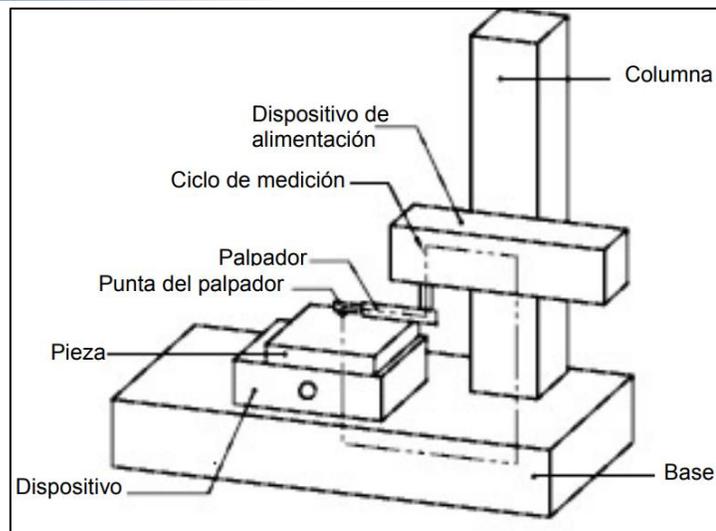


Figura 2.9.3. Esquema general de un palpador (Mitutoyo México, 2010).

2.9.4. Revelado de grano

La estructura cristalina es un concepto teórico que permite comprender como están formados los materiales. A partir del concepto de estructura cristalina es posible explicar muchas de las propiedades que exhiben los materiales, sean estos cristalinos o amorfos. El plantear que un material clasificado como cristalino posee estructura cristalina es una idealización que no siempre se cumple en los materiales reales. La forma como están colocados los átomos en un material real normalmente difiere de la posición ideal que se espera a partir de la estructura cristalina.

Todos los materiales cristalinos están formados por granos (cristales) los cuales, están unidos entre sí por enlaces químicos aleatorios, sin embargo, los granos están adheridos entre si únicamente por interferencia física de forma parecida a como se unen las piezas de un rompecabezas. Cada grano

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

presenta una interfase o superficie. Esta interfase queda definida por los enlaces químicos incompletos de los átomos que la forman.

Si la superficie del material es pulida y se ataca con un agente químico adecuado, los átomos de la superficie de los granos (los cuales son reactivos a causa de su enlace incompleto) reaccionan con el químico formando compuestos que se observan de color diferente al del resto del material al usar un microscopio. Así las fronteras de los granos y los granos en si pueden estudiarse (Universidad Centroamericana, 2018).

La continua búsqueda de mejorar la calidad de aleaciones ha llevado a la optimización de las técnicas metalográficas. Este es el caso de la metalografía a color, nos permite obtener datos e información microestructurales, las cuales no podríamos observar con la metalografía tradicional (Reigoza , 2017).

La técnica más sencilla de revelado de grano es el ataque por inmersión. Su uso comenzó a extenderse a raíz del desarrollo de reactivos por investigadores como Klemm y Beraha (ASM International & Klemm, 1952). Posteriormente, fueron desarrollados por Benschoter, Kilpatrick y Marder. Weck desarrolló numerosos reactivos de ataque para metalografía en color de aleaciones de titanio y aluminio, que permitieron revelar al microscopio óptico características microestructurales, tales como la segregación dendrítica en el aluminio, los precipitados intermetálicos en la región interdendrítica, la estructura granular entre el metal de base y la soldadura o algún adhesivo (Suárez, Asensio, & Vander, 2010).

2.9.5. Pruebas electroquímicas (Polarización)

La polarización química es el estudio de las superficies por medio de reacciones electroquímicas en la superficie, esto es haciendo pasar una corriente en una celda electrolítica la cual experimenta un sobrepotencial, lo cual tiene como consecuencia un cambio de potencial en las especies químicas y en la superficie. Esta técnica está basada en la determinación de la corriente de corrosión (i_{corr}).

La importancia de la polarización es que es posible determinar los óxidos y productos de corrosión además de cuantificarlos mediante las leyes de Faraday, esto es un punto importante para la caracterización superficial previa a la unión adhesiva ya que los óxidos débilmente unidos al sustrato interfieren de manera importante con el adhesivo.

La representación gráfica del sobrevoltaje en función de la intensidad de corrientes que atraviesa el electrodo se denomina curva de polarización. Las curvas de polarización muestran la interdependencia entre el potencial de electrodo y la intensidad de corriente (relaciones i vs. E). Las curvas de polarización pueden determinarse aplicando una corriente constante y midiendo el potencial, repitiendo este procedimiento para diversos valores de corriente y midiendo en cada caso el nuevo potencial alcanzado.

La aplicación de técnicas de polarización, tales como la polarización potencioestática y la potencio dinámica ha sido muy exitosa en la evaluación de la velocidad de corrosión y también en el estudio de los fenómenos involucrados en la reacción de corrosión. Este éxito parece lógico si se

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

considera que los procesos involucrados son de naturaleza electroquímica (Stern & Geary, 1957).

Las curvas de polarización nos permiten determinar si un metal es susceptible a la corrosión uniforme, también llamada pasivación. Si polarizamos un electrodo primero en sentido anódico y luego en sentido catódico podemos obtener pares de valores de corriente potencial. Si en el eje de las abscisas se grafica el valor absoluto de la corriente y en el de las ordenadas el valor del potencial E obtendremos el diagrama de Evans (ver Figura 2.9.4).

Si el comportamiento de sobrepotencial es pequeño suele presentar una relación lineal entre el sobrepotencial y el logaritmo de la corriente como se observa en la zona 1. En la zona 1-2 se dice que el metal se disuelve en forma activa.

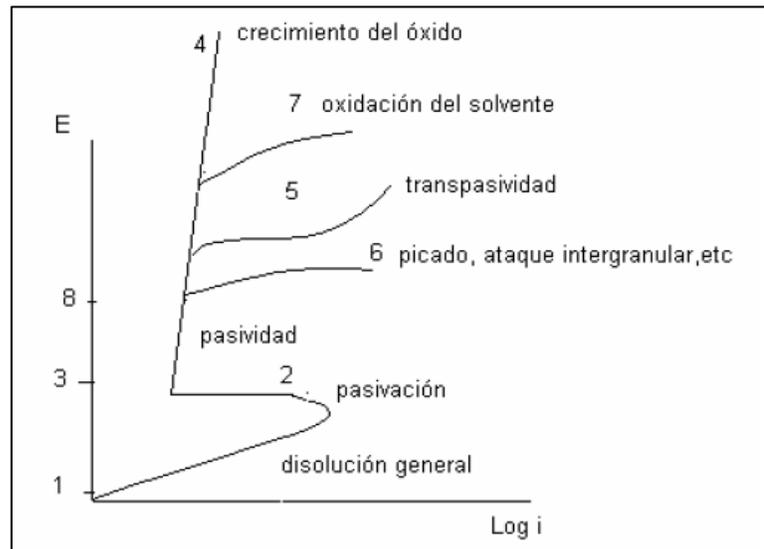


Figura 2.9.4. Formas de la curva de polarización (Alvarado, 2006).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En la zona 2-3 de la Figura 2.9.4 se observa lo que es una zona de pasividad, es decir, sobre el metal se forma una película muy delgada de óxido que dificulta su disolución. Si la película pasivante presenta propiedades aislantes, al aumentar el potencial, el óxido pasivante aumentara su espesor sin que se observe un aumento significativo de la corriente, tal y como se observa en la zona 3-4.

Cuando la película pasivante está formada por elementos que tienen la facilidad de oxidarse a una valencia mayor y generar productos solubles, ocurre un fenómeno conocido como transpasividad. El cual se puede observar en el segmento 5 de la Figura 2.9.4. Formas de la curva de polarización (Alvarado, 2006).Figura 2.9.4.

Por otro lado, se puede observar en la curva 6 que la película pasivante pierde estabilidad y se separa del sustrato en un fenómeno de corrosión denominado como picado. Figura 2.9.4 puede presentarse si el óxido pasivante es un buen conductor de electrones. Una vez alcanzado el potencial de desprendimiento de O^2 , la solución comenzará a descomponerse debido al O_2 liberado y presentará un aumento en la corriente de corrosión.

2.9.6. Micrografía de dobla haz (FIB - cross section)

El FIB (del inglés *focused ion beam*) es el tratamiento de las superficies mediante la incidencia de un haz de iones de galio (Ga) sobre la muestra la cual se usa para el fresado, abrasión y pulido de secciones superficiales específicas.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Un instrumento de haz de iones focalizados (FIB por sus siglas en inglés) utiliza un haz de iones enfocado finamente para modificar la superficie de las muestras. La FIB se usa principalmente para crear secciones transversales específicas (FIB - cross section) de lugares con mucha precisión (inferior a 100 nm) de una muestra para obtener imágenes posteriormente mediante SEM, STEM o TEM. Además, FIB se puede utilizar para obtener imágenes de una muestra directamente, detectando electrones secundarios emitidos (NanoPhysics B.V., 2018; NanoPhysics B.V., 2018).

Tradicionalmente, una sección transversal en un FIB se logra orientando la superficie de la muestra perpendicular al haz de iones, luego la muestra es orientada hacia un haz de electrones con el cual se realiza el análisis de la superficie tratada con FIB mediante SEM o TEM o STEM. Como se muestra en la Figura 2.9.5.

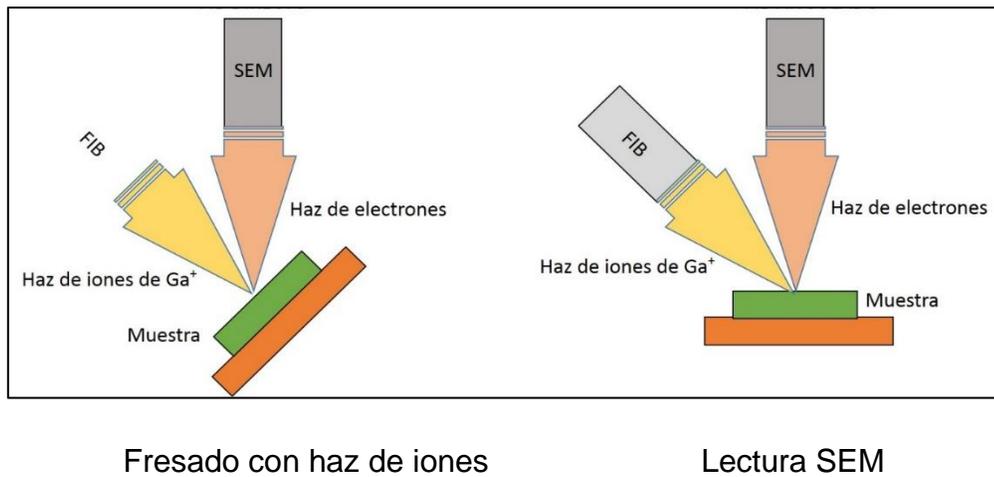


Figura 2.9.5. FIB - Cross section

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Como se muestra en la Figura 2.9.6. El material se excava en rectángulos secuencialmente más profundos. La cara de la sección transversal está ubicada en la pared posterior profunda del área excavada. Un pulido final, hecho con el haz de iones paralelo a la superficie de la sección transversal, limpia la pared de la sección transversal.

La obtención de imágenes de la sección transversal se realiza con un haz de electrones de 38° con respecto a la superficie pulida (Hamilton & Tan, 2014).

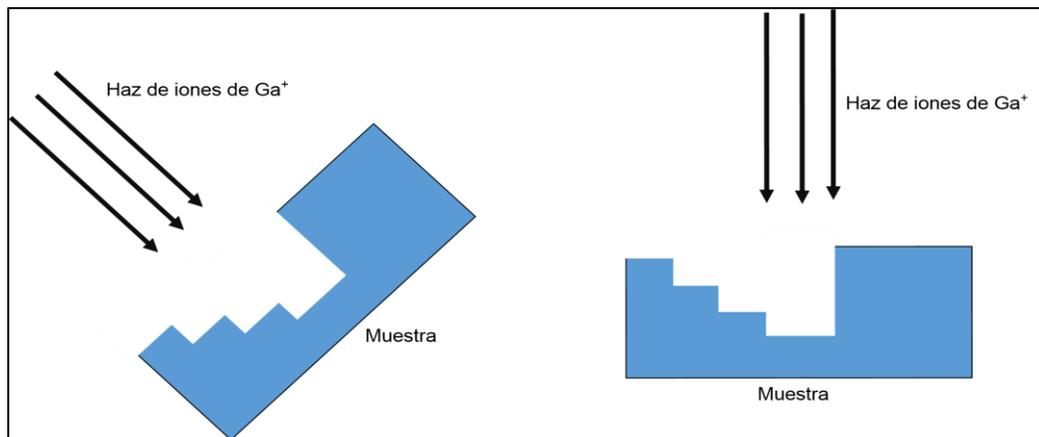


Figura 2.9.6. Fresado y pulido mediante FIB.

2.9.7. Otras pruebas analíticas de caracterización superficial

Para obtener más información acerca de la estructura cristalina y composición superficial, entre otros parámetros se usan técnicas más sofisticadas haciendo uso de equipos con mayor grado de precisión sin embargo esto incrementa el costo de cada análisis por muestra analizada.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Entre los análisis de superficie más comúnmente usados en la investigación científica están el SEM, FTIR, XRF, XRD, entre otros.

Microscopía electrónica de barrido (Scanning Electron Microscope, SEM). Es una técnica de microscopía electrónica capaz de producir imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra utilizando las interacciones electrón-materia. La microscopía electrónica de barrido es una técnica que sirve para analizar la morfología de materiales sólidos de todo tipo (metales, cerámicos, polímeros, biológicos, etc.).

Espectroscopía de Dispersión de Energía (Energy-Dispersive X-ray spectroscopy, EDS). Es una técnica incluida en los equipos SEM, sirve para hacer análisis elemental. Con esta técnica se pueden detectar todos los elementos químicos con número atómico mayor a 4 de manera cualitativa y semicuantitativa.

Difracción de Rayos X (X ray diffraction, XRD). Esta es una técnica que permite estudiar la estructura cristalina de una muestra mediante la interacción rayos X y los átomos en la muestra, los cuales, difractan la radiación incidente en ángulos característicos de la estructura del material.

Fluorescencia de rayos X (X ray fluorescence, XRF). Mediante esta técnica es posible obtener una medición acerca del espesor de ciertos recubrimientos superficiales, esto se logra por medio de la exposición de la muestra a un pulso de electrones o de rayos X, lo que causa la remoción de un electrón de un estado energético bajo y la formación de un ion. El ion puede regresar a su estado basal cuando un electrón de los niveles energéticos más

altos cae hacia la vacancia dejada por el electrón eyectado, en este proceso se emiten rayos X de una longitud de onda específica del átomo del cual se emite.

Microscopía electrónica Auger (Auger electron spectroscopy, AES). Este tiempo de microscopía electrónica sirve para determinar la composición de la superficie y mediante ella es posible hacer también un perfilado profundo en la superficie, útil para determinar la composición de superficies compuestas por capas de distintas sustancias. Esta técnica hace uso del efecto Auger para el análisis.

Por último, se tienen algunos análisis para determinar también la composición de la superficie como lo son la espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (Fourier Transform-infrared spectroscopy, FTIR) y la espectroscopía de masas (Secondary mass ion spectroscopy, SIMS) que mediante la resonancia de rayos x y la medición de pesos moleculares respectivamente hacen la determinación y caracterización de la composición de las superficies.

2.10. Tecnología plasma

La palabra plasma es usada para describir una amplia variedad de sustancias macroscópicamente neutrales que contienen interactuando muchos electrones, iones o moléculas libres las cuales muestran un comportamiento colectivo debido a las fuerzas de Coulomb de largo alcance.

La palabra plasma viene del griego “πλάσμα” y significa formación, materia modelable. Fue aplicada por primera vez por Tonks y Langmuir en

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

1929 para describir la región interna alejada de los límites, de un gas ionizado brillante producido por descarga eléctrica en un tubo, tomando en cuenta el gas ionizado como un todo que permanece eléctricamente neutral.

Como se observa en la Figura 2.10.1 los plasmas están compuestos de mezclas de iones cargados y electrones, así como partículas neutras. Estos son afectados tanto por campos eléctricos como campos magnéticos los cuales pueden ser usados para modificar sus propiedades. La temperatura de los plasmas puede llegar a ser bastante alta. El estado energético, la composición y las interacciones entre partículas es lo que diferencia al plasma de los gases.

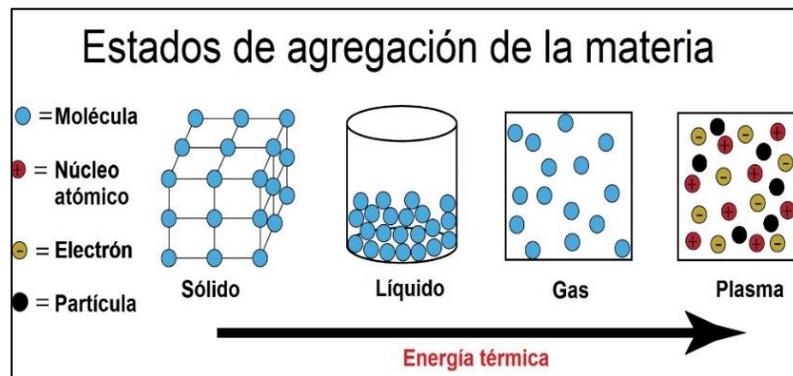


Figura 2.10.1. Estados de agregación de la materia.

El plasma tiene características propias que no se dan en los sólidos, líquidos o gases, por lo que es considerado otro estado de agregación de la materia. Como el gas, el plasma no tiene una forma o volumen definido, a no ser que esté encerrado en un contenedor; pero a diferencia del gas en el que no existen efectos colectivos importantes, el plasma bajo la influencia de un

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

campo magnético puede formar estructuras como filamentos, rayos y capas dobles (Chen, 2016).

En la Figura 2.10.2 se observa un esquema de la operación de un equipo plasma que emite un tipo de plasma sin potencial eléctrico, aunque la generación de plasma varía de un equipo a otro y depende en gran medida del tipo de plasma que se esté generando, el principio de generación de dicho plasma es muy similar.

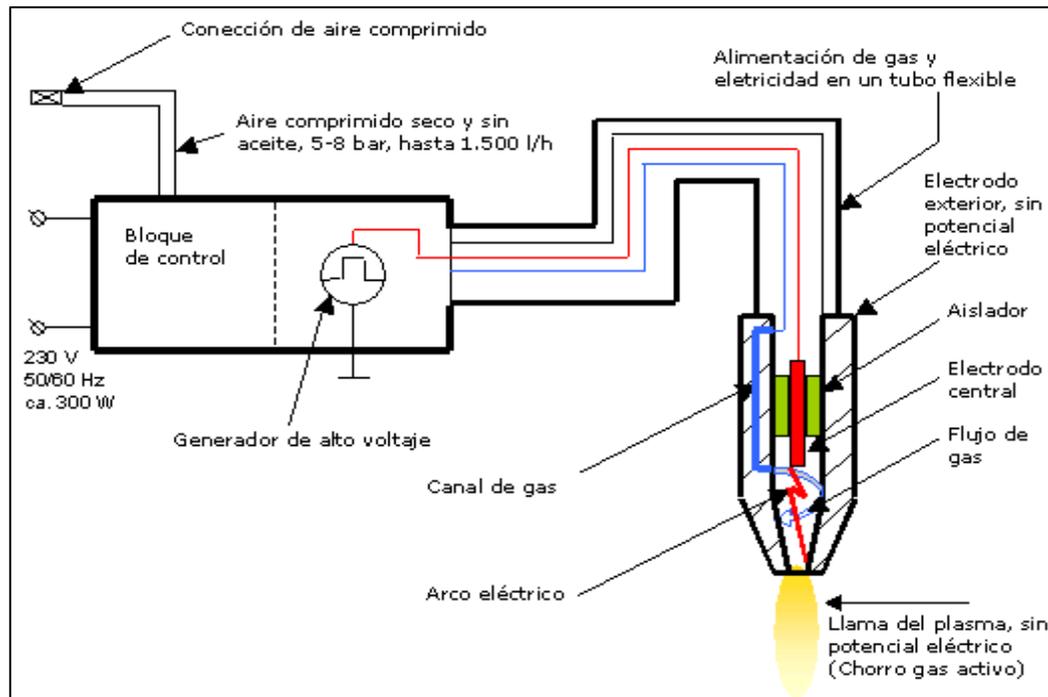


Figura 2.10.2. Esquema de un generador de plasma (D. E. GmbH, 2018)

2.10.1. Clasificación y tipos de plasma

Como se mencionó en la sección anterior, los plasmas son descritos por muchas características tales como la temperatura y grado de ionización cuya magnitud, y las aproximaciones del modelo que los describe, da lugar a plasmas que pueden clasificarse de diferentes maneras. Aquí, brevemente examinamos las características de algunos de estos diferentes tipos de plasma (Shah, 2018).

La clasificación más usada es la que está basada en las temperaturas relativas de los electrones, iones y partículas neutras. Dependiendo de esta característica, los plasmas son clasificados en cuatro grandes rubros: calientes, tibios, fríos (no-térmicos) y ultra-fríos. Los plasmas térmicos tienen electrones y partículas pesadas a la misma temperatura. Esto es que están en equilibrio térmico unas con otras. Los plasmas no térmicos, por otro lado, tienen iones y partículas neutras a una temperatura mucho más baja (a veces, incluso, a temperatura ambiente), mientras que los electrones están a una temperatura mucho más alta que las partículas neutras. Por otro lado, las características de los plasmas tibios se ubican entre las de los plasmas calientes y fríos. Por último, el plasma ultra frío, posee un grado extremo de ionización (Shah, 2018).

Plasma Caliente

En una descarga de gas a alta presión, la colisión entre los electrones y las moléculas de gas ocurre con frecuencia. Esto causa el equilibrio térmico entre los electrones y las moléculas de gas. Así que se tiene $T_{\text{electrón}} \sim T_{\text{gas}}$.

Este tipo de plasma se llama plasma caliente. El plasma caliente está casi totalmente ionizado y se aproxima a un estado de equilibrio termodinámico local (LTE). El plasma caliente también se llama plasma térmico, pero en la literatura rusa, plasma a baja temperatura para distinguirlo de un plasma de fusión termonuclear. Tales plasmas pueden ser producidos por arcos atmosféricos, chispas y flamas.

Plasma tibio

Históricamente, el plasma tibio tiene un camino entre el plasma caliente y el frío. Aprovecha el hecho de que algunos parámetros adimensionales que ocurren en los modelos de plasma caliente son $\ll 1$ en la mayoría de los casos. Esto quiere decir que los modelos matemáticos que describen el comportamiento eléctrico, flujo y grado de ionización son resueltos de manera coherente usando los modelos del plasma tibio. Estas suposiciones están basadas en el hecho de la gran brecha de las características entre un plasma frío y uno caliente.

Plasma frío

El plasma frío (también llamado plasma no térmico) es uno en el que se puede ignorar el movimiento térmico de los iones. En consecuencia, no hay fuerza de presión, la fuerza magnética puede ignorarse, y solo se considera que la fuerza eléctrica actúa sobre las partículas. Los ejemplos de plasmas fríos incluyen la ionosfera terrestre (alrededor de 1000 K) y la descarga de flujo en un tubo fluorescente. En la descarga de gas a baja presión, la tasa de colisión entre los electrones y las moléculas de gas no es lo suficientemente

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

frecuente como para que exista un equilibrio térmico entre la energía de los electrones y las moléculas de gas. Entonces, las partículas de alta energía están compuestas principalmente de electrones mientras que la energía de las moléculas de gas está alrededor de la temperatura ambiente. Tenemos $T_{\text{electrón}} \gg T_{\text{iones}} \gg T_{\text{gas}}$, Este tipo de plasma se llama plasma frío. En plasma frío, el grado de ionización es inferior a 10^{-4} .

Plasma ultrafrío

Un plasma ultrafrío es uno que se produce a temperaturas tan bajas como 1 K y puede formarse por fotoionización de átomos refrigerados por láser. Los plasmas ultrafríos tienden a ser bastante delicados, los experimentos se llevan a cabo en el vacío.

Sin embargo, existen otras clasificaciones de los plasmas de acuerdo a sus diferentes propiedades y características. En la Tabla 2.10.1 se muestran las clasificaciones más usadas de los plasmas y las características que toman en cuenta.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 2.10.1. Clasificación y tipos de plasma (Shah, 2018).

Característica	Clasificación
Energía del electrón	Plasmas calientes
	Plasmas fríos
	Plasmas tibios
	Plasmas ultrafríos
	Grado mínimo requerido para exhibir comportamiento de plasma
	Plasma completamente ionizado
	Plasma parcialmente ionizado (gas débilmente ionizado)
Interacciones internas	Plasma colisional
	Plasma no colisional
Carga eléctrica	Plasma Neutro
	Plasma no neutro (cargado)
Densidad del plasma	Plasma de alta densidad
	Plasma de mediana densidad
	Plasma de baja densidad
	Plasma magnético
	Plasma no magnético
Complejidad del plasma	Plasma de polvo
	Plasmas coloidales
	Plasma pasivo
	Plasma activo
Propiedades intrínsecas del plasma	Plasma ideal
	Plasma no ideal
	DC discharge
	pulsed DC
	RF discharge
	Microwave discharge

2.10.2. Usos del plasma en la industria

Las aplicaciones industriales de plasma se pueden agrupar en tres áreas amplias y algo superpuestas. Estas son:

1. Plasma de procesamiento, que abarca aplicaciones en las que se usan plasmas o haces de partículas cargadas o neutras para alterar un material existente. Ejemplos de esto son: el grabado con plasma, molienda iónica, implantación de iones o modificación de superficie, limpieza y activación superficial, endurecimiento o nitruración de plasma (Shohet, 2009)
2. Plasma de síntesis. Es la que se refiere a aplicaciones en las que los plasmas se utilizan para impulsar o ayudar a las reacciones químicas a sintetizar compuestos, aleaciones, polímeros u otras especies complejas a partir de materiales de partida más simples como materiales orgánicos, nanopartículas y nano polvos (Iza *et al.*, 2014; Vollath, 2008; Kortshagen *et al.*, 2016). Esto también podría incluir los procesos inversos de la descomposición del plasma (Shohet, 2009).
3. Plasma para electrónica. Que incluye aplicaciones en las que las propiedades únicas de los plasmas se utilizan directamente en dispositivos, como fusores de arco, fuentes de microondas, pantallas de plasma, soldadores, instrumentación analítica, lámparas de arco o tubos láser (Shohet, 2009).

La siguiente breve descripción de las aplicaciones industriales del procesamiento y la tecnología del plasma muestra cuán extendido está el impacto de la tecnología del plasma.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Polimerización por plasma. Al ionizar un gas monómero, se pueden hacer ciertos tipos de polímeros que se pueden depositar como revestimientos sobre diversos materiales. Varios productos farmacéuticos y otros productos químicos "exóticos" solo pueden fabricarse con este proceso, que a menudo es el resultado de la combinación de la generación de iones y radicales libres por parte del plasma. Además, los plasmas pueden activar, entrecruzar o modificar la estructura de los polímeros, produciendo superficies antiadherentes, antiincrustantes o resistentes a bacterias (Inagaki, 1996; Shohet, 2009)

Deposición de vapor químico asistido por plasma (Chemical vapor deposition, CVD). Aquí, los plasmas se pueden utilizar para proporcionar un mecanismo para depositar con éxito varios productos químicos en las superficies (d'Agostino, 1990; Inagaki, 1996; Shohet, 2009).

Deposición superficial. En este caso, los plasmas se utilizan para pulverizar partículas desde un electrodo objetivo, que luego se depositan en un material particular (Inagaki, 1996; Shohet, 2009).

Grabado con plasma. Las principales aplicaciones de este trabajo son en la industria de semiconductores y para la fabricación de sistemas micro electromecánicos (MEMS). El grabado de plasma combinado con campos eléctricos o magnéticos o haces de iones, ofrece una mejora dramática en el proceso de grabado de circuitos integrados con líneas de menos de 1 μm de separación. (d'Agostino, 1990; Shohet, 2009)

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Fresado iónico. Los haces de iones se pueden usar para cortar o fresar regiones estrechas de materiales con gran precisión (Shohet, 2009; Harry, 2010; Kawai, 2010)).

Modificación superficial. Los plasmas se pueden usar para modificar las propiedades de los materiales interactuando en la superficie de esos materiales de varias maneras. Por ejemplo, el acero para herramientas se puede endurecer considerablemente sometiendo las herramientas a un plasma de nitrógeno (Shohet, 2009; Harry, 2010; Jafari *et al.*, 2012)

Soldadura. El uso de plasmas en soldadura, especialmente en soldadura por arco, se conoce desde hace tiempo. Sin embargo, muchos problemas continúan existiendo con la soldadura, y gran parte de esto se debe a la falta de comprensión de la composición del plasma, la temperatura y la densidad del plasma (Shohet, 2009; Harry, 2010; Kawai, 2010)

Mecanizado por descarga. En este proceso, los plasmas se utilizan para proporcionar una superficie de corte entre un alambre delgado y el trabajo que se va a cortar, por lo general al pasar un arco entre ellos a través del agua (Shohet, 2009; Kawai, 2010)

Spray de plasma Este es un proceso de recubrimiento que pulveriza partículas pesadas (aglomeraciones) desde el cátodo de un sistema de arco y luego dirige la pulverización de estas partículas a una superficie para el recubrimiento. Tiene aplicaciones donde se requieren revestimientos gruesos (Shohet, 2009; d'Agostino, 1990)

2.10.3. Tratamiento con plasma antes de la unión adhesiva

El tratamiento con plasma utiliza un plasma de vacío controlado para alterar la superficie de un material con el fin de mejorar la unión, impresión, pintura, revestimiento o humectabilidad. El proceso se realiza en una cámara de plasma bajo presión de vacío. Se usa comúnmente en la fabricación de dispositivos electrónicos, dispositivos médicos, textiles, plásticos, cauchos y más. Casi cualquier material seco puede tratarse en una cámara de plasma.

El bombardeo con partículas energéticas antes y durante las etapas iniciales de la deposición de la película de adhesivo puede mejorar la adhesión al eliminar capas contaminantes, cambiar la química de la superficie, generar rugosidad microscópica superficial, aumentar la densidad de nucleación formando sitios de nucleación (defectos, implantar especies atómicas), aumentar la movilidad de la superficie de los átomos y crear defectos de red. La introducción de energía térmica directamente en la región de superficie promueve la reacción y la difusión. Estos efectos también mejorarán la cobertura de la superficie y, por lo tanto, disminuirán el número de vacíos interfaciales que resultan en fracturas y mala adhesión. La adhesión de la película puede degradarse por la difusión y precipitación de especies gaseosas en la interfaz. La adhesión también puede degradarse por la tensión residual de la película debido a las diferencias en el coeficiente de expansión térmica de la película y el material del sustrato en el procesamiento a alta temperatura o las tensiones residuales de crecimiento de la película desarrolladas en el procesamiento a baja temperatura (Mattox, 1990).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

La literatura sobre el tratamiento con plasma para mejorar la adhesión muestra que aparentemente todas las combinaciones de gases y tratamientos se han evaluado para todos los polímeros comunes. (Thomas & Mittal, 2013).

La Tabla 7.4 presenta una lista muy breve de las resistencias adhesivas obtenidas con el tratamiento con plasma de polímeros mediante una variedad de métodos. En la Tabla 7.4, mostramos el efecto del plasma de oxígeno en PE así como para PP. Además, se muestra el efecto de los tratamientos de plasma más exóticos, como los plasmas que contienen acetileno y tetrametilisina. En estos casos, el plasma deposita una capa de material de plasma polimerizado en la superficie, lo que resulta en una preparación de la superficie (Pocius, 2012).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 2.10.2. Tratamiento de polímeros con plasma (Pocius, 2012)

Plastic	Type of plasma	Plasma gas	Type of adhesive bond	Bond strength (MPa)
PE	None	None	Lap shear	0.16
PE	rf, capacitively coupled	Oxygen	Lap shear	1.6
PP	None	None	Lap shear	2.6
PP	rf, capacitively coupled	Oxygen	Lap shear	21.2
PC	None	None	Lap shear	2.8
PC	rf, capacitively coupled	Oxygen	Lap shear	6.4
PS		None	Lap shear	3.9
PS	rf, capacitively coupled	Helium	Lap shear	27.7
PET	None	None	Lap shear	4.3
PET	rf, capacitively coupled	Helium	Lap shear	8.4
RTV Silicon	None	None	Lap shear	0.077
RTV Silicon	rf	Argon	Lap shear	2.4

Como se ha visto anteriormente, un plasma es un gas excitado que consiste en átomos, moléculas, electrones libres y especies metaestables y, aunque el uso de plasmas para tratar sustratos poliméricos está bien establecido, se ha informado muy poco sobre el uso de plasmas en el tratamiento de vidrios, cerámicas y metales antes de la unión adhesiva (Pocius, 2012).

2.11. Tecnología láser

La palabra LASER es un acrónimo de “Amplificación de luz por la emisión estimulada de radiación” (del inglés “light amplification by stimulated emission of radiation”). Cada parte de esta frase tiene un significado especial, así que se debe desglosar palabra por palabra para entender el concepto fundamental de este tipo de tecnología empezando por el final (Nellist, 2008).

La radiación electromagnética es una forma de energía que viaja a la velocidad de la luz. Como se observa en la Figura 2.11.1, la radiación electromagnética se compone de muchas partes en las que se incluyen la luz visible, la luz infrarroja, ultravioleta, ondas de radio, microondas y rayos X. Tanto la luz visible como los otros partes del espectro electromagnético se comportan (en términos de física) como ondas y partículas (llamadas fotones).

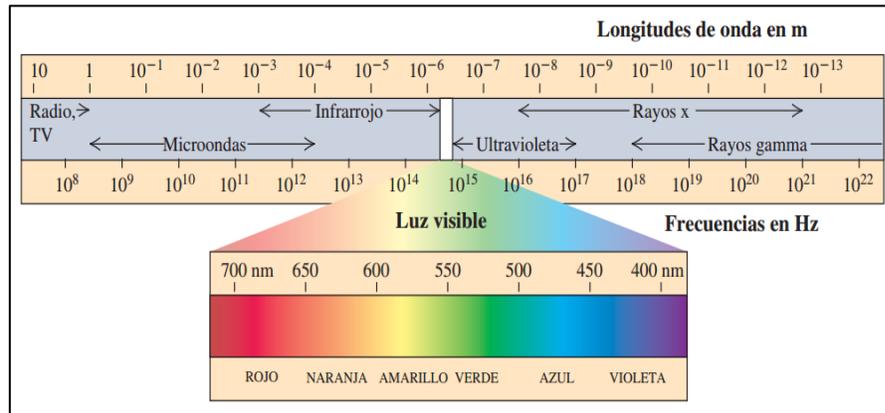


Figura 2.11.1. Espectro electromagnético (Fonrouge, 2016).

La frase emisión estimulada significa que la luz láser se produce en una manera especial. Ordinariamente, átomos o moléculas emiten

espontáneamente energía en forma de fotones cuando pasan de un estado de alta energía a un estado de energía más bajo (representado por orbitales atómicos). Por consiguiente, en ciertos casos, los átomos pueden ser estimulados para emitir energía extra como luz (Nellist, 2008).

La palabra amplificación significa aumentar la cantidad de luz emitida. En la emisión estimulada, un fotón de entrada estimula un átomo, el cual libera energía en forma de un segundo fotón idéntico al primero. El fotón estimulado, a su vez, puede estimular otros átomos para emitir más fotones idénticos, causando una mayor amplificación y por lo tanto produciendo más luz, sin embargo, eso no significa solo luz visible, sino también radiación electromagnética no visible como infrarroja o ultravioleta.

2.11.1. Principios de operación de un láser

Para entender cómo opera un láser es necesario entender primero lo que significa emisión estimulada. Cuando un fotón de una frecuencia específica interactúa con un átomo con un estado de excitación causando que pase de ese estado de alta energía a un estado energético más bajo el exceso de energía se libera en forma de fotones con características idénticas al del fotón incidente, a este fenómeno se le denomina emisión estimulada (ver Figura 2.11.2). Esto está en contraste con la emisión espontánea, que ocurre a intervalos aleatorios sin tener en cuenta el campo electromagnético ambiental (Nellist, 2008).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

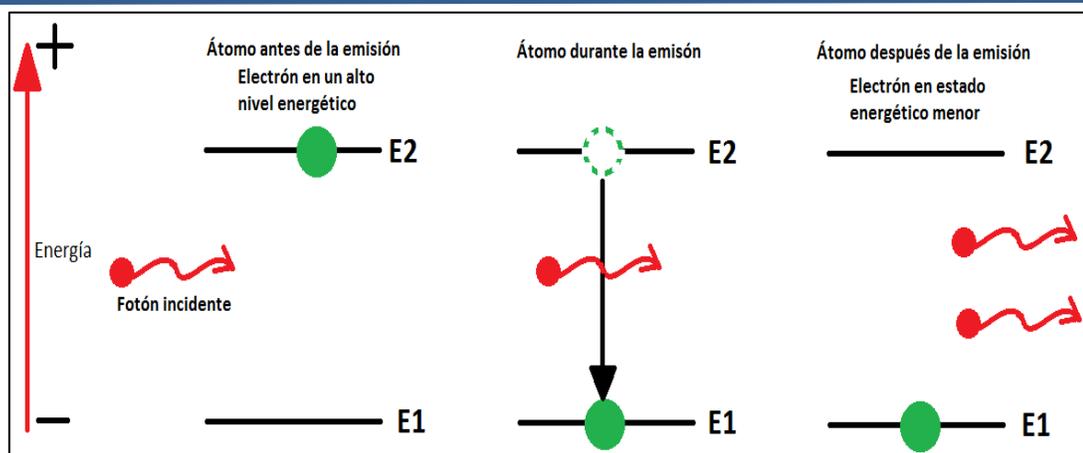


Figura 2.11.2. Fenómeno de emisión estimulada.

Básicamente, cada sistema láser tiene esencialmente un medio activo/de ganancia, colocado entre un par de espejos ópticamente paralelos y altamente reflectantes, uno de ellos transmitiendo parcialmente y una fuente de energía para bombear un medio activo (Singh, Zeng, Guo, & Cai, 2012). Más específicamente, el medio de ganancia es el material que posee los átomos que tienen la propiedad de amplificar la amplitud de la onda de luz que pasa a través de él mediante estimulación simulada. Estos átomos deben ser capaces de entrar en un estado de excitación y emitir fotones de una longitud de onda específica por lo que el medio activo o de ganancia determina el tipo de láser.

Para que los átomos del medio activo amplifiquen la luz, necesitan ser excitados por medio de energía en un proceso llamado bombeo. La energía se suministra típicamente como corriente eléctrica o como luz a una longitud de onda diferente. La luz de la bomba puede ser proporcionada por una lámpara de flash o por otro láser.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

El medio activo es colocado entre dos espejos, uno de ellos es completamente reflectante y el otro parcialmente reflectante de tal manera que la luz que oscila entre los espejos pasa cada vez a través del medio activo. Esto hace un efecto de cascada de amplificación de la luz incidente en el medio activo y después de alcanzar una amplificación considerable se emite a través del espejo transmisor. En la Figura 2.11.3 se muestra el esquema de funcionamiento de un láser.

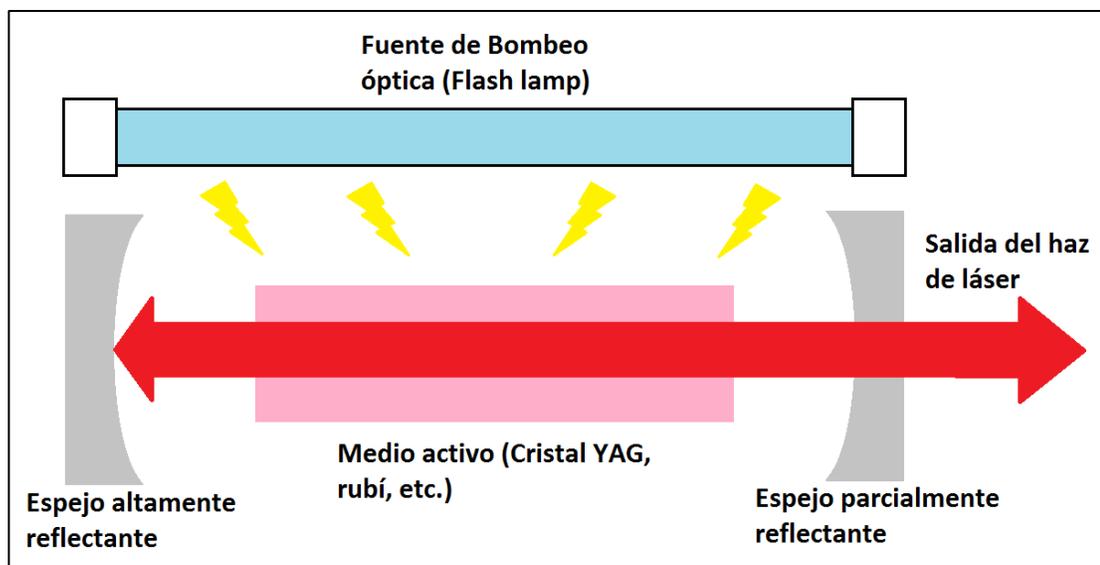


Figura 2.11.3. Funcionamiento de un láser YAG.

2.11.2. Tipos de tecnologías laser

Dependiendo de la naturaleza de los medios activos, los láseres se clasifican en tres categorías principales, a saber, sólido, líquido, gas. Científicos e investigadores han investigado una amplia variedad de materiales láser como medios activos en cada categoría desde 1958, cuando se observó acción láser en el cristal de rubí (Singh, Zeng, Guo, & Cai, 2012). Los

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

componentes de los elementos que varían según la clasificación del láser son la estructura, la longitud de onda de oscilación y la fuente de excitación.

Láseres de estado sólido: los más comunes son YAG e YVO_4 que usan cristales de YAG (granate de itrio y aluminio dopado con neodimio) e YVO_4 (ortovanadato de itrio dopado con neodimio) como medio activo de láser. La longitud de onda de oscilación de este tipo de láseres es de 1064 nm. Entre los laser de estado sólido se destacan dos tipos especiales de laser que están contruidos con tecnología diferente a los descritos anteriormente, estos son:

Láser de semiconductor: La mayoría de los láseres semiconductores tienen como medio activo un diodo, que se bombea con una corriente eléctrica en una región donde se encuentran un material semiconductor. Sin embargo, también hay láseres semiconductores bombeados ópticamente, donde los portadores son generados por la luz de una lámpara. Los materiales comunes para los láseres semiconductores son GaAs, AlGaAs, GaP, InGaP, GaN, InGaAs, GaInNAs, InP, GaInP (RP-Photonics, 2018).

Láser de fibra óptica: estos láseres se han comenzado a usar más ampliamente desde 2000. Como su nombre indica, utilizan fibras ópticas como su medio activo dopado con elementos de tierras raras como erbio, iterbio, neodimio, disprosio, praseodimio, tulio y holmio. Estos láseres tienen una longitud de onda de oscilación en un rango de 1000 a 1150 nm.

Láseres de gas: los láseres de CO_2 con una longitud de onda de oscilación de 10600nm son ampliamente utilizados, pero también existen láseres HeNe y de nitrógeno con una longitud de onda de oscilación de 633nm y 337nm,

respectivamente. Por otra parte los láser TEA (del inglés “atmósfera transversalmente excitada”) también llamados “excimer” (abreviación de “excited dimer”) laser” los cuales son fabricados de complejos excitados por ejemplo XeK, KrCl, KrF, XeF, cuyas longitudes de onda van de 126-351nm (Singh, Zeng, Guo, & Cai, 2012).

Láser en estado líquido o láser de colorante líquido: Los láseres líquidos son láseres bombeados ópticamente en los que el medio de ganancia es un líquido a temperatura ambiente. Estos láseres generan luz láser a partir de los estados de energía excitados de los colorantes orgánicos disueltos en solventes líquidos. Los colorantes orgánicos tales como DCM (4-diciano-etilen-2-metil-6-p-dimetilaminoestiril-4H-pirano), rodamina, estirilo, LDS, cumarina, estilbeno, etc. (Singh, Zeng, Guo, & Cai, 2012). La salida de luz abarca el espectro desde casi UV hasta casi IR, dependiendo del tinte utilizado (Higgins, 1995).

2.11.3. Usos y aplicaciones del láser

Los usos de la tecnología láser hoy en día abarcan un sinnúmero de aplicaciones en muchas ramas de la industria, la ciencia y la medicina. Dentro del sector industrial se usan especialmente para el marcaje e identificación del producto mediante códigos (de barra o QR), en todo tipo de sensores, limpieza de materiales por abrasión, maquinado de piezas, soldado selectivo de partes metálicas, también son usados para brindar acabados superficiales a los materiales por ejemplo el pulido, también son usados para depositar metales sobre ciertos tipos de sustratos (plásticos y cerámicas). También son usados en el proceso de fabricación de nanomateriales y microestructuras en un proceso llamado poli-litografía, el láser también es un medio eficaz para el

corte de piezas si la generación de grandes cantidades de residuos. En adición, los equipos láser son usados para la personalización de un producto por medio del marcaje de logotipos, nombres comerciales y dibujos sobre superficies metálicas, plásticas, etc. (Wolff, Stolberg, & Zühlke, 2009).

En el sector de la ciencia, la investigación y el desarrollo, el láser ha tenido importantes papeles en los campos de la astronomía, ya que es usado para calcular distancias entre planetas, la determinación de constantes atómicas, el movimiento browniano de los átomos, el calentamiento de especies químicas a muy altas temperaturas, son usadas para la detección de las condiciones meteorológicas, se usan también en cromatografía y en los análisis espectrofotométricos, están presentes también en la microscopia formando parte de los microscopios electrónicos de escaneo láser.

En el ámbito de las ciencias de la salud se pueden observar un amplio número de aplicaciones de la tecnología láser entre las cuales se encuentran el uso del láser en la cirugía ocular, el reemplazo del bisturí en la cirugía general y en la microcirugía, también se usa como herramienta en la odontología en la solidificación de resinas y decoloración de dientes, se usa también en la medicina cosmética para la remoción de tatuajes y para combatir las manchas epidérmicas (Walsh, 2003).

2.11.4. Características del láser

Los equipos láser pueden emitir ráfagas de fotones de alta intensidad en pulsos de muy corta duración en un haz altamente direccionado. Este haz puede interactuar con la superficie de una sustancia produciendo varios

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

efectos, dependiendo de los parámetros como la intensidad, la duración del pulso, la velocidad de escaneo y las propiedades de la superficie.

Las características más importantes de los laser son: sus pulso de luz son extremadamente intensos, la luz es extremadamente coherente, tiene una naturaleza extremadamente direccional y tiene rangos de frecuencia muy nítidas. Cada una de las características se describe abajo.

Intensidad: Esta propiedad del haz de laser es probablemente la mejor conocida y la más ampliamente usada hasta ahora. Para enfatizar su extrema intensidad, es necesario comparar el haz de láser con la de una fuente convencional de luz como un foco de filamento de tungsteno o el sol. Estos tipos de fuentes de luz emiten en su mayoría "luz blanca", esto significa, que emiten a todas las longitudes de onda del espectro visible. Estos tipos de fuentes de luz son llamados radiadores de cuerpo negro y la radiación puede ser caracterizada mediante la ley del cuerpo negro derivada por Max Planck en 1900. Esta ley describe, esencialmente, la cantidad de radiación de un haz de luz emitido por unidad de área en un intervalo de longitud de onda específica. El sol, en la longitud de onda del rojo, emite aproximadamente $0.7 \text{ W/ (cm}^2\text{Å)}$. Sin embargo, el láser de rubí puede emitir miles de watts por centímetro cuadrado en periodos ultracortos de tiempo en intervalos de longitud de onda de hasta 0.0001Å , es decir, el láser puede emitir $10\ 000\ 000 \text{ W/ (cm}^2\text{Å)}$, esto es 10^7 veces más intensidad (Stickley, 1963).

De manera práctica, el área hacia la cual se puede enfocar la radiación es proporcional al cuadrado de la longitud de onda usada. Por lo tanto, si uno tiene un rayo láser con una potencia máxima de un millón de watts y longitud de onda de 0.5'' , se puede enfocar a un tamaño de punto de $0,0001 \text{ cm}^2$, si

bien, se utiliza una lente de distancia focal de un centímetro, esto correspondería a una densidad de potencia de 10^{10} W/cm^2 . Esto no se puede lograr con ningún otro tipo de fuente de luz. Por lo tanto, es relativamente fácil perforar agujeros en diamantes y perforar agujeros en acero. El láser tiene la capacidad de perforar agujeros con diámetros no mucho mayores que $1/10,000 \text{ in.}$ Cosa que no es posible con tecnología convencional (Stickley, 1963).

Coherencia: La coherencia describe el grado en que la luz interfiere consigo misma. Teniendo en cuenta que la luz es una onda, se puede decir que cuanto más uniforme sea su fase, mayor será la coherencia de esta. Esto es similar a la manera en que las ondas que chocan sobre una superficie del agua hacen que se fortalezcan o anulen entre sí; entre más aleatoria sea una onda, más débil será su grado de interferencia. Debido a que la fase, longitud de onda y dirección de la luz láser es la misma, es posible mantener la onda fuerte y transmitir haces láser sobre una larga distancia sin que sufran difusión. Esto significa que con un lente se puede concentrar la luz en un punto pequeño. La luz emitida se puede transmitir a una ubicación diferente y utilizarse como una luz altamente densa (KEYENCE, Guía Técnica Láser, 2014).

Pureza de frecuencia: para ser absolutamente coherente, la radiación debe ser absolutamente pura en frecuencia. Por lo tanto, no es posible separar por completo estas dos características de la radiación, ya que en el límite de la coherencia perfecta o de la frecuencia más pura, una de estas implica la otra. Aunque varias frecuencias generalmente se generan en el disparo de un láser, individualmente son extremadamente estrechas entre ellas; esta casi nula diferencia se debe a que el medio activo interno del láser es una función de probabilidad de la frecuencia. Debido a esta propiedad, la onda que se

propaga a través del material con una de estas frecuencias más probables crecerá más rápido que las ondas en otras frecuencias; y a medida que pasa el tiempo, satura completamente las ondas con una frecuencia menos probable y las inhibe, por ejemplo, la impureza de frecuencia del láser de gas es solo tres partes en 10¹³ (Stickley, 1963).

Monocromaticidad: La luz natural incluye una variedad de longitudes de onda, que van desde los rayos ultravioleta a los infrarrojos. En comparación, el láser es un haz de luz con una única longitud de onda. A esta característica se le llama monocromaticidad. La ventaja de la monocromaticidad es el aumento en la flexibilidad de diseño óptico que ésta permite. El índice de refracción de la luz varía dependiendo de su longitud de onda, lo que genera el fenómeno de que la luz natural que atraviesa un lente se expanda en función de las longitudes de onda de cada luz en particular. A esto se le llama aberración cromática. Dado que un láser sólo presenta una única longitud de onda, sólo se refracta en una dirección. Por ejemplo, los lentes para cámara deben ser diseñados para corregir la distorsión causada por los colores, mientras que los lentes para láser no lo requieren. Esto hace posibles diseños precisos que permiten transmitir el rayo láser a través de grandes distancias y concentrar el mismo en un pequeño punto (KEYENCE, Guía Técnica Láser, 2014).

Direccionalidad: la naturaleza direccional de la radiación láser se debe tanto al mecanismo del láser como al paralelismo de las superficies planas en cada extremo de la barra del láser. La onda que se propaga en el cristal tiende a crecer más rápido en la dirección en que tiene la menor pérdida y esta es la dirección que es exactamente perpendicular a los dos espejos finales. Las ondas que se propagan en otro ángulo pronto 'se dispersan ' de las placas y

se pierden. En consecuencia, el haz de salida está extremadamente bien definido en la dirección con una dispersión no mayor a 0.0005° (Stickley, 1963).

2.12. Ablación de materiales mediante láser (Laser ablation)

Ya en los primeros días de los láseres, se había observado que la energía de la luz concentrada podía afectar considerablemente al material irradiado. El daño a los componentes ópticos se producía a causa de la evaporación y la eliminación del material de la superficie del material. De hecho, esa fue la primera manifestación de la ablación con láser, es decir, la eliminación de material de un objetivo tras el impacto del láser. Rápidamente, este efecto se explotó de una manera más controlada para procesar materiales, p. ej., en corte y taladrado en la industria del automóvil y campos relacionados. (Reif, 2009).

Las interacciones del láser con el material involucran el acoplamiento de energía óptica en un sólido, resultando en la vaporización, eyección de átomos, iones, especies moleculares y fragmentos, ondas de choque, iniciación y expansión de plasma, entre otros procesos. Se han desarrollado muchos modelos para describir estos procesos, pero cada uno pertenece solo a un componente separado de la interacción y solo se aplica en condiciones limitadas. No hay modelos que describan por completo los procesos involucrados en la ablación con láser (a menos que los astronautas o los generadores de energía de fusión hayan elaborado dichos modelos y están clasificados). La irradiación láser (densidad de potencia) y las propiedades termo-ópticas del material son parámetros críticos que influyen en estos

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

procesos. Se describen dos descripciones generales para la interacción láser-material durante la irradiación: vaporización y ablación (Russo, 1995).

En principio, toda descomposición o remoción de material de un objetivo sólido es la consecuencia de una energía incidente sobre el material, resultando en superar la energía de unión de las moléculas del sólido. Como se muestra en la Figura 2.12.1, este incremento de energía resulta en una transición de fase y ocasionalmente en una disolución del volumen calentado dado a las temperaturas que alcanza la superficie. En una escala microscópica, el incremento de la temperatura corresponde al incremento en la energía cinética atómica. (Reif, 2009)

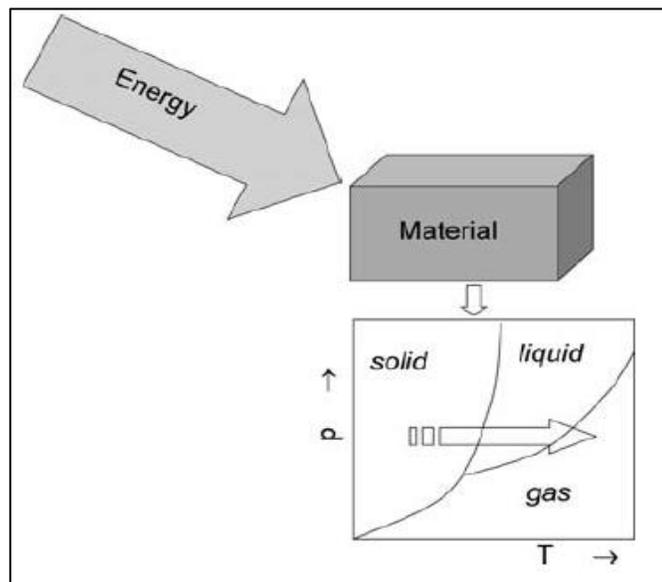


Figura 2.12.1. Efecto del pulso de energía en un sólido.

Vaporización. Cuando la duración del pulso del láser es del orden de microsegundos o más y la irradiación es menor que aproximadamente 10^6

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

W/cm² es probable que la vaporización sea un proceso dominante que influya en la eliminación del material de un objetivo. Las propiedades térmicas y ópticas de la muestra influyen en la cantidad de material eliminado durante el pulso del láser. Las propiedades ópticas (absorción y reflexión) determinan tanto la fracción de la potencia incidente que se absorbe como la profundidad de absorción óptica dentro de la muestra (Russo, 1995).

Ablación. Cuando se aplica irradiación más allá de 10⁹ W/cm² con pulsos del orden de nanosegundos y enfocados en cualquier material, se produce una explosión. El término "ablación con láser" se ha adoptado para describir esta interacción. Fenomenológicamente, la temperatura de la superficie es instantáneamente calentada más allá de su temperatura de vaporización a través de absorción lineal de un fotón, absorción de fotón múltiple, ruptura dieléctrica y mecanismos indefinidos adicionales. La temperatura de vaporización de la superficie se excede dentro de una fracción de la duración del pulso del láser; la disipación de energía a través de la vaporización desde la superficie es lenta en relación con la duración del pulso del láser. Antes de que la capa superficial pueda vaporizarse, el material subyacente alcanzará su temperatura de vaporización. La temperatura y la presión del material subyacente se elevan más allá de sus valores críticos, lo que hace que la superficie explote (Russo, 1995).

Hoy en día, la ablación con láser se utiliza en una amplia gama de tecnologías de alta calidad distintas al corte y la perforación, como, por ejemplo, procesamiento de superficie, deposición de película delgada mediante PLD o limpieza con láser, desde obleas de silicio hasta obras de arte. En medicina también, muchas aplicaciones se basan en la ablación con láser, p. en oftalmología (entre otros, corrección láser de ametropía), dermatología

(eliminación de tatuajes), cirugía, etc. Sin embargo, los efectos indeseables como la destrucción del tejido biológico irradiado con láser o el daño del láser a los componentes ópticos también resultan de la ablación con láser (Reif, 2009).

2.13. Caracterización de sistema Laser y su efecto en la ablación de superficies

La limpieza con láser es básicamente una ablación de una pequeña capa superficial del material, el láser golpea una fina capa superficial de átomos que se evaporan debido a la alta energía, esto sucede con los átomos del sustrato y cualquier impureza en el área de acción del láser. El láser elimina hasta 1 micra de profundidad de material en su área de acción, esto es especialmente útil en aplicaciones que requieren un tratamiento de limpieza sin utilizar productos químicos peligrosos que pueden interferir con los procesos posteriores y también para aplicaciones que requieren un grabado microscópico del material para los fines de adherencia debido al mismo tiempo que el láser elimina las capas de contaminación también es responsable de grabar el sustrato que mejora drásticamente la adhesión de otro material sobre él. En este proceso hay algunos factores clave que determinan la apariencia del material eliminado y la intensidad, profundidad y relleno de la ablación en la superficie.

A continuación, se muestran los factores clave más importantes y sus consecuencias en la ablación de superficie:

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

- Potencia del láser: es la intensidad de salida del haz de láser. Cuanto mayor es la intensidad, más grueso y profundo es el marcado, pero, si la intensidad es demasiado alta, la superficie se quemará o se deformará debido al calor.
- Velocidad de escaneo: es la velocidad con la que el láser pasa a través de la superficie. Cuanto mayor es la velocidad, menor tiempo de ablación. Si la velocidad es demasiado alta, la ablación puede resultar escasa y el tratamiento puede fallar debido a la energía insuficiente. Sin embargo, si es muy lenta, el tratamiento puede quemar la superficie debido al tiempo de ablación, o bien, hacer que el tiempo de procesamiento del sustrato se incremente bastante.
- Frecuencia de pulso: es la frecuencia de pulsos de salida de luz láser. Cuanto menor es la frecuencia, mayor es la energía del pulso que es adecuada para el tratamiento de objetos. Sin embargo, si la frecuencia es demasiado baja, habrá espacios vacíos y diferencias entre los pulsos, lo que reducirá la intensidad promedio del láser. En adición esta frecuencia en los fenómenos de vaporización y de ablación fueron discutidos anteriormente.
- Punto de haz variable: es el ajuste del punto focal. el desenfoque permite una ablación con menos daño en la superficie; sin embargo, el exceso de desenfoque reduce la densidad de energía y conduce a una ablación delgada o un tratamiento defectuoso.
- Repetición: Establece el número de repeticiones de ablación o más específicamente, la cantidad de veces que el haz de láser pasa sobre la misma área. Cuantas más veces, la ablación más gruesa y el tratamiento más profundo; pero un mayor número de veces requiere un mayor tiempo de proceso y puede causar daños estructurales no deseados en la superficie.
- Intervalo de relleno: ajusta el intervalo de llenado de línea horizontal para códigos 2D y otros elementos de relleno, es decir, la

separación entre líneas de ablación. Cuanto más angosto es el intervalo, más grueso es el marcado y el tratamiento más profundo. Sin embargo, un intervalo más estrecho requiere un tiempo de proceso más largo y puede quemar la superficie.

Los factores antes descritos son los más importantes al momento de considerar la ablación de un material ya que debido a las propiedades físicas de cada material y al tipo de tratamiento superficial deseado se necesitará una combinación específica de parámetros. Sin embargo, existen otro tipo de parámetros menos conocidos, pero igualmente importantes a considerar dentro de los equipos láser, estos factores son mencionados a continuación.

- Velocidad de escaneo de la cámara: La velocidad del escaneo láser. Cuanto mayor sea la velocidad de barrido, menor será el tiempo de marcado. Si la velocidad de barrido es rápida, el escaneo láser se quedará sin funcionar o el escáner perforará la sincronización con la señal de control, lo que provoca una disminución de la calidad (Keyence, 2013).
- Longitud de aproximación del láser. La distancia usada para acercarse al primer segmento de línea a marcar. Cuanto más corto sea la longitud de aproximación, más corto será el tiempo de marcado. Cuanto más larga sea esta longitud, más estable será el escaneo láser, lo que lleva a una calidad mayor de marcado. Una longitud de aproximación corta no puede reducir el impulso del escáner, lo que disminuye la calidad al comienzo del marcador (Keyence, 2013).
- Velocidad de escaneo de aproximación. La velocidad de barrido para la longitud de aproximación. Cuanto más rápida sea la velocidad de barrido de aproximación, más corto será el tiempo de marcado. Una velocidad de barrido de aproximación rápida hace

que el escaneo láser sea inestable, lo que lleva a una menor calidad al comienzo del marcado (Keyence, 2013).

- Velocidad de escaneo en movimiento sin energía. La velocidad de barrido entre los segmentos de línea a marcar. Cuanto mayor sea la velocidad de barrido en traslado sin potencia, menor será el tiempo de marcado. Una velocidad de barrido en el momento del envío y con una velocidad más rápida aumenta el impulso del escáner, lo que lo llevará a una menor calidad al comienzo del marcado (Keyence, 2013).
- Tiempo de espera. Detiene temporalmente el escáner antes de entrar en la longitud de aproximación. Cuanto menor sea el tiempo de espera, menor será el tiempo del marcado. Cuanto mayor sea el tiempo de espera, menor será el impulso del escáner, lo que llevará a una mayor calidad al comienzo del marcado (Keyence, 2013).
- Ajuste de arco. Ajusta la velocidad de barrido para elementos de arco. La calidad del marcado se puede mejorar, si el barrido de los elementos de arco se realiza a una velocidad más lenta que el de la línea recta. Ajusta la velocidad de barrido para elementos de arco. La calidad del marcado se puede mejorar, si el barrido de los elementos de arco se realiza a una velocidad más lenta que el de los directos (Keyence, 2013).

2.14. Métodos de validación y Normatividad

Los métodos de validación incluyen las pruebas de caracterización de uniones adhesivas y de análisis de superficies vistas anteriormente. En Continental Cuautla se tiene un estándar interno para la validación de la adhesión en materiales tanto plásticos como metálicos, sin embargo, este documento interno está basado en los estándares internacionales de validación los cuales detallan los instrumentales, la geometría de las muestras y los parámetros de las pruebas que deben hacerse para una buena caracterización de la adhesión. Estos estándares se detallan a continuación:

2.14.1. ISO 4587

Estándar para la determinación de la resistencia al cizallamiento por tracción de ensambles rígido – rígido. Esta Norma Internacional especifica un método para determinar la resistencia a la rotura por tracción de ensambles rígido - rígido unidos utilizando una muestra estándar bajo condiciones específicas de preparación y prueba.

La resistencia adhesiva de unión por solapamiento se determina al tensar una unión de sola solapa entre adherentes rígidos mediante la aplicación de una fuerza de tracción paralela al área de unión y al eje principal de la muestra.

Esta norma ofrece una prueba que no requiere muestras de una geometría complicada ni costosa de realizar, sin embargo, los valores de

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

resistencia obtenidos de la muestra de sola vuelta no se deben utilizar como valores de tensión de diseño permisibles para juntas estructurales.

En la figura 2.14.1 se puede observar las medidas tanto de las probetas como del área de unión (denominada *shear area*).

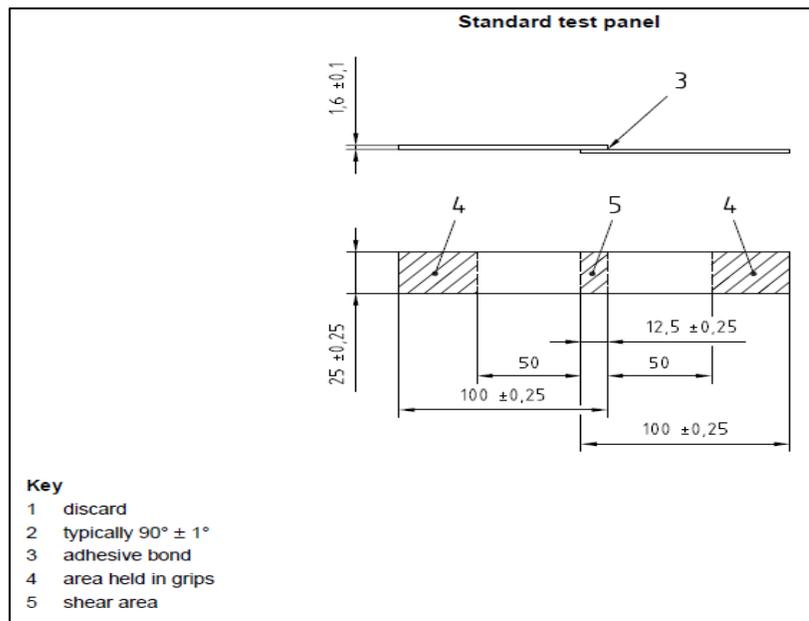


Figura 2.14.1. Dimensiones de las probetas (ISO 4587, 2003).

2.14.2. ASTM D 1002 – 99

Método de prueba estándar para el esfuerzo cortante aparente de una unión de solape simple adhesivamente unido de especímenes de metal mediante una carga de tensión (metal - metal).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Este método cubre la determinación del esfuerzo cortante de adhesivos para la unión de metales cuando es probado en una unión de solape simple estándar y bajo las condiciones especificadas de preparación y prueba,

Este método de prueba es muy parecido al que se muestra en la norma ISO 4587 por lo que tiene las mismas limitaciones ya que los valores obtenidos con esta prueba de esfuerzo cortante no pueden usarse como valores de tensión de diseño permisibles para juntas estructurales. Se usa principalmente con fines comparativos.

2.14.3. ISO 6922

Para determinar el esfuerzo de tensión de adhesivos en uniones a tope.

Este estándar internacional especifica el método para la determinación de la fuerza de unión de una junta a tope cuando está sujeta a una fuerza de tensión. Este método puede ser aplicado a todos los tipos de adhesivos. Aunque fue principalmente pensado para su uso en condiciones ambiente, el método básico puede ser aplicado en pruebas bajo un amplio rango de temperatura y otras condiciones ambientales. El método requiere de sustratos rígidos que puedan ser producidos a las tolerancias dimensionales requeridas y que puedan resistir a las fuerzas aplicadas durante la prueba.

Su principio de operación está basado en una unión formada de dos barras o adherentes cilíndricos unidos por las caras perpendiculares a sus longitud las cuales son estresadas hasta la ruptura mediante una fuerza ténsil, aplicada a lo lardo del eje de prueba del espécimen, obteniendo como resultado la fuerza de ruptura de la unión.

2.14.4. ISO 4578

Determinación de la resistencia al pelado de uniones adhesivas de alta resistencia - Método de rodillo flotante.

Esta norma internacional especifica un método de rodillo flotante para la determinación de la resistencia al pelado de un adhesivo de alta resistencia en una unión entre un adherente rígido y un adherente flexible probado bajo las condiciones especificadas de preparación y prueba.

Este método consiste en medir la fuerza necesaria para despegar un adherente flexible de un adherente rígido en un ángulo determinado definido por el aditamento de prueba de despegue, utilizando rodillos que permiten la alineación constante del adherente pelado flexible con los agarres de la máquina de prueba de tracción.

2.14.5. ISO 19095-1:2015 a ISO 19095-4:2015

Este conjunto de normas especifica los métodos de prueba, muestras y condiciones para llevar a cabo la evaluación de la adhesión de las uniones adhesivas entre metal-plástico.

El método en ISO 19095 está destinado a garantizar que la integridad de la interfaz se realice a través de la interfaz y que la rastreabilidad del valor mejore la comparación de datos. Esta parte de ISO 19095 define las condiciones de la prueba, citando los métodos de prueba relacionados con las

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

propiedades mecánicas que pueden ser evaluados por las normas ISO existentes y también agregando otros métodos de prueba que se suponen necesarios.

3. CAPÍTULO TRES: DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para este trabajo de investigación se realizaron pruebas agrupadas en tres conjuntos. Estos conjuntos se formaron debido al objetivo específico de cada uno de ellos y en el tipo de pruebas realizadas, dichos grupos se enlistan a continuación:

- Caracterización del sustrato.
- Efecto de la contaminación en la adhesión.
- Evaluación de sistema láser como pretratamiento de limpieza
- Validación final del sistema láser

3.1. Obtención de relación entre las condiciones ambientales y las fallas adhesivas en producción.

Se realizó una investigación documental del año 2013 acerca de las fallas por adhesión en las piezas de aleación de aluminio A380 y se compararon los datos semanales con los cambios tanto en el porcentaje de humedad relativa (%HR) como en la temperatura ambiental promedio por semana dentro del rango de tiempo antes mencionado, esto para detectar relaciones directamente proporcionales entre los cambios de temperatura y humedad ambiental con las fallas adhesivas en los productos.

3.2. Caracterización del sustrato

Se realizaron pruebas de caracterización de materiales las cuales estuvieron enfocadas a buscar las causas de la falta de adhesión en el sustrato y su superficie, principalmente en la composición química y su estructura.

Las muestras usadas para realizar los análisis fueron tomadas de aquellas piezas, también llamados módulos, que presentaban delaminación evidente a simple vista. Para corroborar la falla se utilizó un probador, el cual, inyecta aire a presión en la pieza sellada mientras esta se encuentra sumergida en agua. La falla adhesiva en los módulos se hace evidente debido a la formación de burbujas que escapan de las áreas donde la unión adhesiva es deficiente.

Las muestras fueron tomadas de dos tipos de módulos de transmisiones ensamblados en la línea de producción (para efectos prácticos se les nombró “*módulo D*” y “*módulo T*”), los cuales, como se aprecia en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** contienen una carcasa fabricada de una aleación aluminio A380 que se sella mediante un adhesivo tixotrópico del tipo *primerless*, lo que quiere decir que es necesario un primer para activarse.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

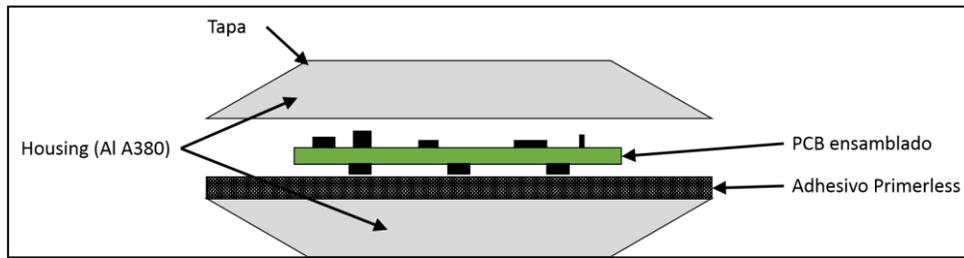


Figura 3.2.1. Representación de ensamblaje de módulo de transmisiones.

3.2.1. SEM-Análisis de composición

Se realizaron análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) junto con un análisis de composición semicuantitativa por medio de un detector de energía dispersiva de rayos X (EDS), con el fin de detectar elementos extraños en la aleación o presencia de partículas contaminantes en muestras de módulos D con falla adhesiva tomadas de producción. Fueron observadas en un microscopio electrónico de barrido EVO MA 25 marca Zeiss con Detector EDS XFLASH 5010 Tipo SDD, se observó usando un detector de electrones retro dispersados (BSD), a magnificaciones de 60X y 4000X con una alimentación de electrones de 20 y 15 KeV respectivamente.

3.2.2. Revelado de grano

Se realizó un análisis metalográfico a la aleación A380 por medio de un revelado de grano. Exponiendo muestras de módulos D a una solución de HNO_3 al 25% v/v en agua desionizada (DI) usando como referencia la norma ASTM E407-07 (*Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*). Se realizó el revelado con diferentes tiempos de ataque desde 20 segundos hasta los 70 segundos en intervalos de 10 s a una temperatura constante de 70°C. Luego se observaron en un microscopio metalográfico imager M2m marca

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Zeiss a magnificaciones de 10 X, 20 X, 50 X y 100 X. Se realizaron también análisis SEM y de composición por EDS.

3.2.3. Espectroscopía infrarroja con transformada de Furier (FITR)

Se realizó el seguimiento del proceso de fabricación de las carcasas usadas en la línea de producción para el ensamble de los módulos D y T, luego se investigaron las condiciones que pudieran generar contaminaciones que influirían directamente en la adhesión entre las piezas de aluminio y la resina. De esta investigación se obtuvo que en el proceso de fabricación se utilizan tres sustancias: una solución jabonosa, un desmoldante y un lubricante; las cuales eventualmente, pueden interferir con la adhesión.

Con el fin de comprobar la contaminación por estos componentes, se tomaron dos tipos de muestras (ver Figura 3.2.2) de aluminio, aleación A380 de módulos D con fallo por delaminación procesadas en el área de producción, de estas muestras y muestras del adhesivo usado para el proceso de unión. Se realizaron análisis FTIR en un espectrómetro Hyperion 2000 de la marca Bruker en un rango de $500 - 4000 \text{ cm}^{-1}$, además, fueron obtenidos los espectros de la solución jabonosa, el desmoldante y el lubricante. Se compararon los espectros de los químicos con los de los módulos con delaminación con el fin de observar rastros de contaminación por dichos materiales.



Punto A

Punto B

Adhesivo curado

Figura 3.2.2. Tipos de muestras usadas en en análisis FTIR.

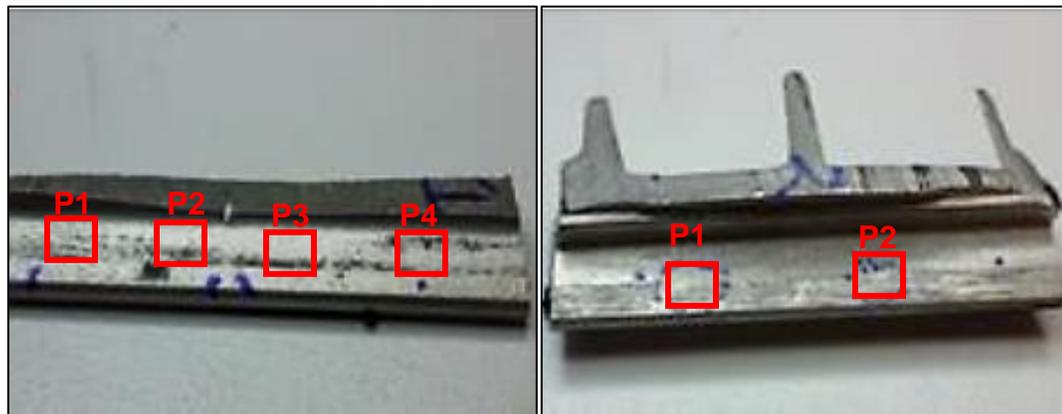
3.2.4. Curvas de polarización de sustrato

Se realizaron análisis de polarización en muestras de aluminio tomadas de distintos lugares del housing: carcasa, costilla y tapa para los módulos D y de la base para un módulo T, para la detección de capas pasivas de óxido mediante la interpretación de las curvas de Tafel. Las cuales se realizaron en un potenciostato / galvanostato Gill AC®, conectado a unos electrodos en una celda de 250mL de volumen. El electrodo de trabajo fue una muestra de la aleación A380, además, se empleó un electrodo saturado Calomel (SCE) como referencia y un contra electrodo (electrodo auxiliar) de barra de grafito usando agua desionizada como medio acuoso.

3.2.5. FIB - cross-sections

Se realizaron análisis por microscopía de doble haz FIB en un equipo JEOL modelo JIB'4500 Multi-Beam SEM-FIB con un detector de EDAX Bruker 123eV de resolución. Los estudios se realizaron en diversas muestras de módulos D, los cuales presentaron falla por delaminación (adhesiva). Se seleccionaron y aislaron las áreas con delaminación y fueron enviados al centro de investigación y de estudios avanzados "Cinvestav" en el Estado de México. Las muestras y los puntos analizados mediante FIB X-Section se muestran en la Figura 3.2.3.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Muestra A

Muestra B

Figura 3.2.3. Muestras analizadas por FIB X-section.

3.3. Efecto de la contaminación en la adhesión

De acuerdo con los resultados obtenidos de los análisis del apartado 3.2, se realizaron las pruebas para confirmar si la contaminación por alguno de los elementos usados en la fabricación de las carcasas de los módulos D y T tiene relación con las fallas adhesivas presentadas por dichos módulos en línea de producción.

3.3.1. Efectos de la contaminación en la adhesión (Esfuerzo cortante).

Se diseñaron probetas con placas de aleación base aluminio A380 de medidas 100 x 25 x 1.86 mm cortadas de las carcasas de los módulos D para obtener las mismas características de la aleación. A dichas probetas se les hicieron tratamientos bajo las condiciones experimentales específicas en la Tabla 3.3.1.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Tabla 3.3.1. Condiciones experimentales.

Tratamiento	Muestras	Condiciones
Referencia 1	6	Obtenida después del maquinado.
Referencia 2	6	v=281 volts, P=85mBar, I= 15 Amp, T=30s
C 1	6	Contaminada con desmoldante.
C 2	6	Contaminada con lubricante
C 3	6	Contaminada con solución jabonosa
Abrasivo	6	Lijado con papel lija No. 420, 640 y 1200

Se realizó el dispensado y curado controlados del adhesivo en las probetas y se realizó la unión entre ellas de acuerdo con las normas *ASTM D1002-99* y *CTM0243* que se muestra en la Figura 3.3.1. Se diseñó un herramental (ver Figura 3.3.2), el cual mantiene controladas las dimensiones especificadas por las normas.

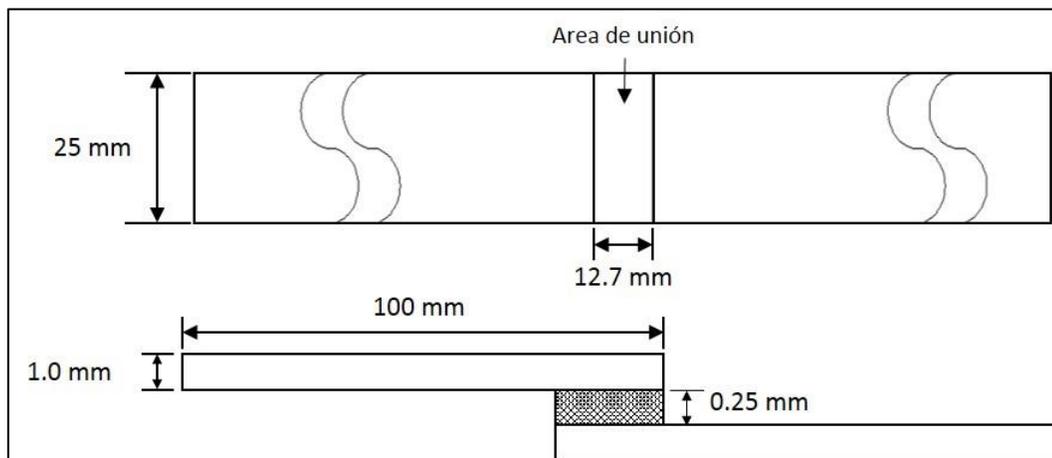


Figura 3.3.1. Especificaciones de la probeta y el área de unión

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

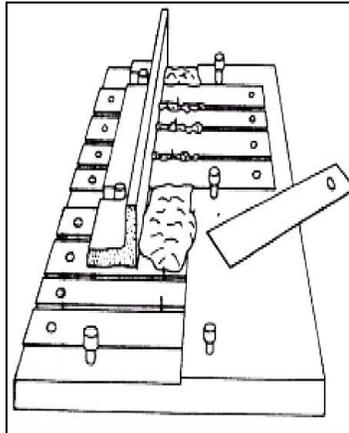


Figura 3.3.2. Herramental diseñado para el experimento

Las pruebas fueron realizadas en el laboratorio con las siguientes condiciones:

- Cantidad de adhesivo dispensado: 25 Gramos
- Temperatura ambiente: 22° C (por norma 23° ± 2°C)
- Humedad Relativa: 60 %
- Tiempo de curado del adhesivo: 60 min
- Temperatura de curado del adhesivo: 135 °C

Las pruebas de esfuerzo por cizallamiento para validar el tipo de falla en la unión se realizaron en un equipo tipo prensa MTestQuattro de la marca Admet usando una carga máxima de 10.0 kN (ver Figura 3.3.3).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

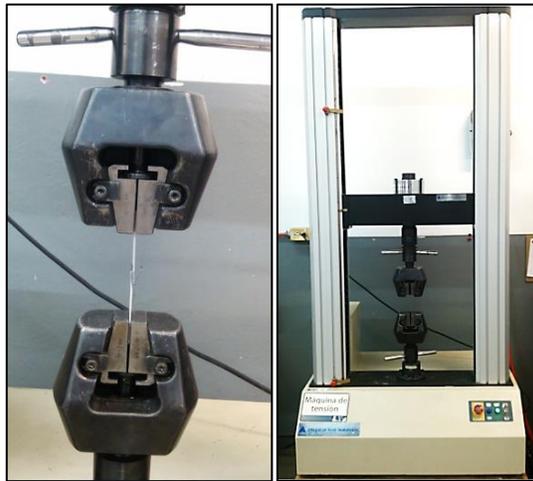


Figura 3.3.3. Prueba de esfuerzo cortante.

El proveedor definió su propia norma (*CTM0243 Adhesion lap shear*) conforme a la norma internacional *ASTM D1002-99*, en la cual se hace mención de que la “Adhesión de los adhesivos y selladores se determina midiendo el esfuerzo requerido para separar un laminado por cizalladura (Lap Shear) y se estima el porcentaje de falla adhesiva y el porcentaje de falla cohesiva directamente en la probeta. De acuerdo con esto último, se estimó el porcentaje de falla adhesiva de acuerdo con la cantidad de adhesivo residual en los sustratos luego de desprenderse, siendo del 100% cuando el 100% del adhesivo está en un solo sustrato (falla adhesiva) y del 0% cuando el adhesivo permanece en ambos lados de cada probeta (falla cohesiva). De acuerdo con la norma el % de falla adhesiva es un porcentaje estimado, sin embargo, esta deberá ser $\leq 10\%$.

3.3.2. Medición de energía superficial.

Con el fin de determinar el efecto de la contaminación en la superficie del sustrato, se contaminaron con desmoldante, lubricante y solución jabonosa

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

varias probetas de aluminio A380, luego se midió la energía superficial de las muestras usando un equipo medidor de ángulo de contacto modelo Cam-Plus Micro de la marca ChemInstruments.

También se analizó la energía superficial de muestras de referencia: un blanco libre de contaminación (referencia 1), obtenida con después del maquinado y una referencia no contaminada a la cual se le realizó una limpieza con plasma (referencia 2) con un voltaje de 281 volts, presión de 85 mbar y una densidad de corriente de 15 A durante 30 s.

3.3.3. Efectos del tratamiento con plasma en la adhesión (Esfuerzo cortante).

Se diseñó un experimento de pruebas de cizallamiento (Lap-Shear) en el cual se ocuparon muestras contaminadas con lubricante, desmoldante y solución jabonosa. Estas muestras se trataron con diferentes tratamientos de limpieza, para cada tratamiento se realizaron seis repeticiones.

Para el tratamiento A se realizó un tratamiento de limpieza por inmersión en una solución al 75% siloxano de metilo o metilsiloxano (C_5H_{12}) durante 60 segundos.

En el tratamiento B se realizó una limpieza mecánica abrasiva que consistió en lijar las muestras contaminadas con papel lija del 600, 800 y 1200, hasta dejar una superficie pulida sin rebabas, se complementó la limpieza con

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

continuos enjuagues de agua desionizada entre lijadas y al término del tratamiento.

Para el tratamiento C se realizó una limpieza por plasma atmosférico con un voltaje de 281 volts, presión de 85 mbar y una densidad de corriente de 15 A durante 30 segundos a velocidad variable, una velocidad alta de 100 mm/s para las muestras del tratamiento C1; una velocidad normal de 20 mm/s para las del tratamiento C2 y una velocidad extremadamente lenta de 1 mm/s para el tratamiento denominado C3.

Todas las muestras fueron comparadas con un blanco de control el cual consta de muestras completamente limpias, que se obtuvieron inmediatamente después del maquinado y que no estuvieron en contacto con ninguno de los químicos probados en este experimento.

Además, se obtuvieron los datos de ángulo de gota y tensión superficial de las muestras contaminadas y de las muestras de referencia. También se realizó un análisis SEM en un microscopio EVO MA 25 marca Zeiss con Detector EDS XFLASH 5010 Tipo SDD y de composición con el fin de obtener las concentraciones de elementos contaminantes en las muestras tratadas.

3.3.4. Comprobación de C y Si en sustrato de Cobalto

Con el fin de eliminar la variación de carbono y silicio en las muestras de aluminio (ya que la aleación A380 contiene silicio en su formulación) y apreciar la cantidad real de estos, se contaminaron muestras de una aleación de Ni-CO con desmoldante, lubricante y solución jabonosa. Una vez contaminadas se realizaron análisis por SEM y de composición por EDS en un

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

microscopio EVO MA 25 marca Zeiss con Detector EDS XFLASH 5010 Tipo SDD a magnificación de 2000X usando electrones secundarios a 15.0 KeV.

3.3.5. Comprobación de la cantidad crítica de C y Si en la adhesión mediante diluciones seriadas y pruebas de adherencia a tope.

Con el fin de encontrar la concentración crítica de C y Si que afecta la adhesión entre el aluminio A380 y el adhesivo epóxico se diseñó un experimento en el cual, se realizaron soluciones diluidas de jabón como se muestra en la Tabla 3.3.2.

Tabla 3.3.2. Formulación de soluciones jabonosas

Composición		
Solución	Agua desionizada	Solución jabonosa
A	99%	1%
B	89%	11%

Estas soluciones se complementaron con un porcentaje de desmoldante que en los anteriores experimentos era el que aportaba más porcentaje de silicio y carbono, las soluciones realizadas se muestran en la Tabla 3.3.3.

Tabla 3.3.3. Formulación de solución jabonosa - desmoldante.

Prueba	Repeticiones	Solución A (%)	Solución B (%)	Desmoldante (%)
1	4	1	0	99
2	4	3	0	97
3	4	5	0	95
4	4	7	0	93
5	4	9	0	91
6	4	11	0	89
7	4	13	0	87
8	4	0	3	97
9	4	0	5	95
10	4	0	7	93
11	4	0	9	91
12	4	0	11	89
13	4	0	13	87

Luego, cuatro muestras de una aleación A380 tomadas de los módulos D de piso de producción fueron contaminadas con cada solución y se analizaron por SEM y EDS en un microscopio electrónico de barrido EVO MA 25 marca Zeiss con Detector EDS XFLASH 5010 Tipo SDD a 100X con electrones secundarios a 15.0 keV.

Después de ser analizadas mediante SEM/EDS las muestras se sometieron a una prueba de tensión a tope en un equipo tipo prensa

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

MTestQuattro de la marca Admet usando una carga máxima de 10 KN haciendo uso de un herramental diseñado especialmente para estas pruebas (ver Figura 3.3.4).

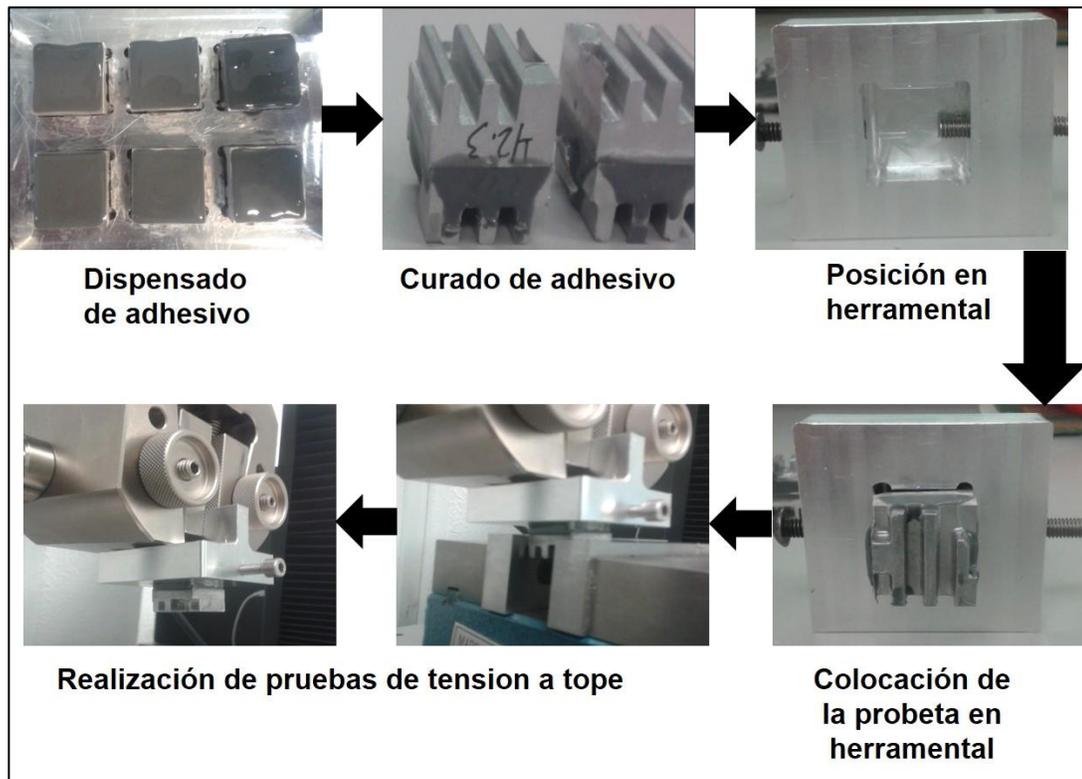


Figura 3.3.4. Proceso de prueba de tensión a tope

3.4. Evaluación de sistema láser como pretratamiento de limpieza

3.4.1. Pruebas de limpieza preliminares en aleación A380

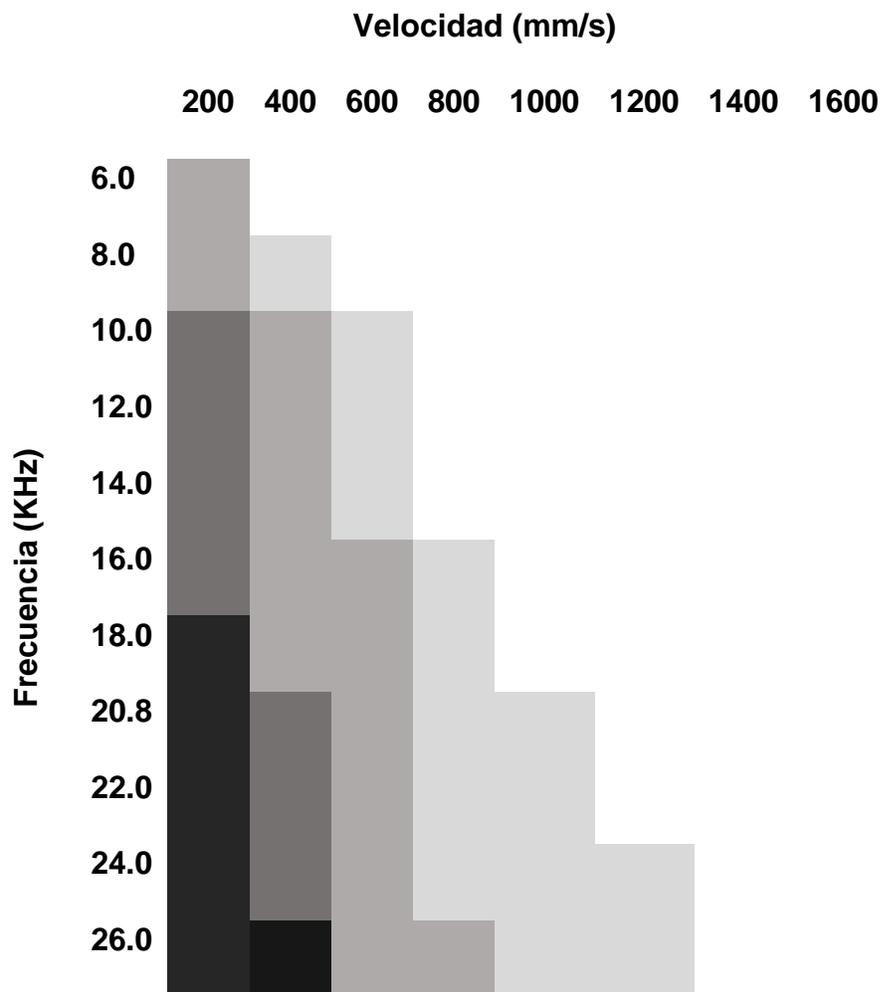
Para el caso de las fundiciones (Die Cast) utilizados en Continental, el objetivo es eliminar contaminaciones adheridas en las zonas de sellado. Por

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

lo que la propuesta inicial de validación de limpieza con láser se hace para un producto, en el cual, se tiene una alta recurrencia de falla adhesiva.

Se trataron muestras de carcasas tomadas de módulos T y se trató con una matriz teniendo como variables la velocidad de marcado y la frecuencia de pulso del láser, tal como se muestra en la Tabla 3.4.1.

Tabla 3.4.1. Matriz para pruebas con láser.



Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Los parámetros que se mantuvieron constantes en el equipo láser usado para las pruebas son:

- Tipo de láser: Nano laser Nd:YAG
- Longitud de onda: 532 nm.
- Duración del pulso: 10 ns.
- Tamaño de pulso: 120 μ m.
- Corriente: 36.5 A.
- Potencia de salida: 17.5 W.
- Espacio entre líneas: 0.2 y 0.15 mm

Las muestras fueron analizadas en un microscopio estereoscópico SMZ 1500 de la marca Nikon a 50X. Los parámetros para escoger el mejor pretratamiento estuvieron dados por el cambio de color a tonos oscuros (indicador de oxidación y carbonización) y la observación de espacios sin tratamiento láser (indicador de mala cobertura del tratamiento a causa de un espacio amplio entre líneas).

3.4.2. -Establecimiento de parámetros óptimos del láser usando pruebas de tensión a tope

Para la primera evaluación se usaron muestras de aleación A380 ASTM tomadas de módulo T, éstas fueron contaminadas con 87% de una solución de jabón al 11% y 13% de desmoldante (prueba 14 del experimento mostrado en el apartado 3.3.5). Luego se aplicó tratamiento con láser a diferentes configuraciones a partir de los resultados mostrados en el apartado 3.4.1. Estas configuraciones se muestran en la Tabla 3.4.2.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 3.4.2. Parámetros de láser para pruebas de limpieza.

Configuración	Frecuencia (KHz)	Velocidad de marcado (mm/s)	Parámetros constantes
1	8	400	Tipo de láser: Nd: YAG
2	16	800	Longitud de onda: 532 nm.
3	18	1000	Duración de pulso: 10 ns.
4	16	1600	Tamaño de pulso: 120 μ m.
5	18	1600	Corriente: 36.5 A.
6	26	1600	Potencia: 17.5 W.

Se realizaron, además, dos muestras de referencia, la muestra R1, contaminada con 87% de una solución de jabón al 11% y 13% de desmoldante (prueba 14 del experimento mostrado en el apartado 3.3.5) y que no contiene ningún tratamiento de limpieza; y la muestra R2, que consta de una muestra del mismo modo contaminada y tratada con plasma con un voltaje de 281 volts, presión de 85 mbar y una densidad de corriente de 15 A durante 30 segundos.

Se dispuso adhesivo en cada una de las muestras de un espesor del 0.2 mm. El adhesivo se curó durante 60 min a 135°C. Luego, las muestras se sometieron a pruebas de tensión a tope.

Los parámetros fueron definidos de acuerdo a las características evaluadas sobre la misma aleación A380 (Si9Cu3FeZn) y bajo los criterios de falla cohesiva mayor al 90% (Falla adhesiva menor al 10% del área total de sellado)

3.4.3. Prueba sobre material de producción

Luego de la definición de los parámetros óptimos del láser, se realizó una prueba con material en línea de producción. Se tomaron como muestras 50 carcasas de módulos tipo D, las cuales se procesaron con láser de acuerdo a los siguientes parámetros:

- Tipo de láser: Nd:YAG
- Longitud de onda: 532 nm.
- Duración de pulso: 10 ns.
- Tamaño de pulso: 120 μ m.
- Corriente: 36.5 A.
- Potencia: 17.5 W.
- Espacio entre líneas: 0.15 mm
- Frecuencia: 18.0 KHz
- Velocidad: 1600 mm/s

Luego las carcasas fueron ensambladas en la línea de producción dispensando primero el adhesivo tixotrópico y aplicando una fuerza de 42 kN a una velocidad de 5 mm/s.

Después de la fabricación de los 50 Módulos, se procesaron durante 40h en un equipo de choques térmicos TS 130 de la marca Weiss con temperaturas establecidas para pruebas de inicio de producción (*Safe Launch*)

de 120°C a -40°C y a la salida de esta corrida se realizó una inspección en busca de fallas adhesivas.

3.4.4. Validación del sistema láser y optimización de parámetros

Para hacer la validación de un proyecto y demostrar el funcionamiento correcto mediante la filosofía de *cero fallas*, se realizaron pruebas de acuerdo a las Normas de Continental. Dichas validaciones, se hicieron en el laboratorio central de Continental, ubicado en *21440 Lake Cook Rd, Deer Park, IL 60010, EE. UU.* Esta corrida de validación se realizó juntamente con el personal de Diseño, Ingeniería y Materiales de Continental.

Se definió un método de contaminación con altas concentraciones de carbón generada por el uso de agentes químicos en la producción de las carcasas de módulos T y D. Se realizaron dos soluciones usadas para la contaminación de las muestras para las pruebas de validación; la solución 1 con 10 % de jabón en agua desionizada; y la solución 2, compuesta de 12 % de desmoldante, 10 % de jabón y 78 % de Agua desionizada.

Las muestras usadas fueron carcasas de módulos T usadas en la línea de producción, las cuales se contaminaron en el área de unión con el adhesivo con la solución 1, luego las piezas se secaron en un horno a 140°C durante 2

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

minutos, posteriormente se aplicó la solución 2 en la misma área donde se aplicó la solución 1, luego se secaron en un horno nuevamente a 140°C durante 2 minutos.

Las muestras contaminadas fueron tratadas mediante abrasión por láser a diferentes frecuencias, velocidades y separación de líneas de láser como se muestra en la Tabla 3.4.3. En adición, se tomaron muestras control, las cuales no fueron tratadas con láser midiéndose el tiempo de ciclo para cada tratamiento. Luego, las muestras fueron dispensadas con adhesivo, prensadas y curadas en línea de producción.

Tabla 3.4.3. Tratamiento láser para pruebas de validación.

Muestra	Frecuencia de pulso (Hz)	Velocidad de marcado (mm/s)	Separación de líneas (mm)
1	14000.0000	3545.4343	0.1250
2	25000.0000	2200.0000	0.1839
3	16591.0359	2200.0000	0.1250
4	30000.0000	3000.0000	0.0900
5	30000.0000	3000.0000	0.1600
6	25000.0000	2200.0000	0.1250
7	30000.0000	1400.0000	0.0900
8	25000.0000	854.5674	0.1250
9	25000.0000	2200.0000	0.1250
10	20000.0000	3000.0000	0.0900
11	33408.9615	2200.0000	0.1250
12	25000.0000	2200.0000	0.0661
13	20000.0000	1400.0000	0.1600
14	25000.0000	2200.0000	0.1250
15	30000.0000	3000.0000	0.1600
16	30000.0000	1400.0000	0.1600
17	25000.0000	2200.0000	0.1250
18	20000.0000	1400.0000	0.0900
19	25000.0000	2200.0000	0.1250
20	25000.0000	2200.0000	0.1250

Se realizaron pruebas de tensión a tope y se evaluó el modo de falla así como el porcentaje de falla cohesiva y adhesiva.

3.4.5. -Pruebas de corrosión

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

En este ensayo se verifica la capacidad de la unión adhesiva para soportar la exposición al rocío salino, emulando condiciones ambientales extremas para este tipo de componente.

Se tomaron 20 carcasas de módulos T como muestras, a las cuales se le dio una preparación previa a la prueba de corrosión, esta preparación siguió los siguientes pasos: Los módulos fueron energizadas, luego se introdujeron los módulos en la cámara salina durante 1 h a 70 °C sin activar el rocío de sal. Posteriormente se ajustó la temperatura de la cámara a 35 °C y se activó el rocío de sal (solución al 5 % de NaCl y pH= 6.5 a 7.2) durante 1 h. Luego, se apagó la cámara y des energizó el módulo, se enfrió durante 1 h. El ciclo se repitió 3 veces en un total de 9 h.

Posteriormente a la preparación se realizó la prueba de corrosión que consistió en energizar los módulos y mantenerlos en enjuague constante con agua durante 15 h por inmersión a temperatura ambiente sin aspersion de sal, durante 40 y 60 días (10 módulos para cada intervalo de tiempo).

Por ultimo las muestras fueron analizadas mediante inspección visual en busca de fugas y corrosión dentro de modulo, así como el modo de falla de la unión adhesiva al ser desprendida.

3.4.6. Pruebas de aceptación final

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Se tomaron 30 módulos T como muestras, las carcasas de estas muestras fueron tratadas con láser usando los siguientes parámetros:

- Tipo de láser: diodo de 10Watts
- Longitud de onda: 1064 nm
- Velocidad de marcado: 2200 mm/s
- Frecuencia:32 KHz

Posteriormente se ensamblaron en línea de producción dispensando primero el adhesivo tixotrópico y aplicando una fuerza de 42 KN a una velocidad de 5 mm/s, luego se curaron a 135°C durante 30 minutos. Por último se realizaron pruebas de desprendimiento a tope registrando el porcentaje de falla cohesiva para cada muestra.

4. CAPÍTULO CUATRO: RESULTADOS

4.1. Relación entre las condiciones ambientales y las fallas adhesivas en producción.

Se obtuvieron los gráficos de temperatura y %HR mostrados en la Figura 4.1.1 y la Figura 4.1.2 respectivamente.

En la Figura 4.1.1 se puede observar que a pesar de que la temperatura varía mucho a lo largo del año (de 22.75 °C a 25.75 °C), no se aprecian relaciones aparentes entre el número de PPM's de desperdicio y los picos de temperatura. Esto queda demostrado si se observa que los índices más altos de PPM's (casi 28000 PPM'S) fueron en las semanas 10 y 24, semanas en las cuales no se ven temperaturas excepcionalmente altas o bajas, incluso a esta misma temperatura se tiene un pico muy pequeño de PPM's de desperdicio en la semana 18.

Por otra parte, como es posible ver en la Figura 4.1.2, el porcentaje de humedad relativa ambiental no se relaciona con los defectos por delaminación expresados en PPM's ya que aunque la %HR varía de 30% a 55%, esto no parece tener efecto en las fallas por delaminación (baja adherencia) ya que no hay relación directa ni inversa entre los picos de %HR y los PPM's.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

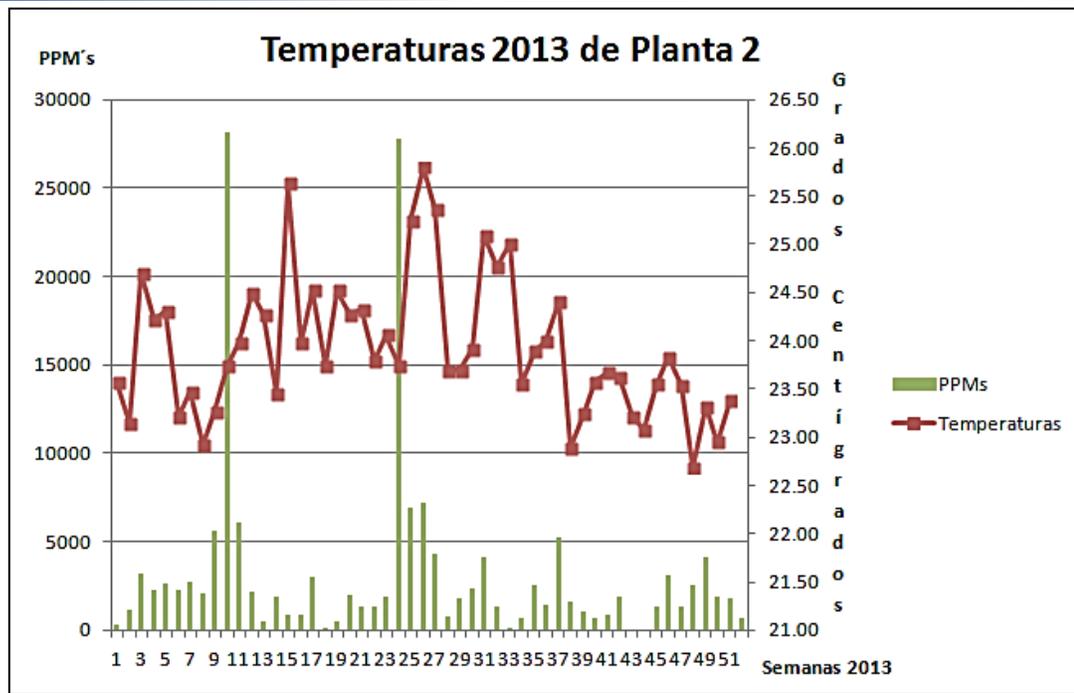


Figura 4.1.1. Gráfico Temperatura vs PPM's Desperdicio (Scrap) en 2013.

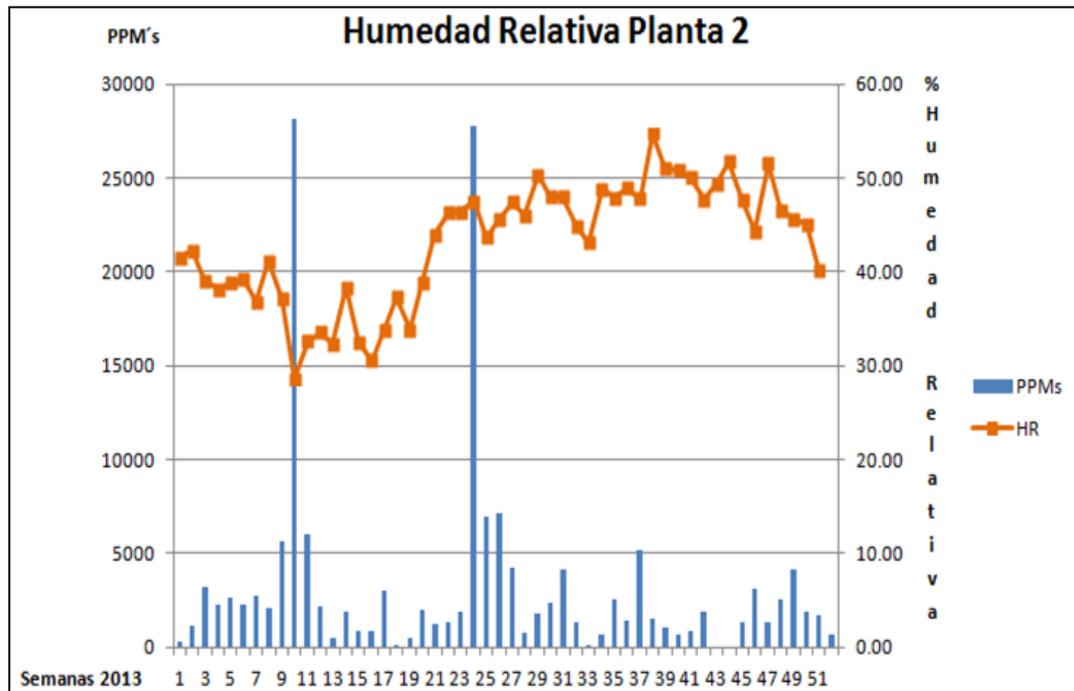


Figura 4.1.2. Gráfico %HR vs PPM's Desperdicio(Scrap) en 2013.

4.2. SEM y análisis de composición

En los análisis de SEM se observa que la superficie de la muestra de aleación A380 presentaba contaminaciones sólidas, compuestas principalmente de carbono (C) y silicio (Si), estas contaminaciones no presentan cristalinidad aparente que pueda ser identificada en la micrografía por lo que se asumió que se trataba de contaminación orgánica.

En la Figura 4.2.1 se puede observar la composición aproximada del sustrato en el punto uno; en el punto dos, el sustrato presenta hojuelas que se traducen como rebabas de cobre, confirmadas mediante los respectivos análisis de composición (ver Figura 4.2.2). Estas hojuelas pueden deberse al manejo del material y al procesamiento de las muestras antes de su uso en los análisis de micrografía.

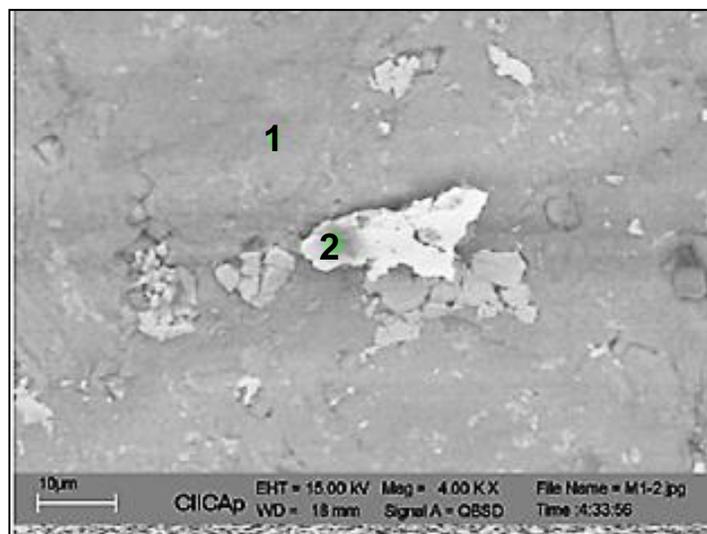


Figura 4.2.1. Análisis SEM de muestra uno con falla adhesiva.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

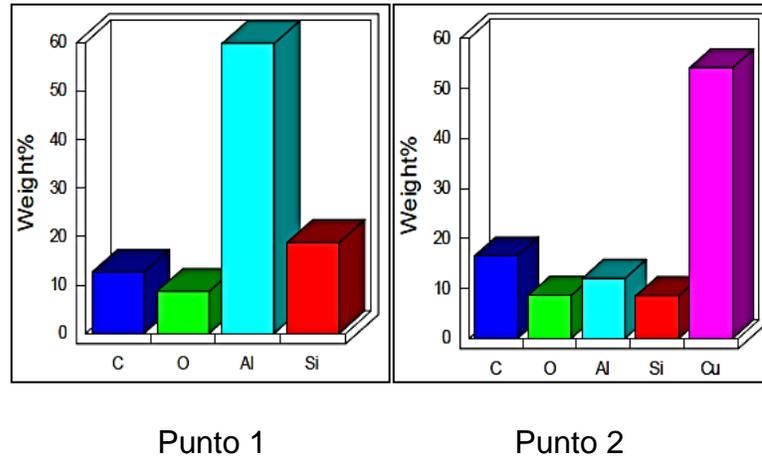


Figura 4.2.2. Composición elemental de la muestra uno.

En la Figura 4.2.3 se puede observar la superficie del sustrato, la cual se encuentra contaminada con partículas de carbono (punto 1), esta contaminación es de origen orgánico y su composición elemental (ver Figura 4.2.4) muestra que está compuesta principalmente de carbono y oxígeno. Por otro lado, la superficie parece recubierta con una capa de contaminación orgánica tal como lo muestra el análisis de composición en el punto 2 de la micrografía.

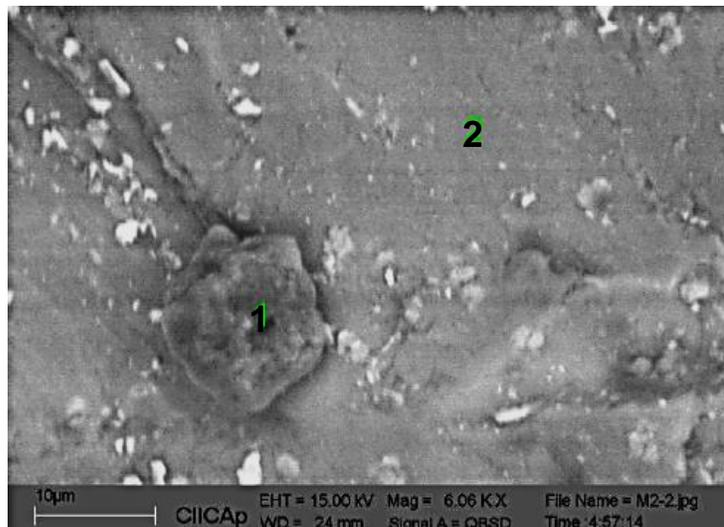


Figura 4.2.3. Micrografía muestra dos con falla adhesiva.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

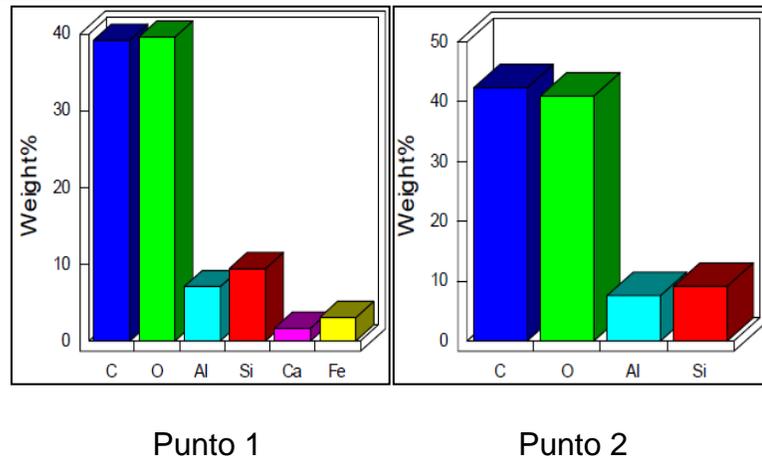


Figura 4.2.4. Composición elemental muestra dos.

En la Figura 4.2.5 se pueden observar manchas dispersas en la superficie del sustrato, estas manchas son contaminación no removida durante el proceso de limpieza. En el análisis de composición (Tabla 4.2.1) se obtuvo que están compuestas de altos contenidos de oxígeno, sodio, azufre y cloro. Lo cual indica que se trata de sales inorgánicas incrustadas al sustrato, las cuales podrían tener relación con las fallas adhesivas.

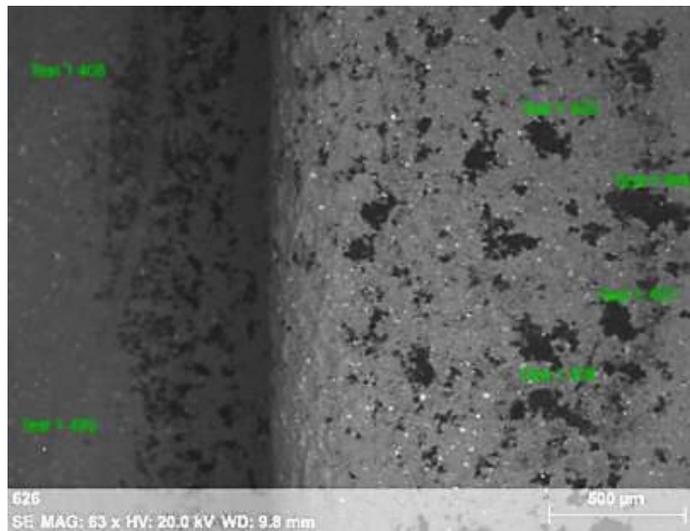


Figura 4.2.5. Micrografía de muestra tres con falla adhesiva.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 4.2.1. Composición elemental de la muestra en la Figura 4.2.5.

Punto	Porcentaje atómico (%)											
	O	Na	Al	Si	S	Cl	K	Fe	Cu	Zn	Tc	Ac
404	57.40	1.39	26.96	1.16	8.07	4.67	0.22	0.13	-	-	-	-
405	-	1.24	56.79	3.48	25.98	12.13	-	-	0.38	-	-	-
406	-	2.38	58.55	3.16	21.19	14.72	-	-	-	-	-	-
407	65.56	1.42	21.37	0.86	7.12	3.60	-	0.07	-	-	-	-
408	9.12	-	71.69	10.51	-	-	-	3.00	3.11	1.62	0.23	0.71
409	4.01	-	80.81	11.42	-	-	-	0.40	0.94	0.96	-	1.45

4.3. Revelado de grano

Como se puede observar en la Figura 4.3.1, los gránulos de la superficie de la aleación se observan uniformes en tamaño y dispersión, no existen daños en la estructura de los granos que podría dar lugar a rupturas que, en las micrografías a 50, 60 y 70 segundos se puede observar que la solución de revelado ha afectado la superficie y la graba de tal manera que se pueden observar espacios oscuros relativamente grandes entre los gránulos, esto puede deberse al tiempo de exposición.

Por otro lado, en la Figura 4.3.1, las micrografías a 20, 30 y 40 segundos no muestran grietas, incrustaciones, contaminaciones de otros metales, que pudieran contribuir a la falla adhesiva. En contraste, si pueden observarse poros los cuales no tienen efectos adversos en la adhesión del aluminio.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

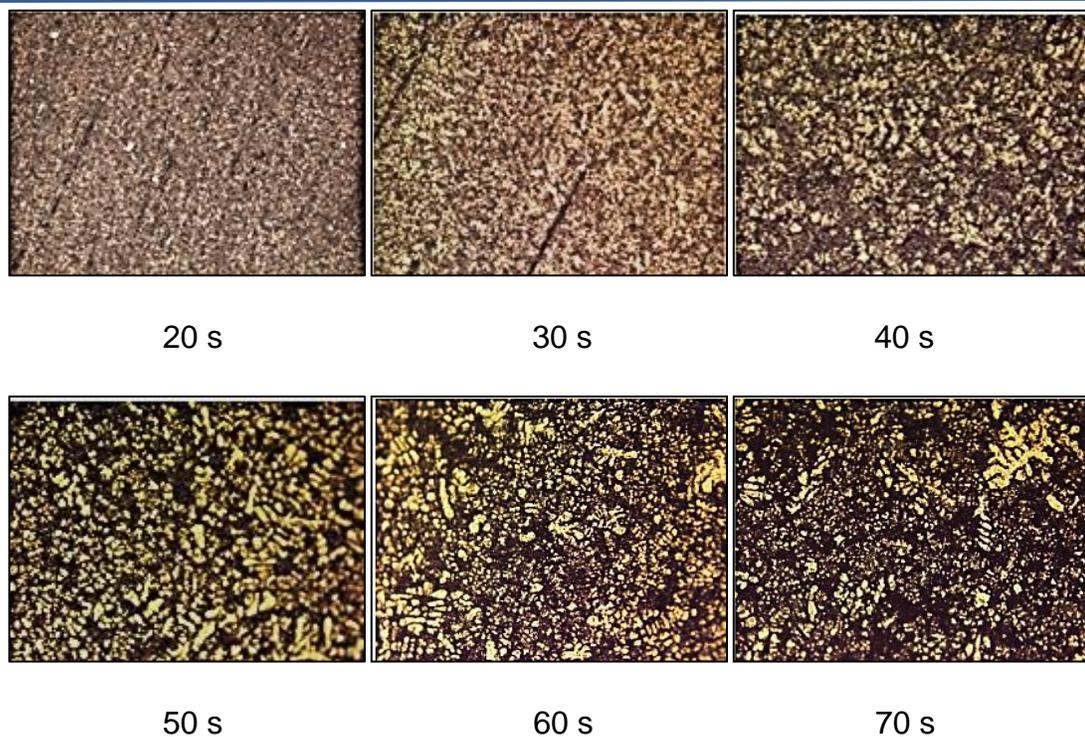


Figura 4.3.1. Revelado de grano a diferentes tiempos de grabado.

En la Figura 4.3.2 se puede observar una zona de una muestra de un módulo D vista a 10X, 20X, 50X y 100X, aquí es posible ver la homogeneidad de los granos, no se presentan grietas ni defectos aparentes, sin embargo, se puede observar una zona (punto 1) en las micrografías con magnificaciones a 50X y 100X que presenta una tonalidad distinta del resto, esta zona puede ser debido a que estos granos pueden estar orientados en una dirección distinta del resto, sin embargo esto es poco probable ya que los demás gránulos están orientados en una misma dirección, por lo que la causa más probable es que sea un granulo de otro material de la aleación que debido a sus características como su gravedad específica o su estructura cristalina tiene apariencia diferente a los demás gránulos, para confirmarlo se debe hacer una análisis de composición de ese sitio. Esta incrustación puede deberse al proceso de fabricación de la aleación de fundición utilizada.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

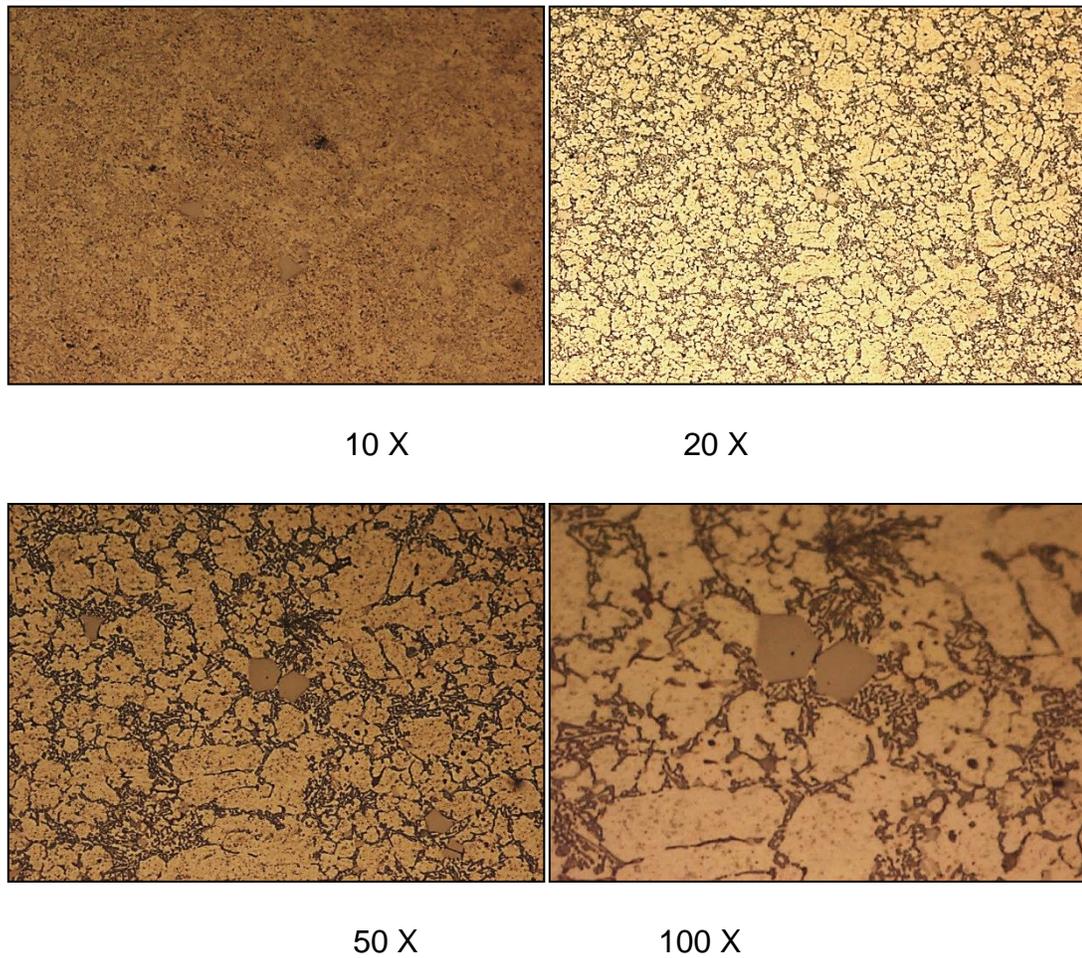
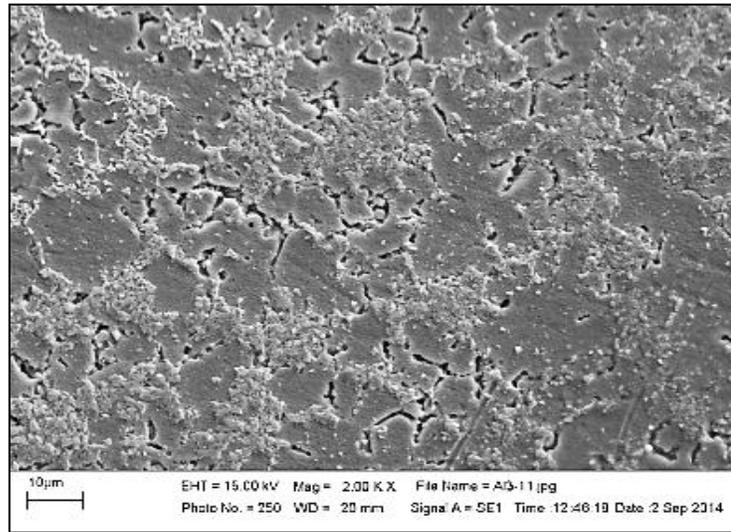


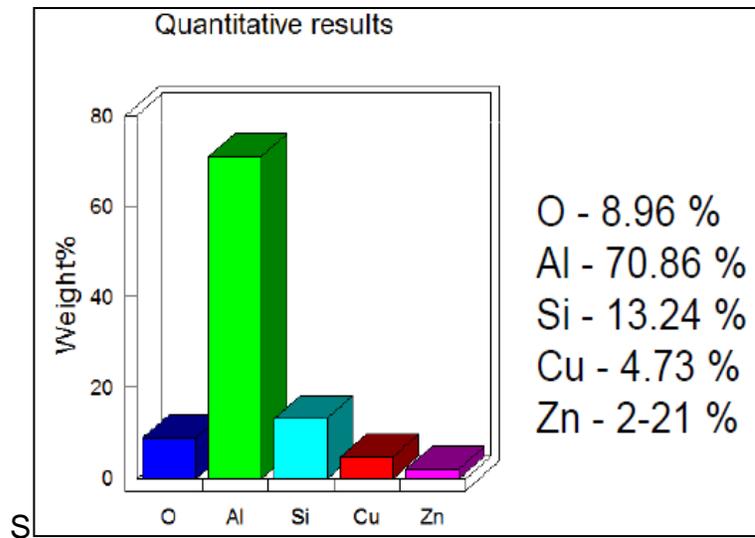
Figura 4.3.2. Revelado de grano a 10, 20, 50 100X.

Debido a que el análisis microscópico (ver Figura 4.3.3) se realizó con electrones secundarios no es posible ver una diferencia en la composición en superficial de la muestra por cambios de contraste y coloración, sin embargo en el análisis de composición se puede observar una cantidad alta de carbono que acompaña a los elementos de la aleación analizada.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Micrografía SEM muestra revelada con HNO_3 al 25%



Análisis de composición muestra revelada con HNO_3 al 25%

Figura 4.3.3. Análisis SEM/EDS de muestra revelada con HNO_3 al 25%.

4.4. Espectroscopía infrarroja con transformada de Furier (FTIR)

En la Figura 4.4.1, se observa el espectro FTIR del punto A de los módulos D comparada con el espectro de los solventes Dailuco, GX clean y Trim Lube. Se pueden observar los picos típicos del grupo OH⁻ en las longitudes de onda de 3400 cm⁻¹ y 2350 cm⁻¹ lo que puede deberse a la presencia de agua en las muestras ya que las muestras de los químicos están diluidas en agua. También es importante señalar la presencia de los picos en las longitudes de onda de 2350 cm⁻¹, y 1570 cm⁻¹ que indican la presencia de un grupo carbonilo C=O, este pico también está presente en la muestra por lo que se confirma la contaminación orgánica por C y O observada en el análisis de composición.

En el análisis FTIR del punto A se observan también picos relacionados con las cadenas alifáticas en general como lo son los picos en 2935, 2860, 1470, 1410 y 700 cm⁻¹. Sin embargo, también se observa un pico relacionado con cadenas que contienen O en su cadena (alcoholes secundarios) en 2350 y 1100 cm⁻¹.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

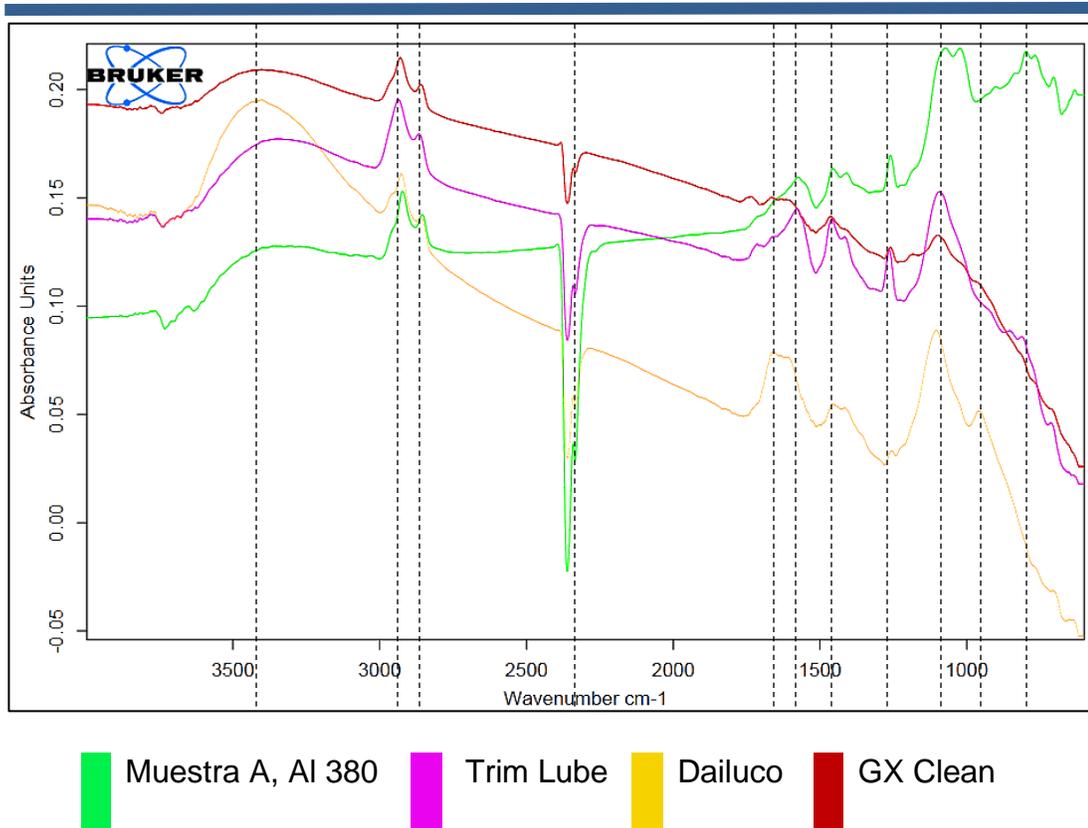


Figura 4.4.1. Espectro FTIR punto A

En el punto B sucede lo mismo que en el punto A, los espectros obtenidos muestran las mismas señales (ver Figura 4.4.2), se observa en la muestra contenido de agua y señales de contaminación orgánica por cadenas alifáticas de carbono las cuales contienen oxígeno, el cual puede estar incluido en forma de grupos alcohólicos, cetónicos o carboxílicos.

En la Figura 4.4.2 se puede apreciar que el espectro del punto B es mucho más parecido en intensidad a los otros compuestos que el punto A, esto puede deberse a que existe más presencia de contaminación y por lo tanto al ser la concentración mayor, la lectura es más precisa.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

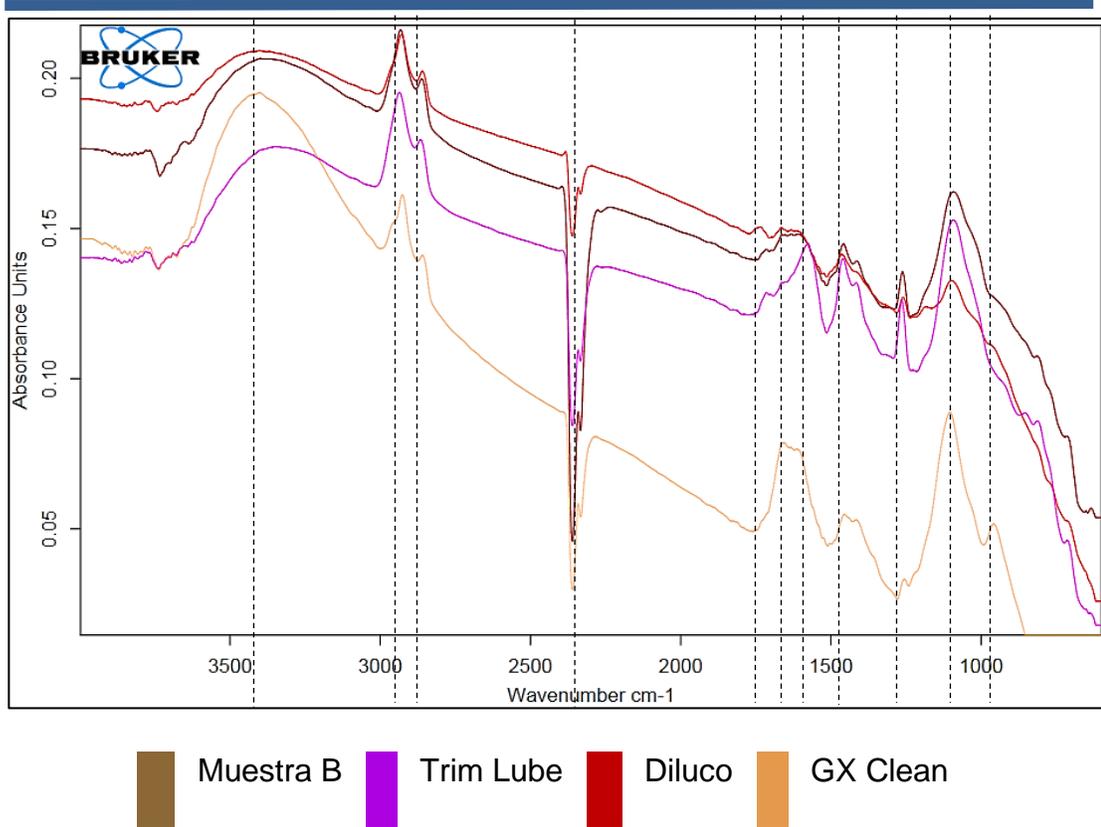


Figura 4.4.2. Espectro FTIR punto B

En la Figura 4.4.3 se muestra el espectro FTIR del adhesivo empleado para unir el módulo D, este no muestra señales de O en su composición, su espectro es esencialmente el de un polímero, con sus picos bastante bien definidos, el espectro no presenta ruido.

En el análisis FTIR del adhesivo están presentes picos generales de cadenas alifáticas en 2935, 2860, 1470, 1410 y 700 cm⁻¹. Estas señales al ser representativas de los enlaces C-C y C-H no aportan información significativa debido a que al ser un polímero principalmente de C y H no es posible

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

diferenciar con exactitud si la contaminación de los puntos A y B es del polímero adhesivo o de las sustancias químicas analizadas.

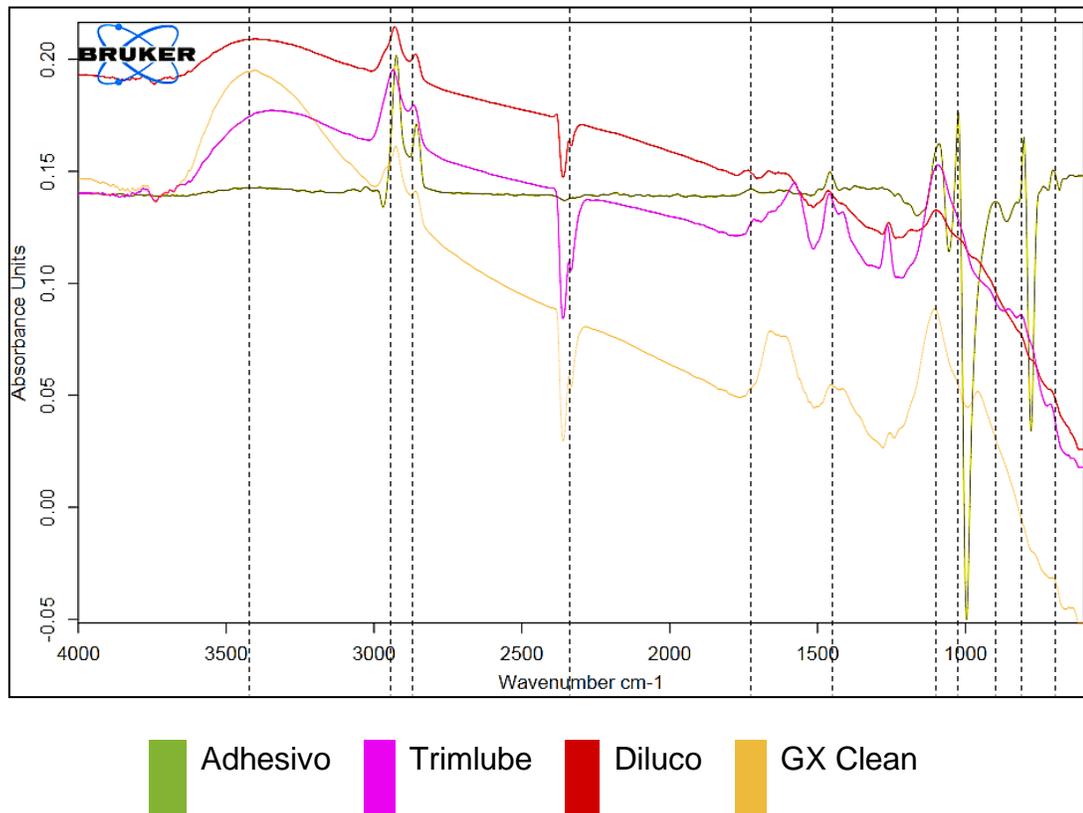


Figura 4.4.3. Espectro FTIR Adhesivo

4.5. Análisis de polarización

En el análisis de polarización electroquímica podemos observar que al ser del mismo material y del mismo modulo, las curvas de polarización tienen un comportamiento muy parecido, por un lado, el potencial de corrosión es bajo, esto quiere decir que su oxidación es lenta y tienen resistencia a la corrosión y no se generaron fenómenos de pasivación evidentes. Por otro lado, la curva de polarización de la base muestra una corriente de corrosión

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

aparentemente más alta, lo que quiere decir que su velocidad de corrosión es ligeramente más alta, esto al igual que su potencial de corrosión que indica que también es más fácil de oxidar, sin embargo, no generó capas de pasivas de óxido en la superficie. Esto puede deberse a que los materiales son ligeramente distintos es cuanto a composición ya que se ocupan en distintos módulos (la carcasa, tapa y costilla para módulos D y base para módulos T). No se observan fenómenos inusuales en la superficie como variaciones en la corriente de corrosión, variaciones en el potencial de corrosión, tampoco muestran las curvas típicas de pasivación, picado ni transpasivación.

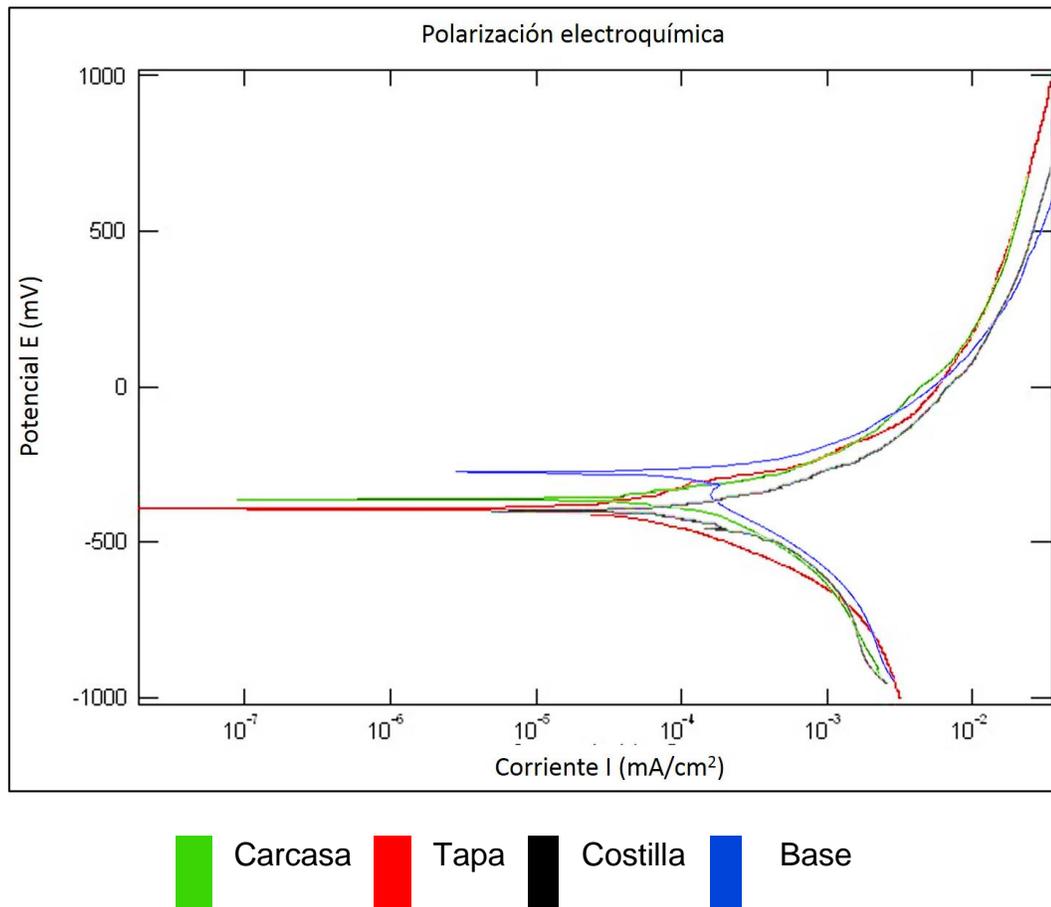
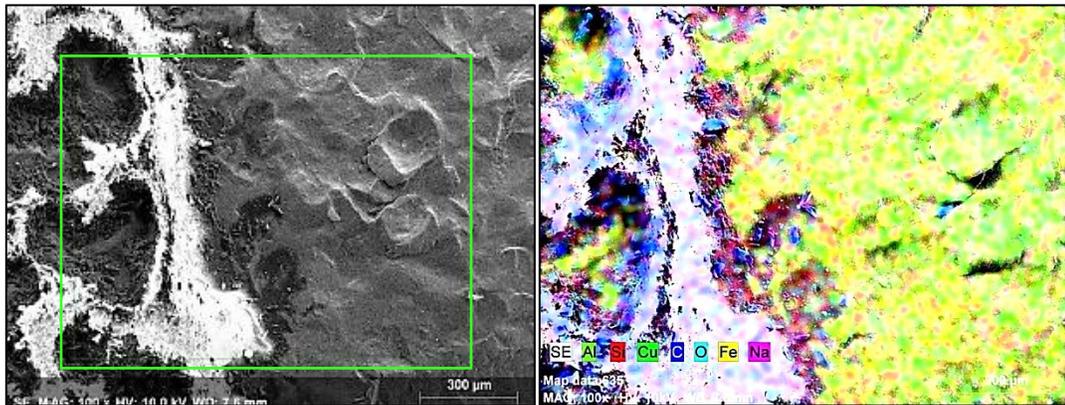


Figura 4.5.1. Curvas de polarización.

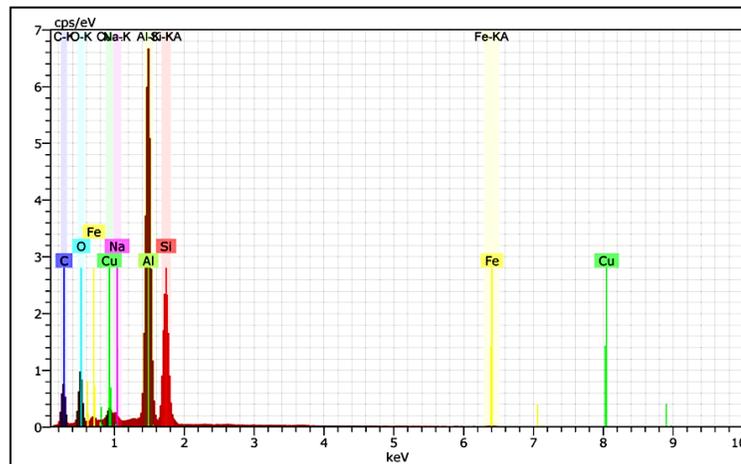
4.6. FIB – cross section

En la Figura 4.6.1 se muestra la micrografía y el análisis EDS previo al análisis FIB, se puede observar contaminación por carbono y oxígeno, se muestran también los elementos que componen la aleación de aluminio como silicio, cobre y hierro, sin embargo, también se observa una gran cantidad de sodio en la superficie.



Micrografía

Mapa EDS



Espectro EDS

Figura 4.6.1. Micrografía y análisis EDS muestra 1 punto 1.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En la Figura 4.6.2 se puede observar que en el punto dos de la muestra existe una cantidad considerable de carbono y oxígeno, estos compuestos parecen distribuirse como hojuelas en la superficie por lo que podría tratarse de carbonatos de sodio en la superficie, causados por la humedad, la presencia de agua dura y las condiciones ambientales, también puede ser causada por la mala limpieza superficial del material.

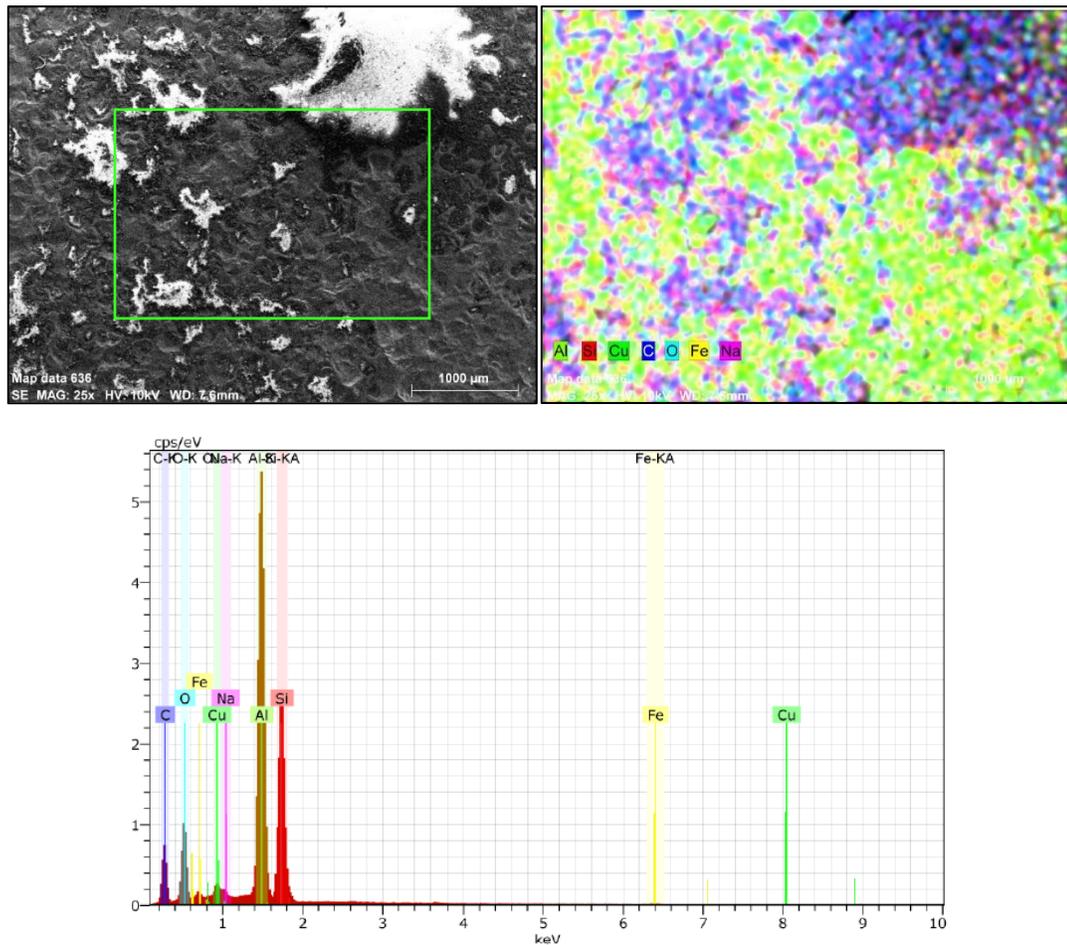


Figura 4.6.2. Micrografía y análisis EDS muestra 1 punto 2.

En la Figura 4.6.3 se muestra el análisis SEM/EDS el punto 3 de la muestra 1 previo al análisis FIB, aquí al contrario de las anteriores muestras,

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

se observa una gran cantidad de aluminio, cobre, hierro, no existen residuos grandes de carbono y el oxígeno forma una película uniforme en la superficie.

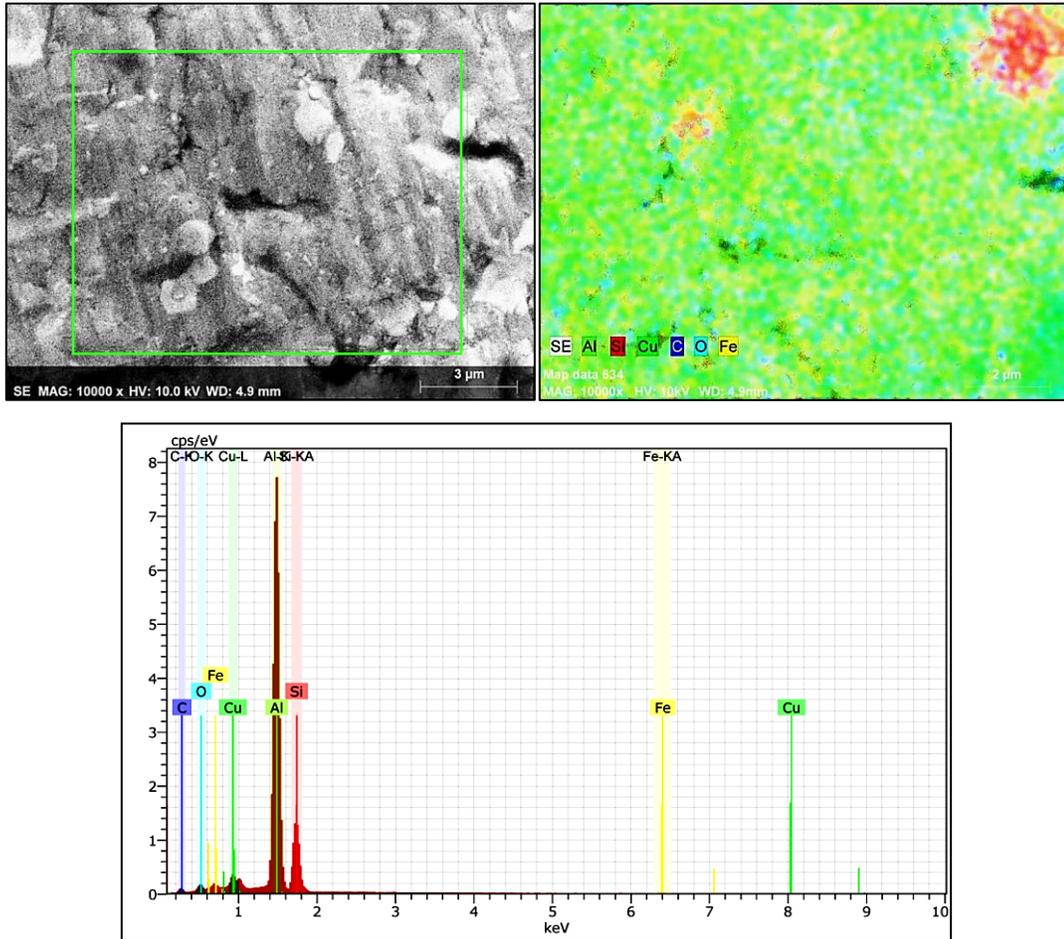


Figura 4.6.3. Micrografía y análisis EDS muestra 1 punto 3.

En la Figura 4.6.4 se muestra el análisis SEM/EDS de las superficie de las muestra previo al análisis FIB, se pueden observar áreas contaminadas con residuos de carbono, sodio y oxígeno, estas manchas pueden dar lugar a fallas adhesivos debido a que este se une a las contaminaciones las cuales tienen menor adhesión al sustrato.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

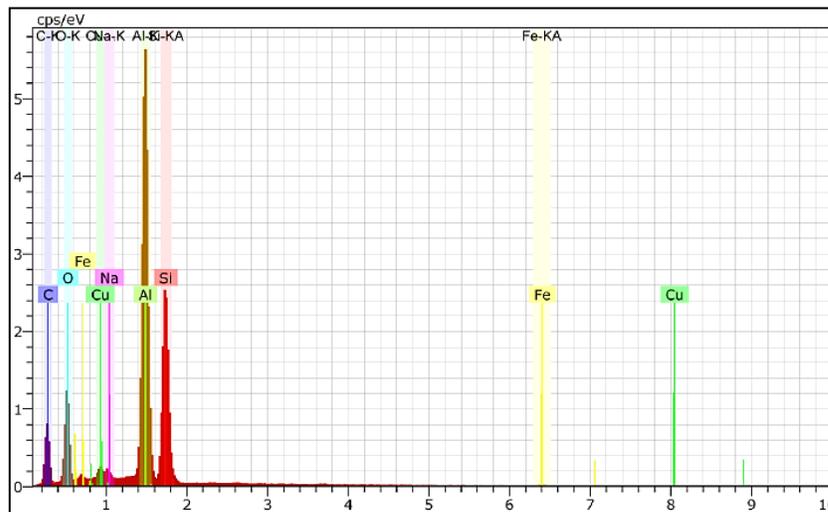
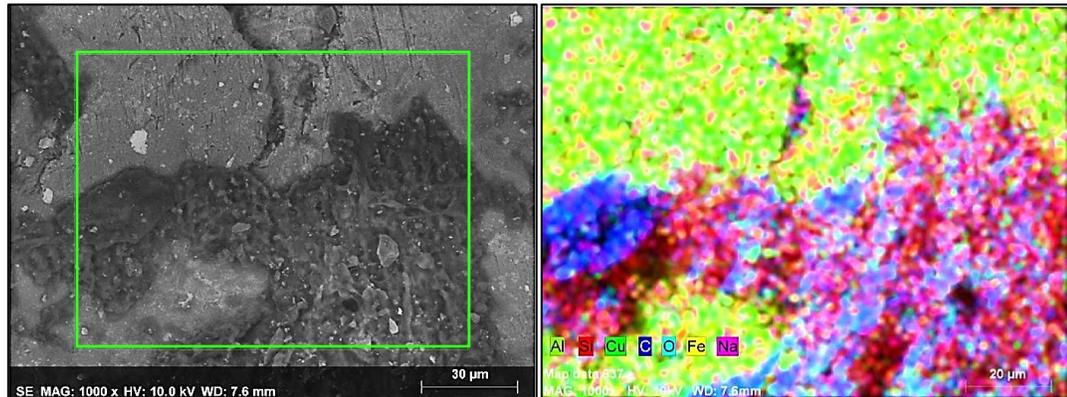


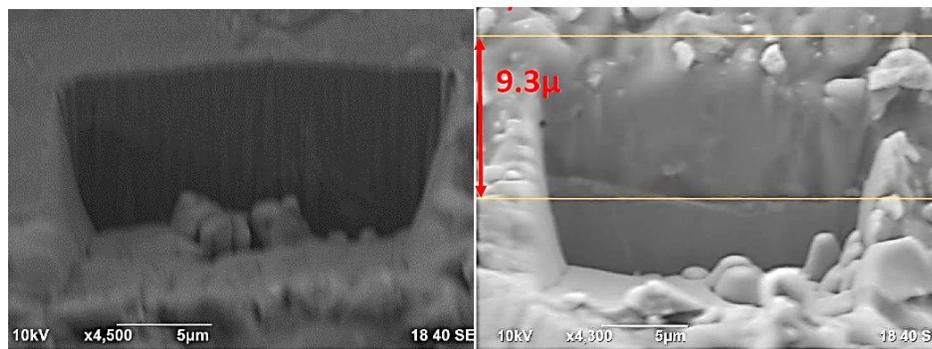
Figura 4.6.4. Micrografía y análisis EDS muestra 1 punto 4.

Se realizaron los análisis FIB X-Section en la superficie de las muestras como se observa en la Figura 4.6.5, en estas muestras se puede observar que la superficie presenta partículas contaminantes en la superficie, estas contaminaciones son las que pueden dar lugar a las fallas adhesivas (delaminaciones) en los módulos D, también, se puede observar que el

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

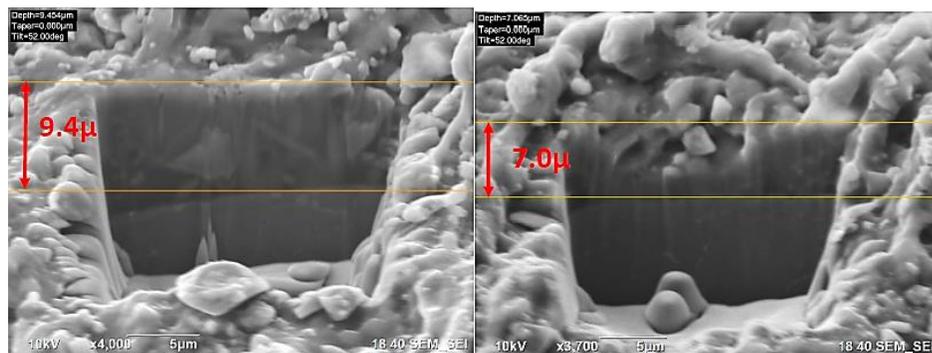
espesor de la capa contaminantes es espesa, va de 7.0-9.4 μm de profundidad.

La razón más probable de estas contaminaciones es que el procedimiento de limpieza de las muestras; como se mostró anteriormente, las muestras presentan una capa de carbono tanto orgánico como inorgánico (en forma de carbonatos de sodio) la cual interfiere con la unión al adhesivo, esto último da lugar a fallas por delaminación en los módulos de transmisión después del curado.



Muestra 1, punto 1

Muestra 1, punto 2



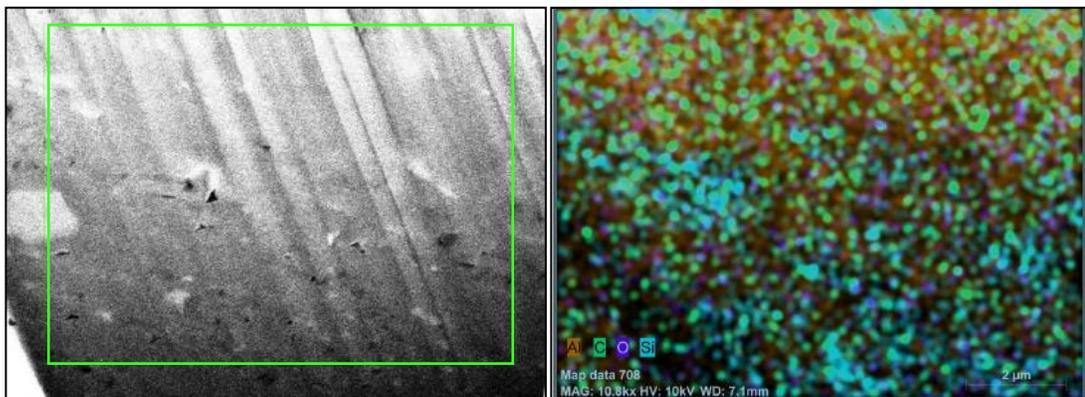
Muestra 1, punto 3

Muestra 1, punto 4

Figura 4.6.5. Análisis FIB X-Section muestra 1

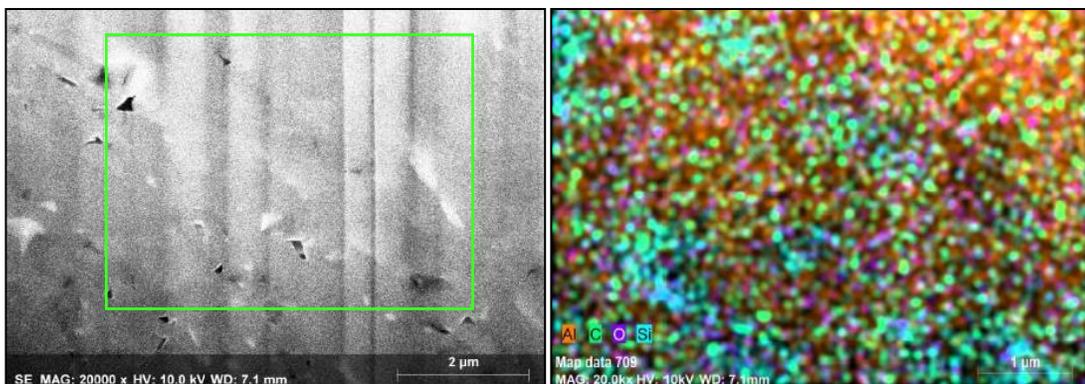
Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En la Figura 4.6.6 es posible apreciar un mapeo EDS de la superficie de las paredes de los cross section hechos mediante FIB. Se puede observar que la superficie está compuesta principalmente por Si, Al, C y O, sin embargo, las concentraciones de C y O no son tan altas en comparación con los análisis superficiales, lo que indica que la contaminación es superficial y no existen incrustaciones de otros materiales que puedan alterar la adherencia de los materiales.



Micrografía Punto 1

Mapa EDS Punto 1



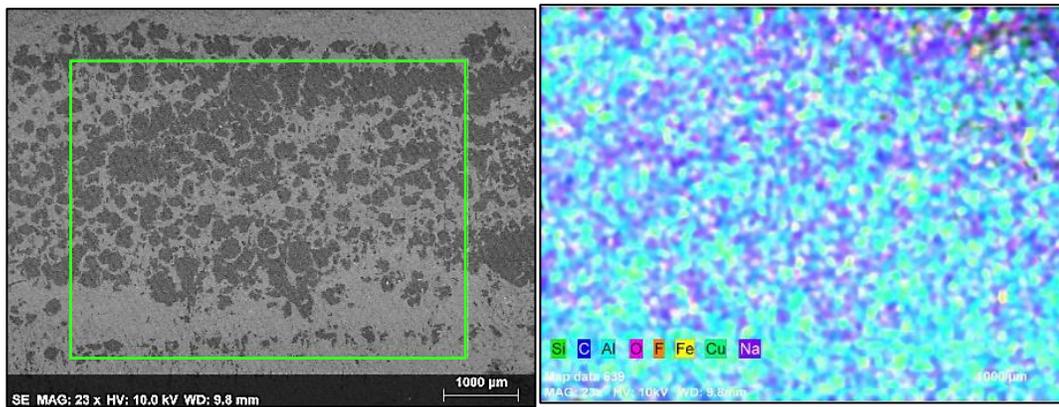
Micrografía Punto 2

Mapa EDS Punto 2

Figura 4.6.6. Micrografía y EDS muestra 1 por FIB x-Section.

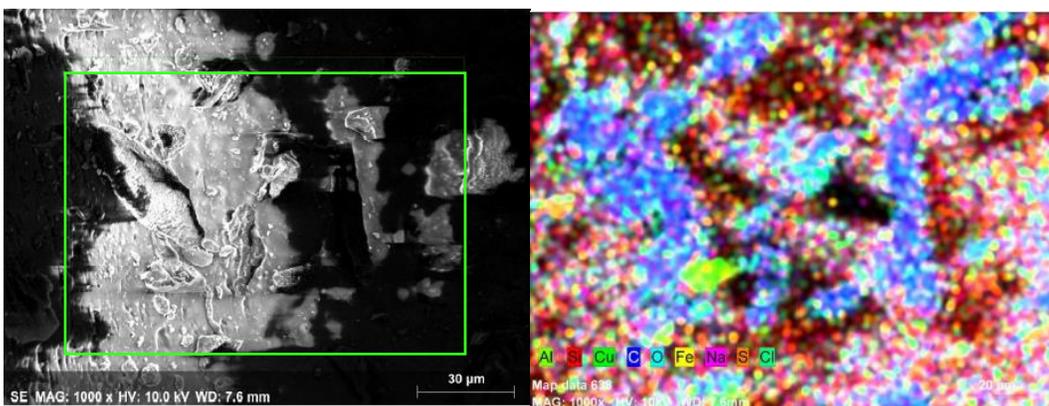
Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En la Figura 4.6.7 se puede observar un análisis SEM/EDS de la superficie de la muestra dos, tanto en el punto 1 como en el punto 2, en esta se pueden observar grandes cantidades de sodio y carbono, también se muestra presencia de oxígeno superficial además de una alta concentración de azufre en el punto 2. Sin embargo, es importante señalar que el análisis se realizó sobre una superficie que había sido ensamblada previamente por lo que el carbono que se observa puede deberse a los residuos del adhesivo utilizado para el ensamble.



SEM Muestra 2, Punto 1

EDS Muestra 2, Punto 1



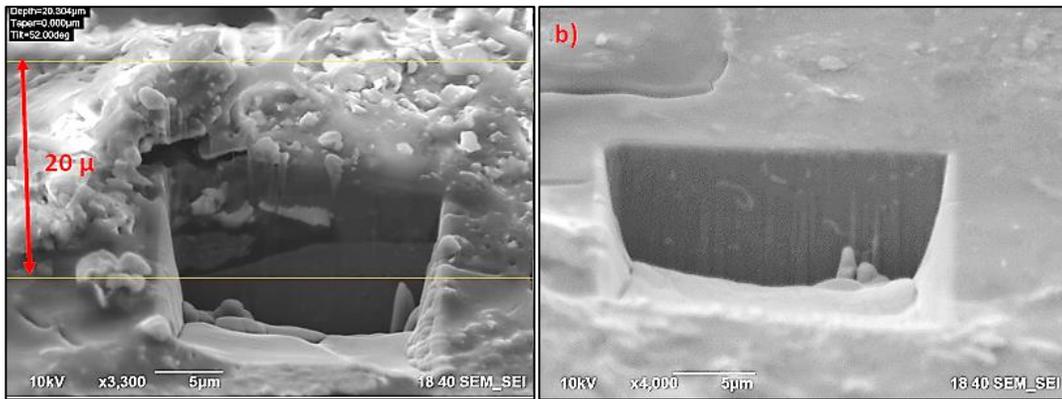
SEM Muestra 2, Punto 2

EDS Muestra 2, Punto 2

Figura 4.6.7. Micrografía y análisis EDS muestra 2

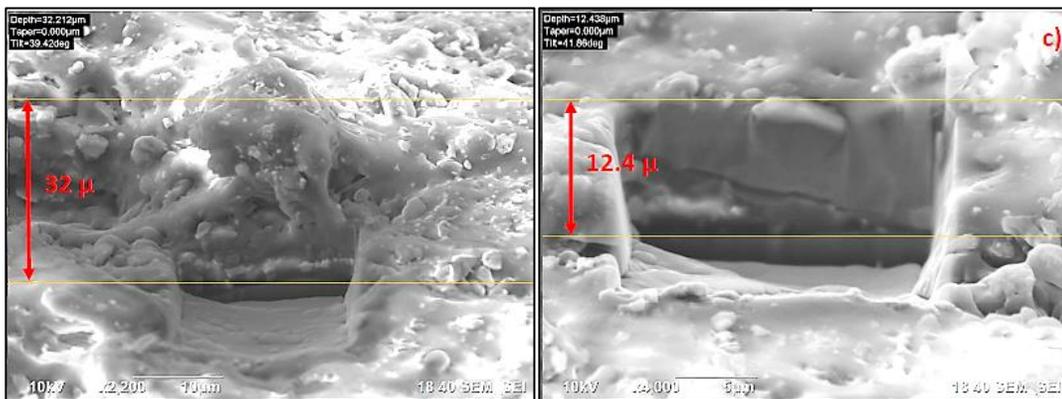
Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En la Figura 4.6.8 es posible observar el análisis FIB de la muestra 2 en los puntos 1 y 2, aquí se aprecian grandes capas contaminantes en la superficie, desde 20 μm en el punto 1 hasta 32 μm en el punto 2, esto limita la adherencia en la superficie, también hace evidente la falta de limpieza de los módulos antes de su ensamble ya que la presencia de elementos contaminantes como carbono, oxígeno, sodio, azufre y silicio encontrado en las muestras juegan un papel clave en la ocurrencia de las fallas adhesivas o delaminaciones presentadas por los módulos D y T en la línea de producción.



Muestra 2, punto 1 A

Muestra 2, punto 1 B



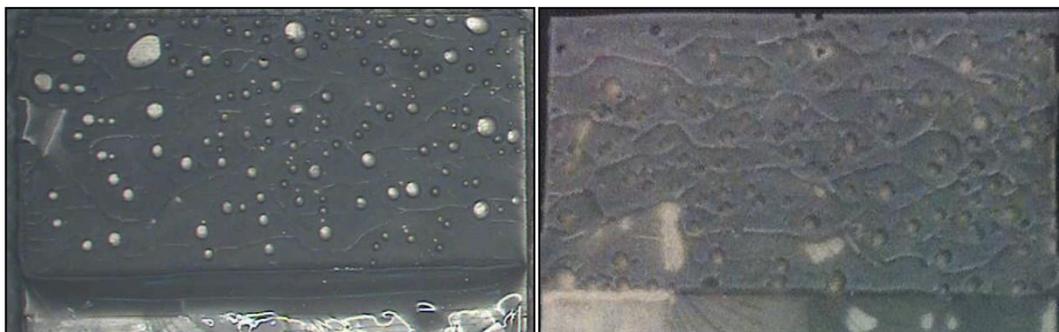
Muestra 2, punto 2 A

Muestra 2, punto 2 B

Figura 4.6.8. Análisis FIB X-Section muestra 2

4.7. Efectos de la contaminación en la adhesión (Esfuerzo cortante).

Tanto las muestras libres de contaminación (blanco) como las muestras tratadas con plasma, mostraron menos del 10% de falla adhesiva, esto quiere decir que existía una adecuada unión entre los sustratos y el adhesivo. En la Figura 4.7.1 se puede observar que la superficie del sustrato no tiene partes del metal base expuestas, lo que quiere decir que el adhesivo se partió por la mitad, dejando residuos en ambas probetas, esto significa que las fuerzas de unión adhesivas son mayores que las cohesivas.



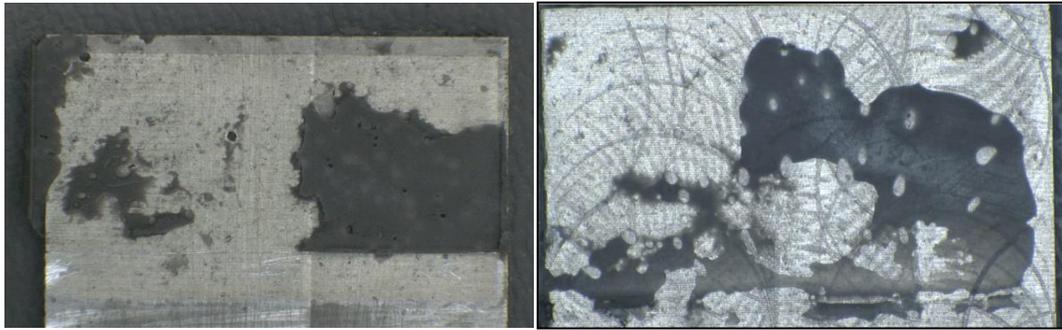
Blanco

Referencia Plasma

Figura 4.7.1. Muestras con menos del 10% de falla adhesiva

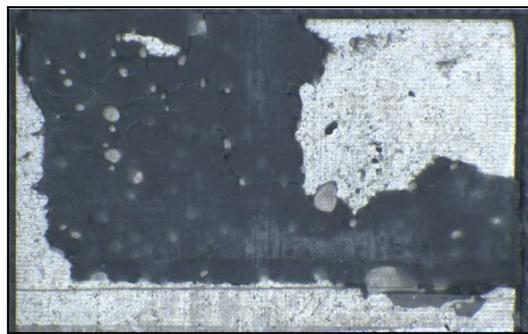
Por otro lado, en la Figura 4.7.2 se muestra el caso contrario, las muestras contaminadas tienen un alto porcentaje de falla adhesiva, lo que significa que las fuerzas de adhesión no son lo suficientemente grandes para mantenerse aun después de que el adhesivo supera su límite plástico. En estas muestras contaminadas con diferentes químicos es posible ver la relación entre la contaminación de las muestras y el modo de falla.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Desmoldante

Lubricante



Solución jabonosa

Figura 4.7.2. Muestras con alto % de falla adhesiva.

De acuerdo con los resultados, se obtiene que existe una relación entre la contaminación por los agentes usados en la fabricación de las carcasas de los módulos D y T, y el modo de falla expresado por los mismos durante el proceso de ensamble en línea. En la Tabla 4.7.1 se puede observar que las muestras obtenidas como blanco después del maquinado y tratadas con plasma muestran de 117 a 188 % más fuerza de cizallamiento (traducida a una mayor fuerza de adhesión) que las contaminadas con lubricante, desmoldante y solución jabonosa.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 4.7.1. Resultados de esfuerzo de cizallamiento

Tratamiento	Esfuerzo de cizallamiento (Mpa)						Promedio (Mpa)	% de falla cohesiva	% de falla adhesiva
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6			
Referencia 1	2.440	2.280	1.912	2.640	2.220	2.040	2.255	100%	0%
Referencia 2	2.250	2.440	1.980	2.540	2.460	1.906	2.263	100%	0%
Contaminada con desmoldante	0.934	1.098	0.946	1.290	1.140	0.802	1.035	0%	100%
Contaminada con lubricante	0.582	0.978	0.578	0.954	1.068	0.800	0.827	0%	100%
Contaminada con solución jabonosa	0.846	0.820	0.904	0.746	0.670	0.704	0.782	0%	100%

En la Figura 4.7.3 se observa que en zonas libres de contaminación los esfuerzos de cizallamiento son mayores y el tipo de falla encontrada es principalmente cohesiva. En zonas tratadas con plasma (que no fueron contaminadas previamente) también la fuerza de cizallamiento es mayor y el tipo de falla encontrada es cohesiva. En adición, las zonas que estuvieron en contacto con Jabón, Lubricante o Desmoldante se encontraron datos con menos fuerza de cizallamiento y se pudieron localizar áreas con falla adhesiva. Por otra parte, los resultados descartan que la aleación A380 no tenga algún problema en su formulación o estructura, ya que se encontraron buenas adherencias en las muestras sin contaminación.

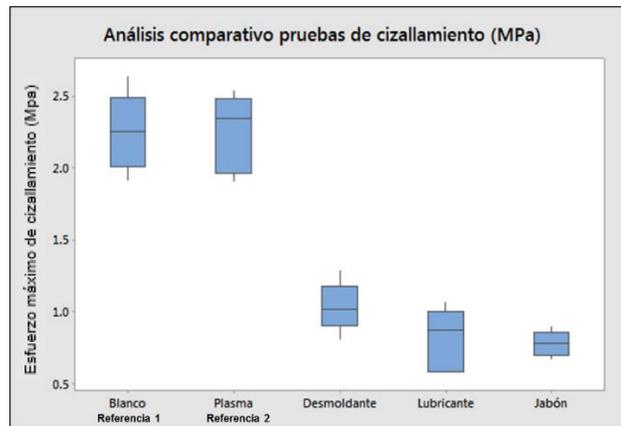


Figura 4.7.3. Comparativo pruebas de cizallamiento.

4.8. Medición de energía superficial.

En la Tabla 4.8.1 se muestran los resultados de la medición de ángulo de gota en las superficies de aluminio A380, estos muestran una gran diferencia de alrededor de 30 a 40 %, siendo superiores las muestras de referencia. Estos resultados muestran una clara afectación de la energía superficial por contaminación, como resultado las muestras presentan fallas dramáticas de adhesión. Entonces es posible determinar que las muestras contaminadas tanto con lubricante, desmoldante y solución jabonosa fallarán en las pruebas de unión adhesiva por cizallamiento.

Tabla 4.8.1. Resultados tensión superficial y ángulo de gota.

Tratamiento	Ángulo de gota y tensión superficial												Tensión superficial promedio (mN/m)
	Muestra 1		Muestra 2		Muestra 3		Muestra 4		Muestra 5		Muestra 6		
	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)	
Referencia 1	30	61.870	28	62.790	34	59.930	40	56.810	28	62.790	38	57.870	60.343
Referencia 2	30	61.870	28	62.790	32	60.910	26	63.680	28	62.790	26	63.680	62.620
Contaminada con desmoldante	70	39.190	66	41.650	58	46.500	68	40.420	52	50.050	60	45.300	43.852
Contaminada con lubricante	68	40.420	58	46.500	64	42.870	62	44.090	66	41.650	68	40.420	42.658
Contaminada con solución jabonosa	64	42.870	60	45.300	54	48.880	52	50.050	52	50.050	62	44.090	46.873

En el diagrama de cajas de la Figura 4.8.1, se puede observar de manera más clara la diferencia entre las energías superficiales de las muestras contaminadas y las muestras de referencia. Obsérvese como la muestra tratada con plasma tiene la energía superficial más elevada y los ángulos de gota más pequeños, esto es debido a la activación superficial y a la limpieza de este tratamiento ya conocido por sus efectos positivos en la energía superficial.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

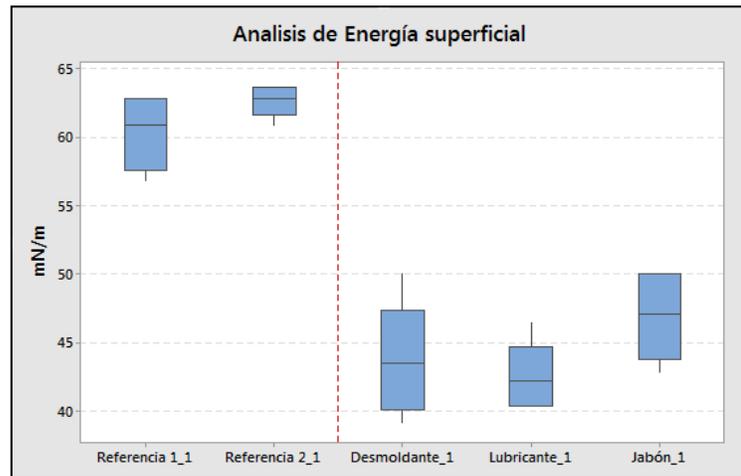


Figura 4.8.1. Comparación energía superficial

4.9. Efectos del tratamiento con plasma en la adhesión (Esfuerzo cortante).

En la Tabla 4.9.1 se muestran los resultados de las pruebas de esfuerzo de cizallamiento usando muestras contaminadas, se puede observar que solo el tratamiento mecánico logra remover la contaminación de la superficie de la muestra debido a que el tratamiento es muy intenso sobre la superficie y logra remover las primeras capas del material que contienen la contaminación. Por otro lado, se puede observar que el tratamiento con solvente (tratamiento A) solo es eficaz removiendo la contaminación por solución jabonosa y no logra remover la contaminación por desmoldante ni por lubricante. Por último, los resultados muestran que el tratamiento con plasma no es suficiente para remover los contaminantes superficiales de las muestras.

Tabla 4.9.1. Resultados de *lap shear* para muestras contaminadas.

Tratamiento	Esfuerzo de cizallamiento (Mpa) – Contaminación de Desmoldante						Promedio (Mpa)	% de falla cohesiva	% de falla adhesiva
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6			
A	1.220	1.540	1.380	0.970	1.540	1.140	1.298	0%	100%
B	2.750	2.350	2.504	2.658	2.685	2.537	2.581	100%	0%
C1	0.857	1.245	0.924	0.648	0.926	1.104	0.951	0%	100%
C2	0.952	0.768	1.242	0.876	0.832	0.752	0.904	0%	100%
C3	1.234	0.984	1.240	0.984	0.846	1.246	1.089	0%	100%
Tratamiento	Fuerza de cizallamiento (Mpa) - Contaminación: LUBRICANTE						Promedio (Mpa)	% de falla cohesiva	% de falla adhesiva
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6			
A	1.258	1.542	1.187	0.982	1.044	1.278	1.215	0%	100%
B	2.145	2.187	2.462	2.108	2.452	2.224	2.263	100%	0%
C1	0.954	1.102	1.054	0.764	0.820	0.987	0.947	0%	100%
C2	1.024	0.838	0.546	0.992	1.384	0.921	0.951	0%	100%
C3	0.856	0.978	1.254	0.985	1.054	1.065	1.032	0%	100%
Tratamiento	Fuerza de cizallamiento (Mpa) - Contaminación: SOL. JABONOSA						Promedio (Mpa)	% de falla cohesiva	% de falla adhesiva
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6			
A	1.904	1.421	1.542	1.754	1.454	1.602	1.613	100%	0%
B	2.204	2.642	2.406	2.224	2.394	2.128	2.333	100%	0%
C1	0.876	0.975	0.847	1.124	0.939	1.029	0.965	0%	100%
C2	0.975	1.184	0.834	1.195	0.904	1.025	1.020	0%	100%
C3	1.254	1.287	0.984	0.820	1.342	1.066	1.126	0%	100%
Tratamiento	Fuerza de cizallamiento (Mpa) - REFERENCIA						Promedio (Mpa)	% de falla cohesiva	% de falla adhesiva
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6			
Referencia	2.440	2.280	1.912	2.640	2.220	2.040	2.255	100%	0%

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En la Figura 4.9.1 se puede observar la tendencia de los datos de *lap shear* en las muestras con desmoldante, es notoria la diferencia entre el tratamiento con abrasión y los demás métodos de limpieza, también se puede observar que la unión es más fuerte al esfuerzo cortante que la referencia, esto es debido a que la abrasión además de remover la contaminación superficial de las muestras, también elimina una capa de óxido pasivo inherente del material, esta capa de óxido interviene en la unión adhesiva como se puede observar en la referencia. Por otro lado, en la Figura 4.9.2 se puede observar el mismo comportamiento en las pruebas de *lap shear* en muestras con lubricante.

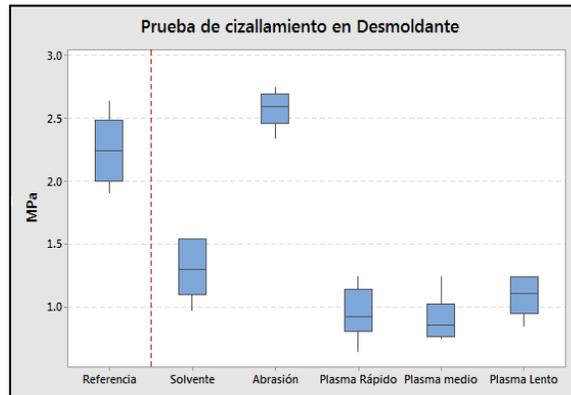


Figura 4.9.1. Prueba de *lap shear* en muestras con desmoldante.

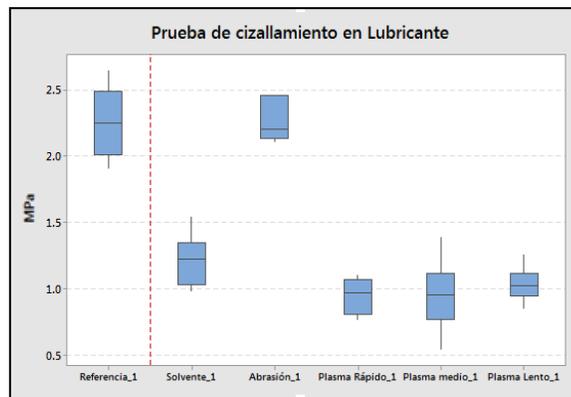


Figura 4.9.2. Prueba de *lap shear* en muestras con lubricante.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En la Figura 4.9.3 se observa que además del tratamiento abrasivo (tratamiento C), el tratamiento A realizado con solvente tiene valores altos de esfuerzo cortante, esto debido a que la composición de la solución jabonosa permitió que estos contaminantes se disolvieran en el solvente, removiendo gran parte de ellos.

En adición, los resultados obtenidos con plasma fueron los más bajos, esto quiere decir que este tipo de tratamiento no es efectivo para remover los restos de los químicos usados en el experimento.

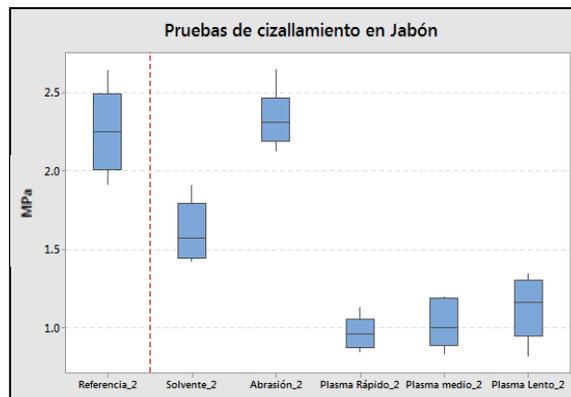


Figura 4.9.3. Prueba de Lap Shear en muestras con solución jabonosa.

En la Tabla 4.9.2 se muestran los resultados de ángulo de gota y tensión superficial promedio para las muestras contaminadas, en ella se observan altos valores de ángulo de gota típicos de superficies hidrofóbicas, esto debido al efecto de los componentes orgánicos en los contaminantes. De acuerdo con el gráfico de la Figura 4.9.4 la tensión superficial más alta se obtuvo con el tratamiento mecánico, sin embargo, es importante mencionar que a pesar de que el tratamiento con plasma más extremo (tratamiento C3) a una velocidad muy baja no fue lo suficientemente fuerte para remover la contaminación a

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

pesar de que se observa un incremento en la tensión superficial en cada uno de los contaminantes.

Tabla 4.9.2. Resultados de la prueba de tensión superficial.

Ángulo de gota y tensión superficial						
Tratamiento	Promedio muestras contaminadas con desmoldante		Promedio muestras contaminadas con lubricante		Promedio muestras contaminadas con solución jabonosa	
	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)	Ángulo (°)	Tensión superficial (mN/m)
A	46	53.50	47	52.94	45	54.06
B	29	62.34	28	62.79	28	62.79
C1	70	39.19	68	40.42	66	41.65
C2	62	44.09	63	43.48	60	45.30
C3	52	50.05	58	46.50	50	51.22

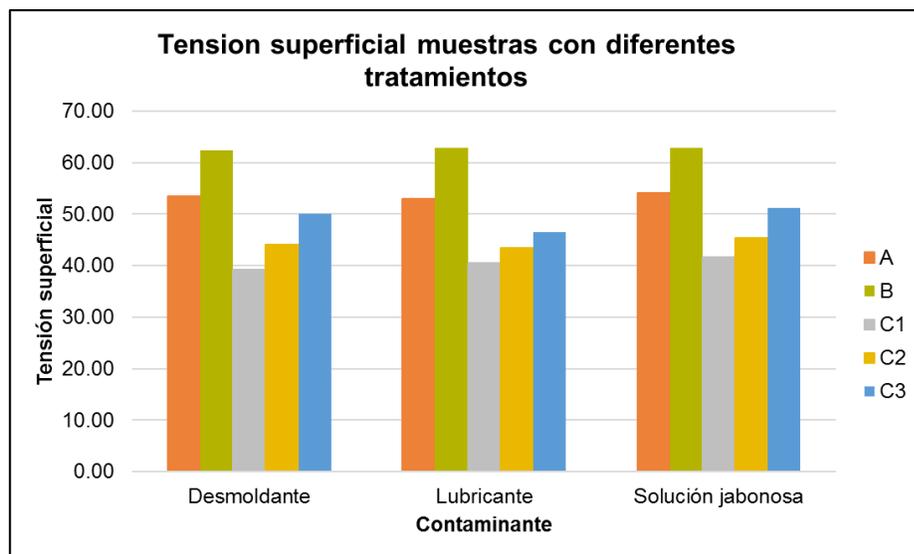
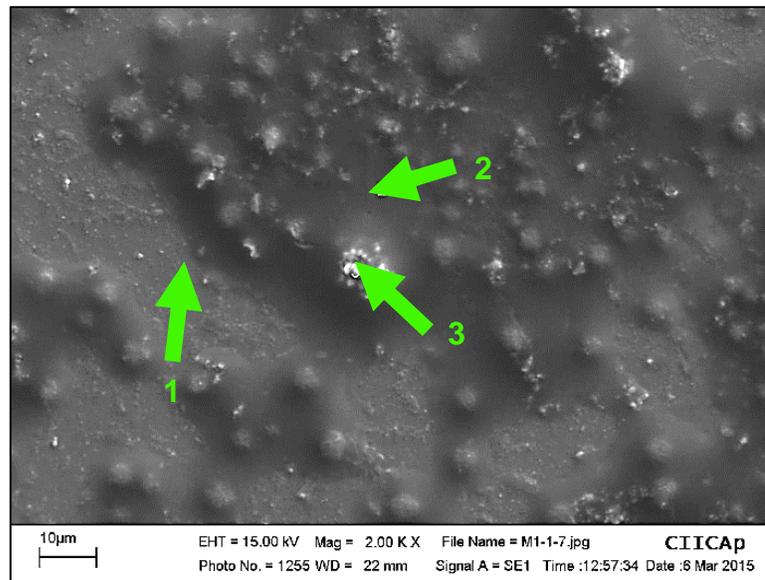


Figura 4.9.4. Comparativo de resultados de tensión superficial.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

La Figura 4.9.5 muestra la superficie de las muestras contaminadas con desmoldante se encontró una alta concentración de carbono de hasta 60% en el punto 1, también se encontraron altas concentraciones de oxígeno y silicio en el punto 2 (hasta 30% de silicio y 45% de oxígeno), esto se debe a la composición del desmoldante, estos residuos afectan directamente en la adhesión a la aleación A380.



Análisis SEM

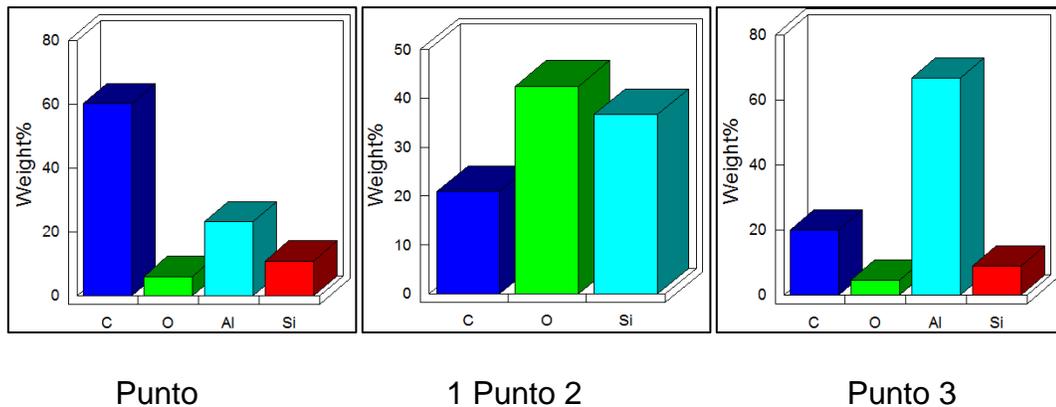
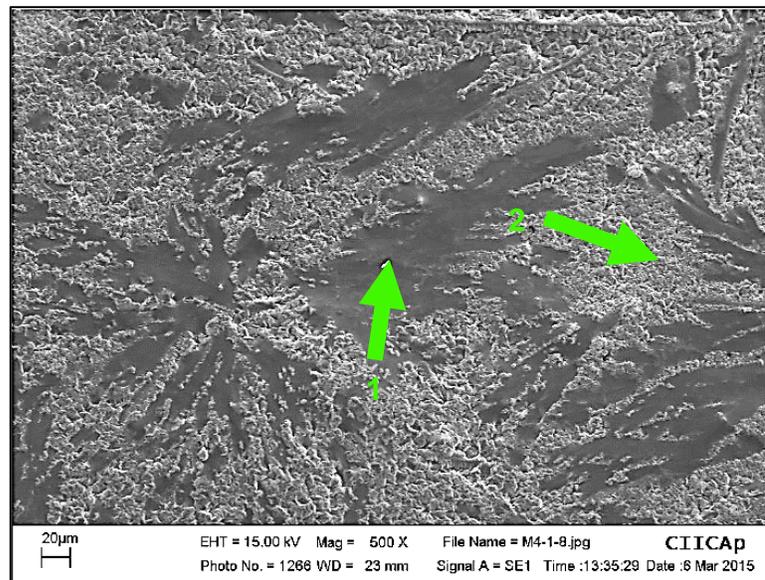


Figura 4.9.5. Muestras contaminadas con desmoldante.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En las muestras contaminadas con lubricante (ver Figura 4.9.6) se observan 2 fases, una se observa más irregular, con gránulos observables aun a 600X, otra fase se observa más homogénea. Sin embargo, en todas las fases se observan concentraciones altas de carbono (hasta 75%), además de observar la presencia de oxígeno y silicio. También aparecen elementos que se adquirieron debido al manejo de las muestras (Na, Mg y Ca).



Análisis SEM

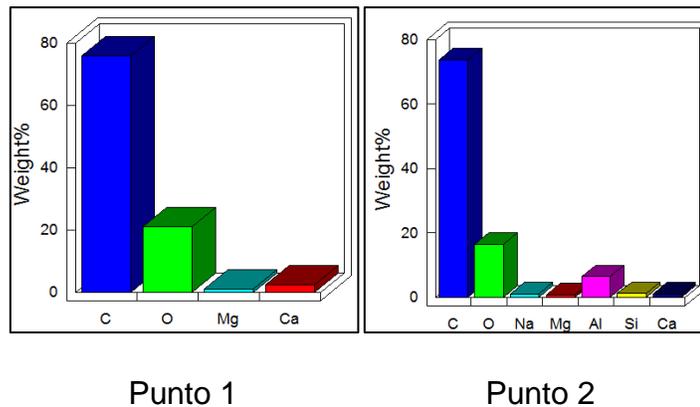
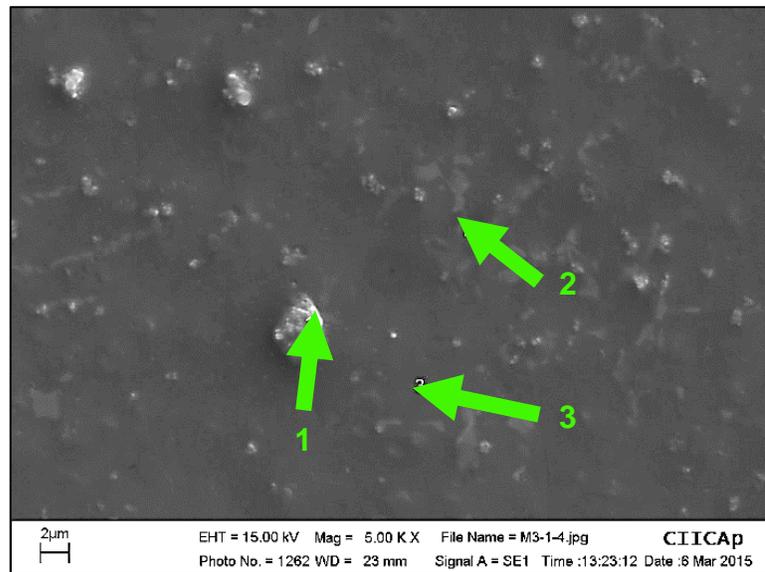


Figura 4.9.6. Muestra contaminada con lubricante.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

La Figura 4.9.7 muestra que la solución jabonosa deja al sustrato una concentración alta de silicio superficial (de hasta 25%), además se observaron concentraciones altas de carbono. También se observan elementos correspondientes a la aleación como el Mn, Fe, Cu. De aquí se concluye que las altas concentraciones de Si, también pueden afectar la adhesión de la aleación al adhesivo epóxico.



Análisis SEM

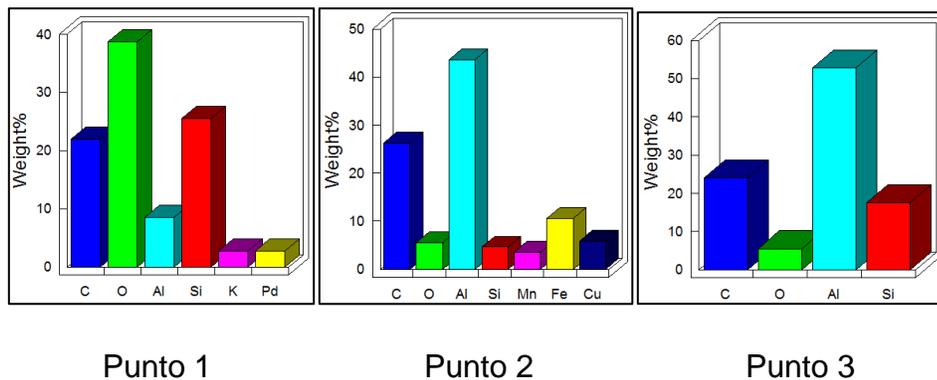


Figura 4.9.7. Muestra contaminada con solución jabonosa.

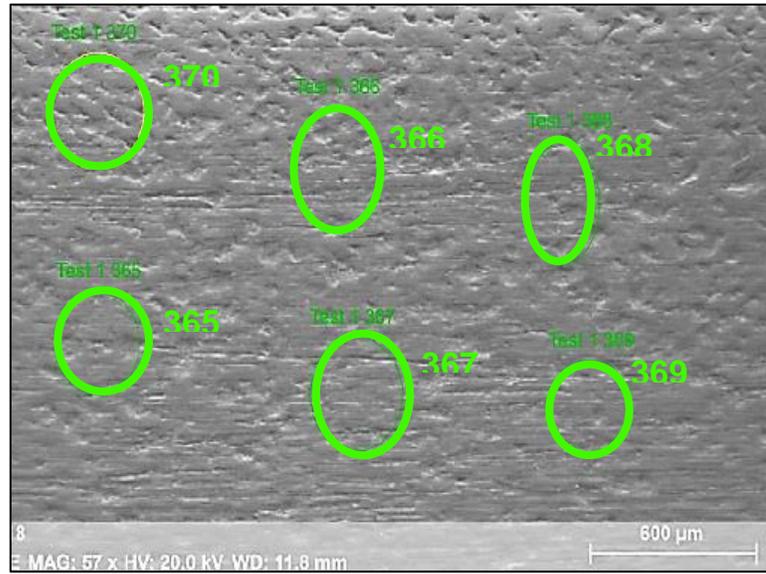
Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Se realizó un análisis SEM y con EDS a las muestras con los mejores resultados de las pruebas de esfuerzo cortante (Muestras del tratamiento B) a las cuales se les dio un tratamiento abrasivo, la superficie de las muestras se observa más uniforme, con ligeros valles, pero no se observan cambios en la composición a lo largo de la superficie. En el análisis EDS (ver Figura 4.9.8) se observa que la cantidad de carbono y de silicio no alcanzan el 10% en promedio al igual que el oxígeno.

Los resultados demuestran que los niveles de oxígeno no influyen tanto de manera individual en la adhesión ya que niveles tan bajos como 10% están presentes en muestras con fallas (tratamientos A, C1, C2 y C3) así como en muestras con buenos resultados de esfuerzo cortante (tratamiento B). Este caso se repite con el silicio ya que está presente en concentraciones bajas de hasta 1.75% en las muestras con fallas y de hasta 10% en las muestras tratadas con abrasión y con buenos resultados de adherencia.

En el caso del carbono se pueden apreciar concentraciones de 75, 65 y 26 % en las muestras contaminadas con desmoldante, lubricante y solución jabonosa, respectivamente. Sin embargo, los resultados sugieren que el carbono es el elemento más crítico en la superficie ya que por debajo de los 10% de C superficial las muestras no presentan fallas, por otro lado, con concentraciones mínimas de 26% las muestras presentan fallas adhesivas y puede elevarse hasta 75% su concentración en las muestras contaminadas con lubricante.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Análisis SEM

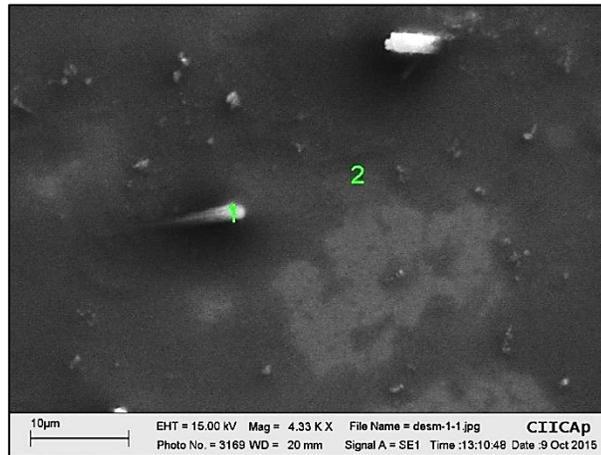
Mass percent (%)							
Spectrum	C	O	Al	Si	Fe	Cu	Zn
Test 1 365	-	8.75	71.30	10.73	1.30	4.71	2.78
Test 1 366	12.42	6.49	65.84	9.33	1.35	2.71	1.86
Test 1 367	7.60	8.16	68.21	9.23	0.84	3.25	2.25
Test 1 368	8.96	6.62	67.12	9.84	1.32	3.66	2.48
Test 1 369	8.00	7.94	68.85	9.35	0.89	2.80	2.17
Test 1 370	9.96	6.06	66.93	9.95	1.31	2.65	2.51
Mean value:	9.39	7.34	68.04	9.74	1.17	3.30	2.34
Sigma:	1.92	1.09	1.91	0.57	0.24	0.79	0.32
Sigma mean:	0.79	0.44	0.78	0.23	0.10	0.32	0.13

Análisis de composición

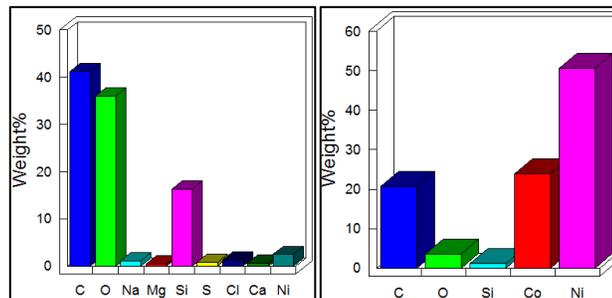
Figura 4.9.8. SEM/EDS de muestra con tratamiento abrasivo.

4.10. Comprobación de C y Si en sustrato de Cobalto

En la micrografía mostrada en la Figura 4.10.1 correspondiente a una muestra contaminada con desmoldante, se observa la deposición de partículas compuestas principalmente de carbono, oxígeno y silicio en concentraciones de 41, 36 y 16% respectivamente, también se puede observar que existen zonas contaminadas principalmente de carbono con bajas concentraciones de silicio y de oxígeno.



Análisis SEM

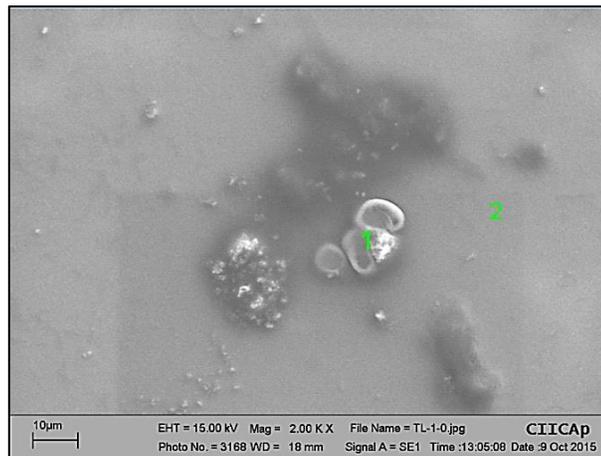


Composición por EDS

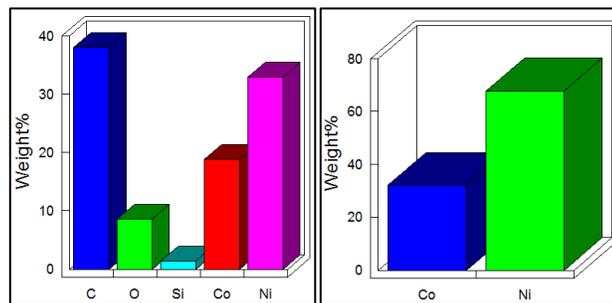
Figura 4.10.1. SEM/EDS muestra Co-Ni contaminada con desmoldante.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En las muestras contaminadas con lubricante (ver Figura 4.10.2) se observan zonas con contaminación principalmente por carbono, sin embargo no presentan concentraciones tan altas como en la Figura 4.10.1, esto puede deberse a que la composición del lubricantes es diferente por lo que se deposita con porcentajes diferentes tanto de Si, como de O. Por otro lado, también se muestran zonas completamente limpias en el sustrato de cobalto.



Análisis SEM



Composición por EDS

Figura 4.10.2. SEM/EDS muestra Co-Ni contaminada con lubricante

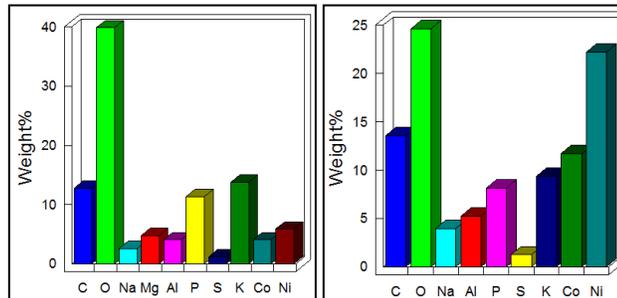
En las muestras contaminadas con solución jabonosa (ver Figura 4.10.3) se muestran partículas compuestas principalmente de oxígeno (hasta

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

un 40%) además se puede apreciar la presencia de otros elementos tales como el sodio, magnesio, fósforo, aluminio, potasio y azufre. Esto puede deberse tanto al manejo debido a la presencia de sodio, potasio, iones muy comúnmente relacionados con la manipulación de las muestras, también puede deberse a la formulación del jabón que comúnmente contienen fósforo, potasio y azufre.



Análisis SEM



Composición por EDS

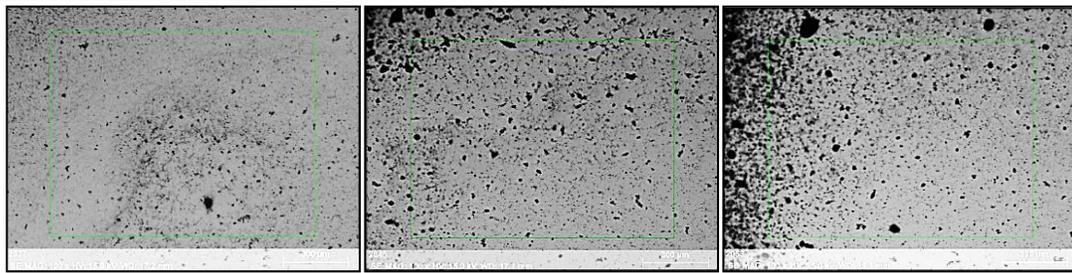
Figura 4.10.3. SEM/EDS muestra Co-Ni contaminada con jabón.

4.11. Comprobación de la cantidad crítica de C y Si en la adhesión mediante diluciones seriadas

La Figura 4.11.1 muestra las micrografías tomadas con SEM de las muestras contaminadas con la solución A (pruebas de la 1 a la 7) y desmoldante de concentración variable, en ellas se pueden observar manchas oscuras en la superficie, las cuales se van esparciendo e incrementándose a medida que la concentración de jabón y desmoldante se incrementa. Tal como lo muestra el mapeo elemental hecho por espectroscopía dispersiva de rayos X de la Figura 4.11.2, estas manchas se componen principalmente de carbono, este no se deposita de manera uniforme en la superficie y forma manchas de tamaños variables. Este carbono depositado proviene de los componentes orgánicos tanto del jabón como del desmoldante.

También se muestran concentraciones de paladio y oro, esto se debe al recubrimiento hecho a las muestras para poder hacerlas conductivas y así observarlas al microscopio. Por otro lado, se observa presencia de níquel (Ni) y de cobalto (Co) ya que el porta muestras usado este fabricado de una aleación de estos materiales.

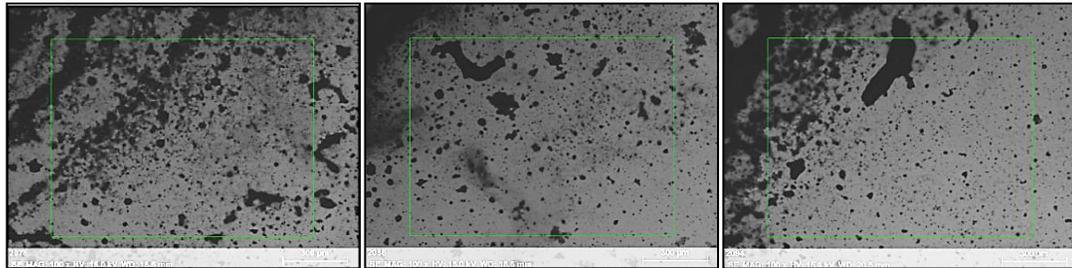
Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Prueba 1

Prueba 2

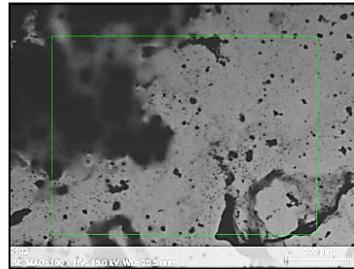
Prueba 3



Prueba 4

Prueba 5

Prueba 6



Prueba 7

Figura 4.11.1. SEM de muestras contaminadas con el tratamiento A.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

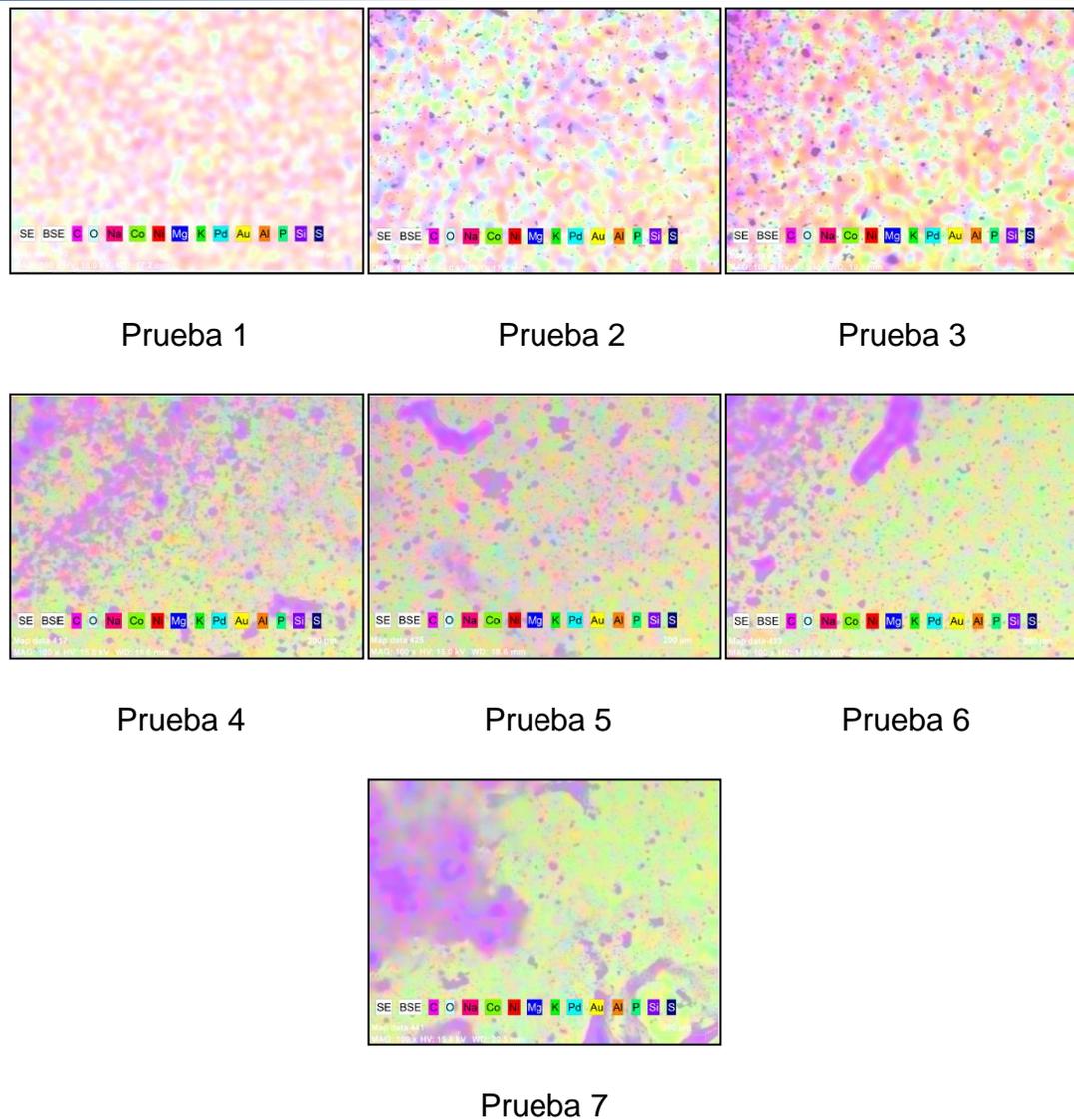


Figura 4.11.2. Mapeo EDS muestras contaminadas con el tratamiento A.

La Tabla 4.11.1 muestra los datos de composición superficial de las muestras contaminadas con el tratamiento A, se observa que la concentración de níquel y cobalto perteneciente al porta muestras es muy alta esto se debe a que la interferencia por parte del herramental que da como resultado que el equipo detecte los elementos como parte de la superficie.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Además, es posible ver una clara tendencia creciente en la concentración de carbono conforme la concentración de desmoldante va incrementándose, lo que no ocurre con otros elementos en la superficie.

Tabla 4.11.1. Composición de muestras del tratamiento A

Prueba	Muestra	Composición											
		C	O	Mg	Al	Si	P	S	K	Co	Ni	Pd	Au
1	1	4.57	5.81	0.43	0.21	0.64	0.33	0.40	0.33	26.80	60.18	0.15	0.15
	2	4.05	5.37	0.33	0.16	0.62	0.35	0.45	0.79	30.53	57.32	0.03	0.00
	3	4.25	5.62	0.45	0.26	0.63	0.31	0.44	0.24	25.65	61.98	0.04	0.13
	4	3.08	8.20	0.41	0.27	0.68	0.50	0.55	0.92	28.78	56.29	0.19	0.13
	PROMEDIO	3.99	6.25	0.41	0.23	0.64	0.37	0.46	0.57	0.94	58.94	0.10	0.10
2	1	4.07	3.68	0.58	0.31	0.94	0.17	0.21	0.31	27.15	62.24	0.19	0.15
	2	6.26	4.10	0.43	0.23	0.81	0.16	0.27	0.51	25.04	61.96	0.05	0.18
	3	5.47	4.58	0.37	0.22	1.25	0.10	0.22	0.45	30.79	56.38	0.14	0.03
	4	6.07	3.24	0.42	0.30	1.05	0.10	0.12	0.18	25.79	62.50	0.08	0.15
	PROMEDIO	5.47	3.90	0.45	0.27	1.01	0.13	0.21	0.36	27.19	60.77	0.12	0.13
3	1	8.04	3.74	0.50	0.27	1.40	0.19	0.20	0.16	25.64	59.47	0.15	0.24
	2	7.98	4.67	0.43	0.09	1.52	0.05	0.16	0.26	29.51	55.33	0.00	0.00
	3	9.14	4.45	0.43	0.26	1.01	0.02	0.10	0.08	23.54	60.50	0.20	0.27
	4	7.82	2.96	0.66	0.32	0.86	0.22	0.23	0.20	21.31	65.07	0.10	0.25
	PROMEDIO	8.25	3.96	0.51	0.24	1.20	0.12	0.17	0.18	25.00	60.09	0.11	0.19
4	1	11.45	5.55	0.30	0.09	2.59	0.07	0.17	0.64	28.15	50.90	0.06	0.03
	2	11.07	3.34	0.30	0.19	1.64	0.04	0.09	0.17	27.18	55.95	0.03	0.00
	3	12.85	4.11	0.25	0.12	2.49	0.30	0.11	0.24	26.04	53.76	0.00	0.00
	4	10.96	2.93	0.45	0.25	1.00	0.10	0.17	0.25	30.54	53.18	0.11	0.06
	PROMEDIO	11.58	3.98	0.33	0.16	1.93	0.06	0.14	0.33	27.98	53.45	0.05	0.02
5	1	14.15	4.29	0.29	0.14	1.18	0.09	0.10	0.17	22.69	56.34	0.00	0.00
	2	15.87	2.77	0.40	0.24	0.94	0.09	0.11	0.10	23.38	55.93	0.08	0.09
	3	13.52	3.36	0.39	0.22	1.14	0.10	0.13	0.07	27.93	53.01	0.08	0.05
	4	16.87	4.38	0.27	0.13	2.17	0.01	0.07	0.09	22.38	53.93	0.00	0.00
	PROMEDIO	15.10	3.70	0.34	0.18	1.51	0.06	0.10	0.11	24.10	54.73	0.04	0.04
6	1	16.14	3.73	0.43	0.25	2.14	0.08	0.13	0.17	23.82	52.88	0.12	0.11
	2	19.45	4.65	0.33	0.17	2.65	0.02	0.11	0.18	26.99	45.42	0.03	0.00
	3	16.05	3.45	0.58	0.30	1.17	0.08	0.15	0.12	23.20	54.62	0.14	0.14
	4	13.73	3.39	0.44	0.27	1.50	0.70	0.10	0.03	23.94	56.43	0.03	0.07
	PROMEDIO	16.34	3.81	0.45	0.25	1.87	0.06	0.12	0.01	24.49	63.33	0.08	0.08
7	1	19.25	4.72	0.30	0.14	2.82	0.01	0.04	0.07	25.31	47.34	0.00	0.00
	2	18.19	3.94	0.50	0.29	1.33	0.09	0.12	0.09	28.35	47.02	0.02	0.06
	3	21.02	5.39	0.49	0.21	2.44	0.02	0.18	0.17	22.91	47.14	0.03	0.00
	4	19.47	3.36	0.39	0.24	1.60	0.04	0.07	0.07	28.43	46.25	0.09	0.02
	PROMEDIO	19.48	4.35	0.41	0.22	2.05	0.04	0.10	0.01	26.25	46.94	0.04	0.02

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

En la Figura 4.11.3 se aprecian las micrografías tomadas por SEM de las muestras contaminadas con la solución B (Pruebas de la 8 a la 13) y desmoldante de concentración variable. Como se puede observar la concentración de carbono aplicada al subir el contenido de jabón de 1% en la solución A al 11 % en la solución B incrementa el contenido de carbono que se queda en la superficie casi cubriéndola por completo en la prueba 13. El mapeo por espectroscopia dispersiva de rayos X (EDS) muestra que también en este caso, la composición principal de las manchas negras es de carbono. Sin embargo, en comparación con las muestras contaminadas con las soluciones de las pruebas 1-7 se observan más zonas contaminadas con oxígeno en la superficie, estas zonas son amplias y están cerca de las zonas que contienen carbono principalmente en las muestras de las pruebas 8, 9, 10 y 13.

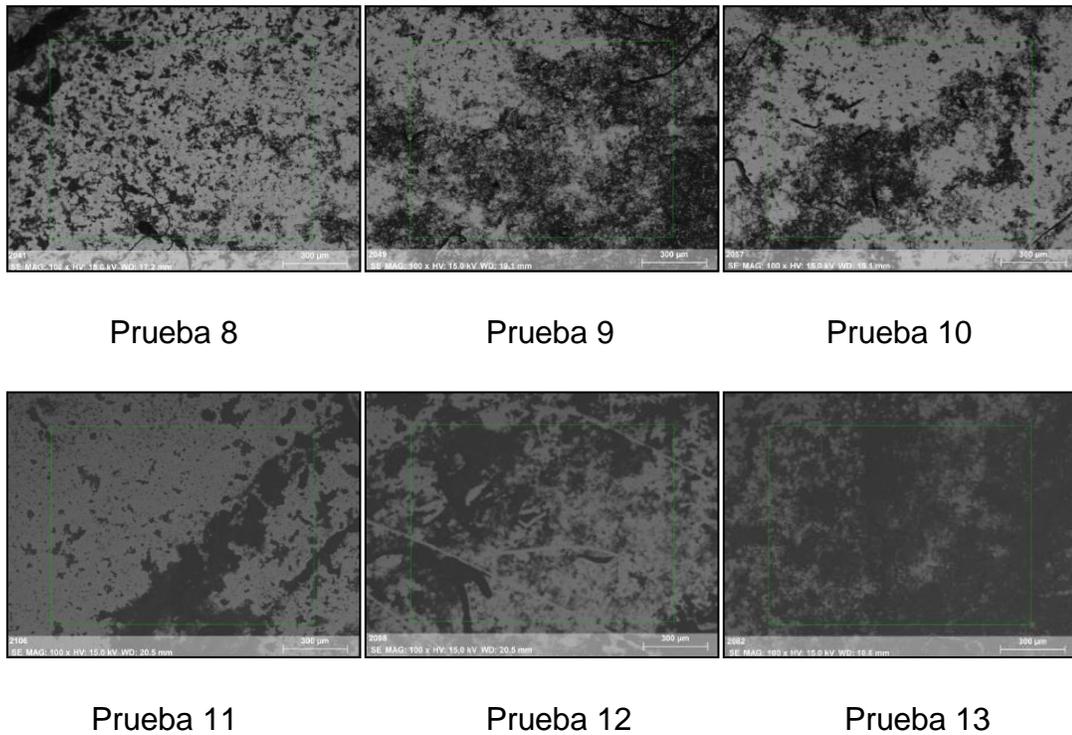


Figura 4.11.3. SEM de muestras contaminadas con el tratamiento B.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

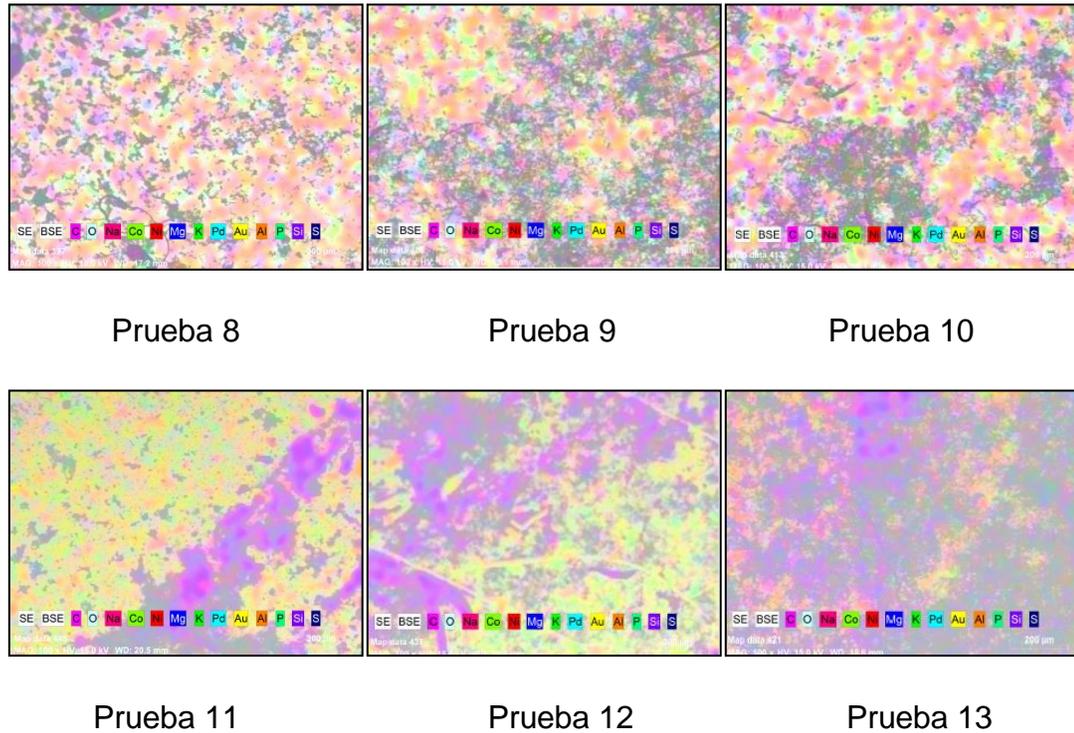


Figura 4.11.4 Mapeo EDS muestras contaminadas con el tratamiento B.

la Tabla 4.11.2 muestra los resultados obtenidos del análisis de composición de las muestras contaminadas con las soluciones de las pruebas 8 a 13; en estas muestras, el carbono sigue una tendencia creciente que va desde 21 % hasta aproximadamente 53 %, sin embargo en el caso del silicio que muestra concentraciones oscilando de 0.5 hasta 3.0 % sin tendencias claras a crecer, en adición, el oxígeno tampoco muestra tendencias relacionadas directamente con la concentración de las soluciones. Lo cual se debe probablemente a la concentración de estos elementos depende de otros factores no conocidos.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 4.11.2. Composición de muestras del tratamiento B.

Prueba	Muestra	Composición											
		C	O	Mg	Al	Si	P	S	K	Co	Ni	Pd	Au
8	1	21.84	12.68	0.34	0.51	0.50	1.36	0.74	2.88	17.87	41.02	0.13	0.13
	2	26.45	11.29	0.38	0.84	0.51	1.54	0.70	0.64	16.59	40.35	0.57	0.14
	3	21.03	11.01	0.47	0.53	0.50	1.91	0.71	3.04	17.12	48.55	0.13	0.00
	4	21.87	11.28	0.53	2.25	0.61	2.45	0.43	2.35	18.60	39.53	0.06	0.04
	PROMEDIO	22.80	11.57	0.43	1.03	0.53	1.82	0.65	2.23	17.55	41.11	0.22	0.08
9	1	25.48	8.29	0.76	2.58	1.01	2.45	0.52	2.22	19.61	36.78	0.10	0.20
	2	26.07	5.04	0.65	1.58	0.69	1.68	0.45	1.83	15.24	46.50	0.13	0.14
	3	24.31	11.97	0.68	1.91	1.96	2.20	0.58	2.18	18.27	35.81	0.11	0.02
	4	24.25	12.01	0.82	0.90	1.94	1.62	0.91	3.30	17.42	26.51	0.18	0.14
	PROMEDIO	25.03	9.33	0.73	1.74	1.40	1.99	0.62	2.38	17.64	38.90	0.13	0.13
10	1	28.97	9.47	0.50	1.41	0.92	1.58	0.31	1.42	18.10	37.25	0.01	0.06
	2	29.67	10.66	0.43	1.09	0.64	1.24	0.26	1.21	19.16	35.64	0.00	0.00
	3	31.54	9.45	0.65	1.93	0.86	2.47	0.56	2.41	14.02	36.11	0.00	0.00
	4	28.43	8.73	0.54	1.24	0.93	1.57	0.48	2.09	16.68	39.25	0.00	0.06
	PROMEDIO	29.65	9.58	0.53	1.42	0.84	1.72	0.40	1.78	16.99	37.06	0.00	0.03
11	1	33.41	21.19	0.77	3.06	2.38	3.22	0.66	3.05	9.91	22.21	0.07	0.07
	2	35.48	19.55	0.83	4.07	2.37	3.79	0.30	1.94	10.21	21.41	0.00	0.05
	3	34.59	17.25	0.74	3.09	2.78	2.90	0.34	1.73	10.82	25.64	0.07	0.05
	4	36.14	18.54	0.61	2.37	2.24	2.33	0.36	1.94	12.34	23.13	0.00	0.00
	PROMEDIO	34.91	19.13	0.74	3.15	2.44	3.06	0.42	2.17	10.82	23.10	0.04	0.04
12	1	48.39	8.39	0.29	0.88	3.45	0.70	0.03	0.31	16.21	21.35	0.00	0.00
	2	49.15	7.27	0.38	0.87	3.79	1.06	0.44	1.48	15.25	20.28	0.03	0.00
	3	51.44	8.28	0.34	0.75	3.48	0.51	0.09	0.34	14.54	20.21	0.00	0.02
	4	49.38	7.90	0.28	0.91	4.40	0.80	0.04	0.31	15.18	21.51	0.00	0.00
	PROMEDIO	49.59	7.78	0.32	0.85	3.78	0.77	0.15	0.61	15.30	20.84	0.01	0.00
13	1	53.47	6.33	0.42	0.49	2.95	0.62	0.29	0.87	15.02	19.54	0.00	0.00
	2	54.29	8.45	0.91	0.08	0.18	1.22	0.20	1.13	13.72	19.82	0.00	0.00
	3	51.49	8.24	0.91	2.04	2.34	2.22	0.25	1.33	12.79	18.39	0.00	0.00
	4	53.91	5.62	0.56	0.28	0.96	0.39	0.28	0.89	15.59	21.36	0.07	0.09
	PROMEDIO	53.29	7.16	0.70	0.72	1.61	1.11	0.26	1.06	14.28	19.78	0.02	0.02

La Figura 4.11.5 muestra un gráfico de composición contra el número de prueba que se realizó, en este gráfico es fácil observar que la tendencia del carbono es directamente proporcional a la intensidad del tratamiento, ningún otro elemento sigue esta tendencia por lo que se comprueba que es la cantidad de carbono superficial la que es crítica a controlar para cuidar la confiabilidad de las uniones adhesivas.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

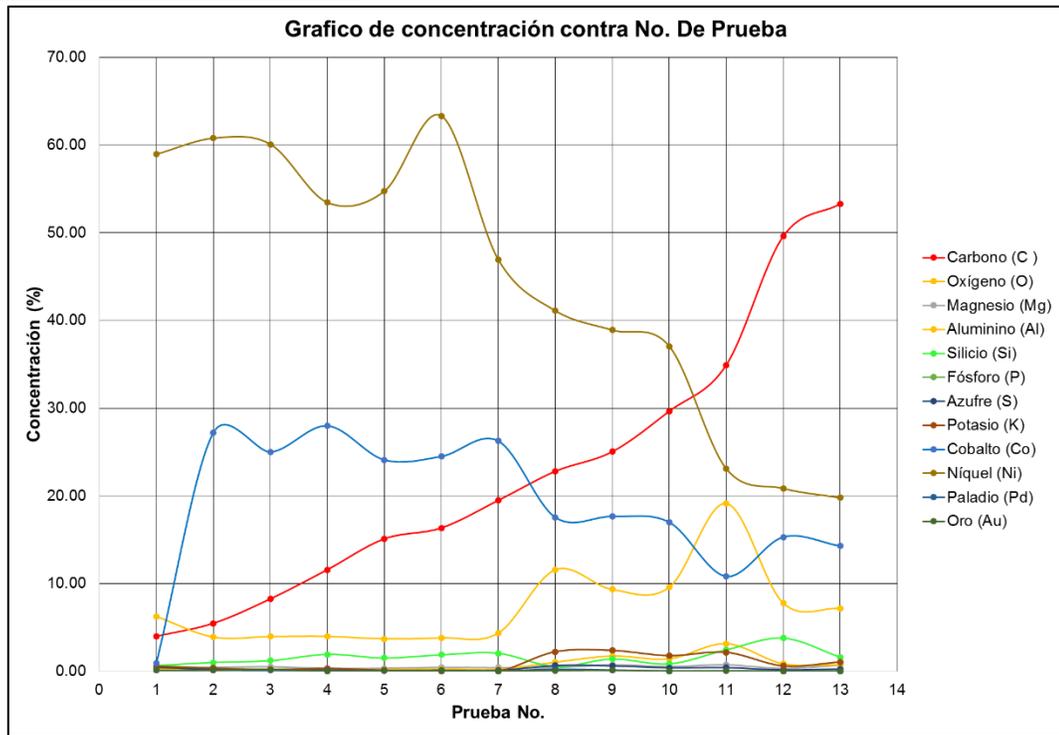


Figura 4.11.5. Gráfico de composición vs número de prueba.

La Figura 4.11.7 muestra los datos de las pruebas de adherencia a tope que se realizaron a las muestras contaminadas tanto con la solución A (pruebas de 1 a la 7) como de la solución B (pruebas de 8 a la 13). Este gráfico muestra una tendencia inversamente proporcional entre la concentración de los tratamientos y la fuerza de adhesión traducida como fuerza de tensión de las muestras, la cual se eleva a más de 2500 N en la prueba 1 (con 3-4 % de C) hasta menos de 500 N en la prueba 8 (con 50-53% de C), este es un descenso muy drástico y exponencial que comprueba que a mayor concentración de carbono superficial en la aleación, la fuerza de adhesión que se expresa como fuerza de tensión es menor.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

La línea roja muestra que se encontró una falla cohesiva >90% hasta la prueba 5 (Solución A 91% - desmoldante 9%). Después de la prueba 5, las muestras presentan una falla adhesiva mayor al 10% por lo que dejan de ser aceptables y se convierten en fallos catastróficos generadores de desperdicio (*Scrap*).

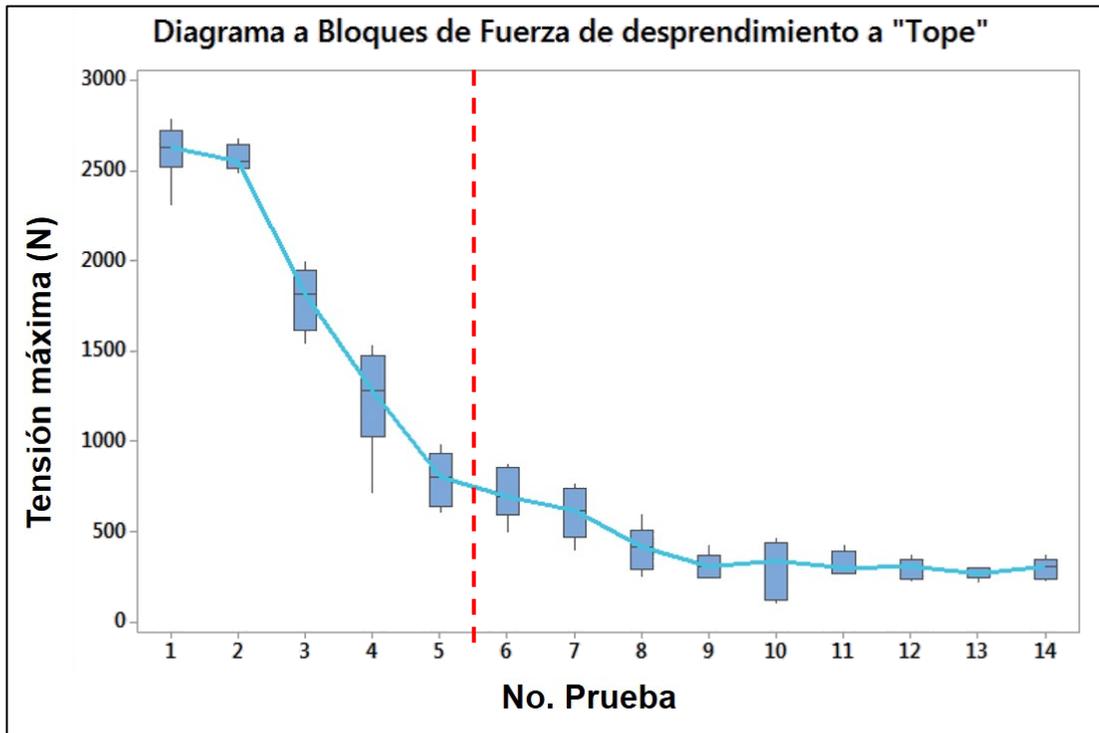


Figura 4.11.6. Gráfico de esfuerzo de tensión vs número de prueba.

Con el fin de encontrar la concentración crítica de carbón que provoca un daño catastrófico en las uniones adhesivas se realizó un análisis cruzado con los datos del análisis de tensión a tope y las concentraciones de carbono superficial.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Tal como lo muestra la Figura 4.11.7, en la prueba 5, donde aparecen las fallas catastróficas, hay una concentración de alrededor de 15.1% de contenido de carbono en la muestra, esto significa que la concentración mínima de carbono que produce falla en la adherencia es de 15% aproximadamente.

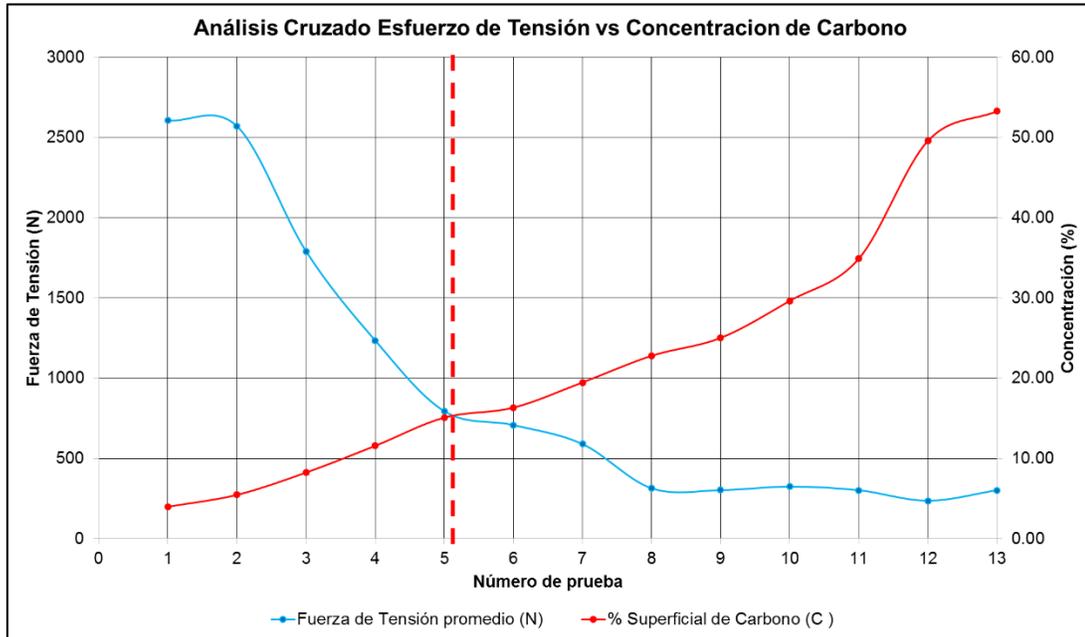


Figura 4.11.7. Análisis cruzado tensión a tope vs %C.

4.12. Pruebas de limpieza preliminares en aleación A380

En la Figura 4.12.1 se muestra una matriz hecha con diferentes parámetros de láser, variando la frecuencia de pulso de 6 a 26 KHz y la velocidad de marcado de 200 a 1600 mm/s, se observa que a menor velocidad y mayor frecuencia el marcado es agresivo, el sustrato se puede observar oscuro, indicativo de carbonización y oxidación, estas áreas se descartan como configuración elegible ya que las capas de óxido generadas por el marcado pueden afectar de manera negativa la adhesión del sustrato.

Por otro lado, las zonas marcadas a bajas frecuencias y altas velocidades muestran zonas sin marcar, estas zonas no son uniformes, la coloración se observa tenue, esto indica que el tratamiento dado en estas zonas no es suficiente para remover las capas superficiales de toda la superficie.

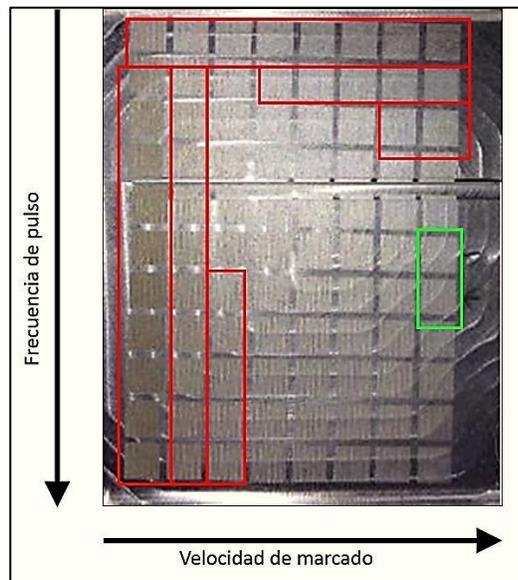


Figura 4.12.1. Resultados del marcado frecuencia vs velocidad

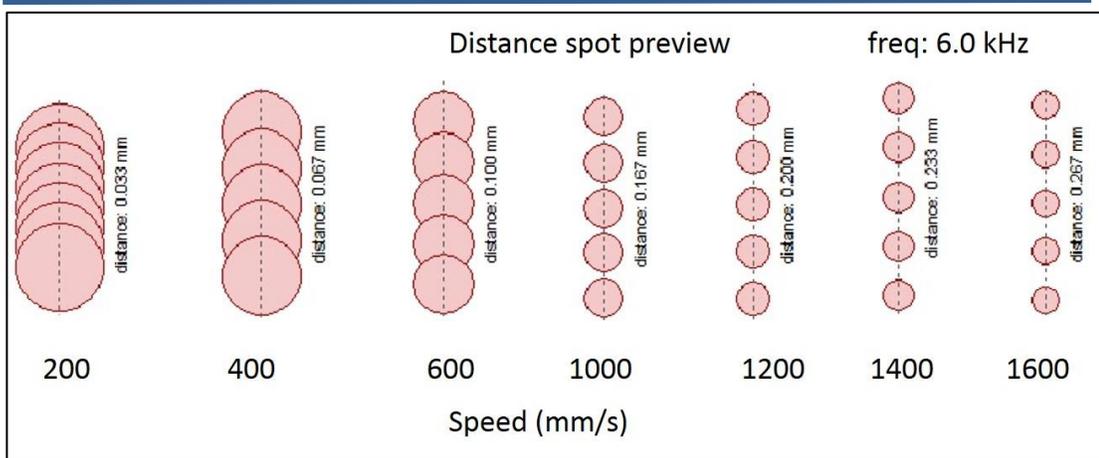
Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

La Figura 4.12.1 muestra los mejores parámetros obtenidos en estas pruebas (cuadro verde), en estas zonas se observa un macado uniforme, no presenta carbonización ni oxidación.

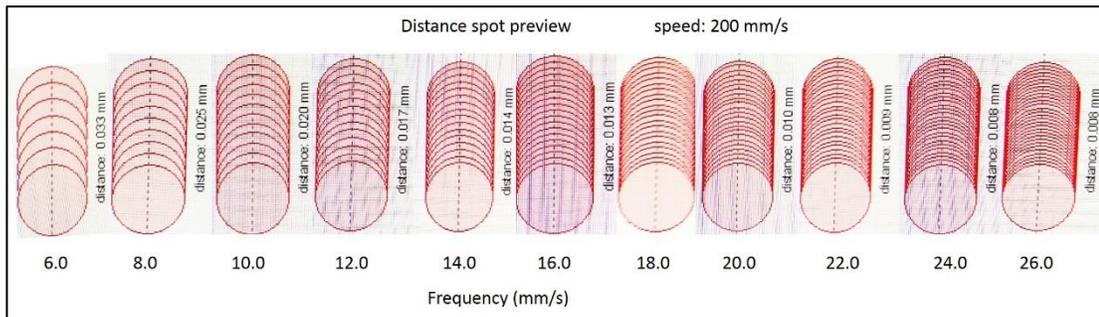
Estos defectos se pueden deber al traslape de los pulsos en el material; tal como lo muestra la Figura 4.12.2 como el pulso del láser se mueve a lo largo de la superficie, a mayor velocidad y menor frecuencia los puntos de marcado de laser se reparan unos de otros, esto da lugar a que los puntos no cubren la superficie total del sustrato, dando lugar a una limpieza deficiente. Por otro lado, a mayor frecuencia de pulso y menor velocidad, los pulsos no se separan lo suficiente del sustrato, esto lleva a que una misma área reciba más de un pulso de láser, en consecuencia, la superficie sufre de sobrecalentamiento y se oxida, o incluso, se carboniza, estos compuestos formados por sobrecalentamiento afectan también a la unión adhesiva.

En la Figura 4.12.2 además se observa el comportamiento de los pulsos usando los parámetros óptimos de velocidad y frecuencia, aquí se observa que el marcaje no se traslapa más de un 25%, este marcaje permite cubrir toda el área del sustrato sin llegar a sobrecalentarlo ni carbonizarlo.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Velocidades altas y frecuencia baja



Frecuencia variable vs velocidad baja



Parámetros óptimos de velocidad y frecuencia

Figura 4.12.2. Comportamiento del pulso láser a diferentes condiciones.

En la Figura 4.12.3 se muestra una comparativa entre el marcado por láser con espacios entre líneas de 0.15 (izquierda) y 0.2 (derecha), las líneas amarillas indican las áreas tratadas con láser, se puede observar que el láser

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

no cubre toda la superficie, sino que deja áreas bastante grandes sin tratar, lo que deja contaminaciones sin remover del sustrato, esto podría no ser útil para mejorar la adherencia del sustrato. Del mismo modo, un espacio de línea muy cercana entre cada línea del láser significaría un sobrecalentamiento del material, el cual al calentarse reaccionaría con el aire y los compuestos evaporados por el láser, lo cual generaría compuestos contaminantes como óxidos, lo cual tampoco favorecería a la adhesión de la aleación A380.

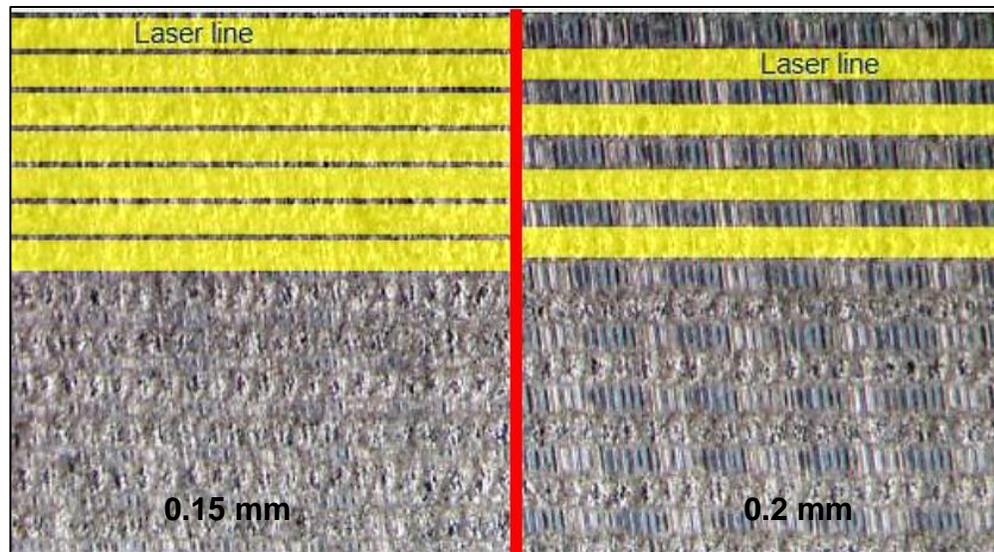


Figura 4.12.3. Comparación entre líneas de láser 0.15 vs 0.2.

4.13. Establecimiento de parámetros óptimos del láser usando pruebas de tensión a tope

La Figura 4.13.1 muestra los resultados de pruebas a tope de las muestras contaminadas con solución jabonosa al 11% y 13% de desmoldante. Como se puede observar, las muestras de referencia que no fueron limpiadas y las que fueron limpiadas con plasma no mostraron un modo de falla cohesiva sino adhesiva. Por otro lado, las muestras tratadas con plasma mostraron un buen desempeño en cuanto al modo de falla, la cual siempre se mantuvo cohesiva, sin embargo, las muestras tratadas con las configuraciones 1, 2, 3 y 5 mostraron un porcentaje de aproximadamente el 50% de falla que se considera inaceptable de acuerdo con el estándar.

En el caso de las muestras tratadas con las configuraciones 4 y 6 cuyas condiciones fueron de 16 KHz a 1600 mm/s y en 26 KHz a 1600 mm/s respectivamente, los resultados de las pruebas a tope muestran un modo de falla cohesivo mayor al 90% por lo que se puede considerar que estas configuraciones son las que muestran los mejores resultados.

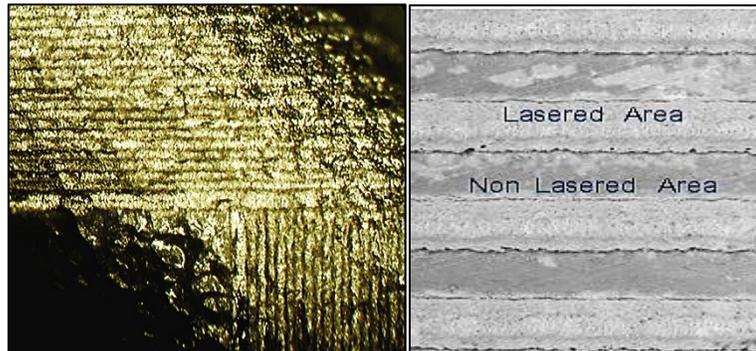
Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Figura 4.13.1. Resultado de pruebas de tensión a tope.

4.14. Prueba sobre material de producción

La Figura 4.14.1 muestra un área donde se aplicó laser, y un análisis SEM/EDX permitió determinar la aparición de surcos en la superficie fácilmente diferenciable de otras áreas sin laser. Por otro lado, en la composición elemental de la superficie de las muestras tratadas con láser, el carbono no alcanza los 15%, además de que se observan porcentajes de oxígeno que no rebasan los 10%. Por lo demás, no se detectaron elementos contaminantes después del tratamiento ya que los elementos como Si, Fe, Cu y Zn son propios de la aleación A380 e incluso, aparecen en casi los mismos porcentajes en los que componen la aleación (Si 7.5-9.5%, Cu 3.0-4.0%, Fe 0.7-2.0%, Zn 3.0%).



Micrografía

Imagen SEM

Spectrum	C	O	Al	Si	Fe	Cu	Zn
Test 1 365	-	8.75	71.30	10.73	1.30	4.71	2.78
Test 1 366	12.42	6.49	65.84	9.33	1.35	2.71	1.86
Test 1 367	7.60	8.16	68.21	9.23	0.84	3.25	2.25
Test 1 368	8.96	6.62	67.12	9.84	1.32	3.66	2.48
Test 1 369	8.00	7.94	68.85	9.35	0.89	2.80	2.17
Test 1 370	9.96	6.06	66.93	9.95	1.31	2.65	2.51

Análisis de composición por EDS

Figura 4.14.1. Micrografías y análisis EDS

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

De las 50 piezas tratadas mediante ciclos de choques térmicos de -40 °C a 120 °C durante 40 h, el 0.0 % mostró fallas adhesivas en la inspección visual. La Figura 4.14.2 muestra las áreas de las muestras de módulos D de producción tratados, de acuerdo con la inspección visual, no se encontraron fallas por delaminación.



Figura 4.14.2. Inspección visual muestra tratada por choques térmicos

Por otra parte, en la Tabla 4.14.1 se puede apreciar que la rugosidad promedio de la superficie tratada subió de 13.5 μm a 19.3 μm (aproximadamente 40%) respecto a su rugosidad sin aplicación de láser. Esto se debe al marcado de surcos en la superficie (ver Figura 4.14.1) y por la creación de irregularidades en las superficies, cráteres, valles, etc. Estas irregularidades incrementan el área superficial de la muestra y crean sitios de nucleación donde el adhesivo puede unirse lo que incrementa la fuerza de adhesión e incrementa la confiabilidad de las uniones.

Tabla 4.14.1. Rugosidad antes y después del tratamiento con láser.

No de Muestra	Perfil de Rugosidad	
	Antes del láser Rz (μm)	despues de Laser (μm)
1	11.2	17.45
2	13.5	16.72
3	10.9	19.31
4	11.71	21.4
5	15.47	24.03
6	10.21	18.52
7	14.39	20.35
8	13.51	16.91
9	12.7	18.3
10	16.45	15.31
11	14.81	17.41
12	15.73	18.35
13	13.83	20.42
14	11.79	21.49
15	15.63	23.41
16	11.03	18.43
17	13.64	17.77
18	13.07	17.03
19	16.25	18.95
20	13.81	24.02
Promedio	13.4815	19.279

4.15. Validación del sistema láser y optimización de parámetros

La Figura 4.15.1 muestra fotografías tomadas por un microscopio óptico a 40X antes de ser procesadas las muestras en la línea de producción, se puede observar la abrasión de las superficies realizada por el láser, se observan zonas quemadas en las muestras 1, 10, 13 y 20 (ver Figura 4.15.2). En la Se pueden observar también marcados profundos en las muestras 2, 8, 15 y 16 (ver Figura 4.15.3).

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.



Figura 4.15.1. Resultados de la abrasión con láser.

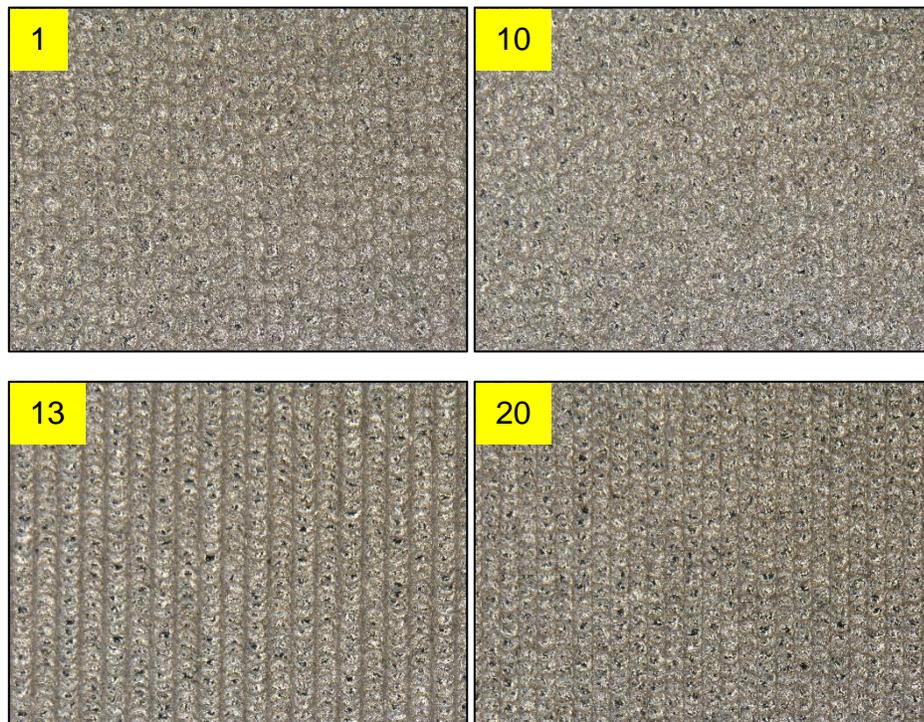


Figura 4.15.2. Muestras con zonas quemadas

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

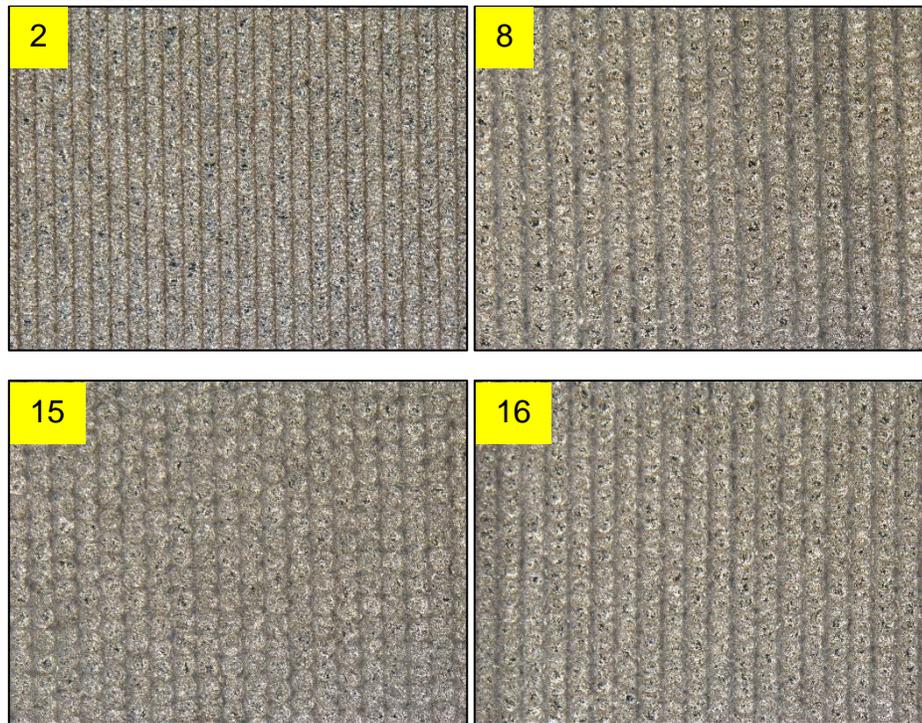


Figura 4.15.3. Zonas de marcado profundo por láser.

Los resultados de tiempo de ciclo, fuerza de adhesión (expresada como fuerza máxima de desprendimiento), en ellas se puede observar que todas las muestras dieron resultados satisfactorios, ninguna muestra sobrepasa el 10 % de falla adhesiva (90 % de falla cohesiva). Las fuerzas máximas de desprendimiento van de 2.71 KN a 3.238 KN esta fuerza es diez veces más grande que la obtenida en las muestras de referencia que son en promedio 0.27 KN. Sin embargo, los tiempos de ciclos obtenidos van de 10.303 a 33.380 segundos, lo que será una limitante ya que se necesitan tiempos de ciclo bajos (lo más bajo posible) para que sea posible incluirlo como un proceso en la línea de producción.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Tabla 4.15.1. Resultados de pruebas de validación de limpieza por láser.

Muestra	Fuerza máxima de desprendimiento (KN)	Falla adhesiva (%)	Falla cohesiva (%)	Tiempo de ciclo (s)
1	3.028	4.0	96.0	13.293
2	3.127	0.0	100.0	10.966
3	3.138	0.0	100.0	16.140
4	3.088	0.0	100.0	18.251
5	3.059	0.0	100.0	10.303
6	3.068	0.0	100.0	16.121
7	2.971	0.0	100.0	31.022
8	3.031	4.0	96.0	33.380
9	3.059	0.0	100.0	16.122
10	3.238	0.0	100.0	18.278
11	2.710	0.0	100.0	16.109
12	3.049	0.0	100.0	30.484
13	3.021	5.0	95.0	17.502
14	2.931	0.0	100.0	16.122
15	3.090	0.0	100.0	10.291
16	2.950	0.0	100.0	17.489
17	3.049	0.0	100.0	16.118
18	2.680	0.0	100.0	31.054
19	3.229	0.0	100.0	16.116
20	2.668	4.0	96.0	16.121

La Figura 4.15.4, muestra una comparación entre los resultados de la fuerza de tensión a tope de muestras tratadas con láser (tanto el valor menor como el mayor) y muestras de referencia sin tratamiento. En ella se muestra que la diferencia es de un orden de magnitud con respecto a la referencia, lo que representa una mejora en la fuerza de adhesión de la aleación A380.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

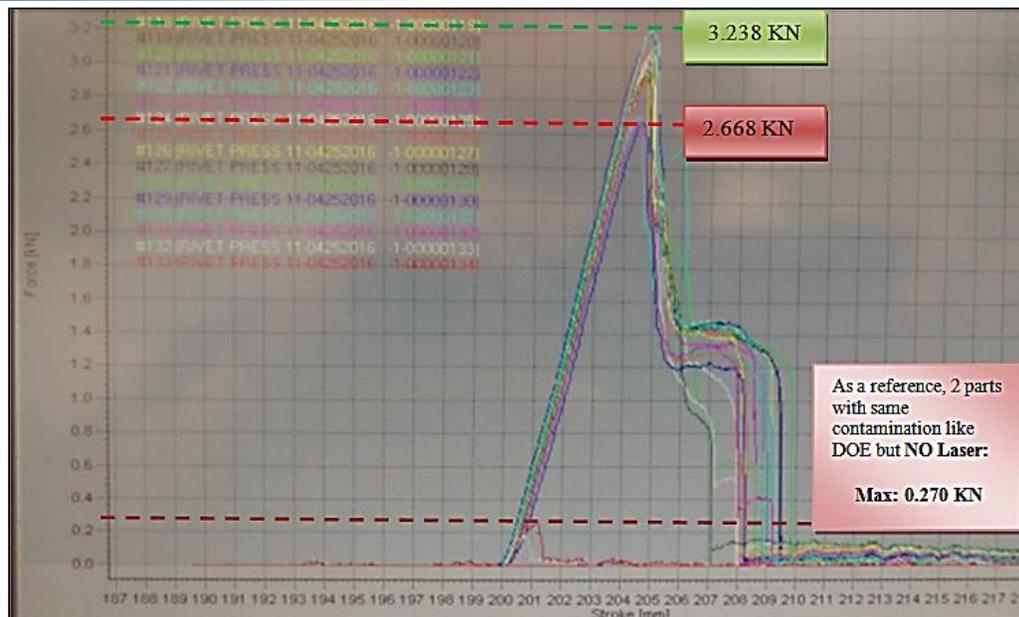


Figura 4.15.4. Resultados de la prueba de tensión a tope.

Por otro lado, en la Figura 4.15.5 se presentan las muestras 1, 5, 11 y 18 que presentaron fallas adhesivas en las orillas de las zonas tratadas con láser, estas muestras presentaron además zonas quemadas en el examen visual realizado previo a su ensamble. Por esta razón se puede intuir que los efectos del láser pueden ser negativos cuando la composición de la superficie es afectada por el exceso de tratamiento de láser. Sin embargo, estas fallas no superan el máximo porcentaje permitido por los estándares internos establecidos por la empresa y por el proveedor del adhesivo. Adicionalmente, estas muestras no presentan señales de desprendimiento de un lado a otro por lo que no existe fuga de líquido exterior al interior del módulo.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

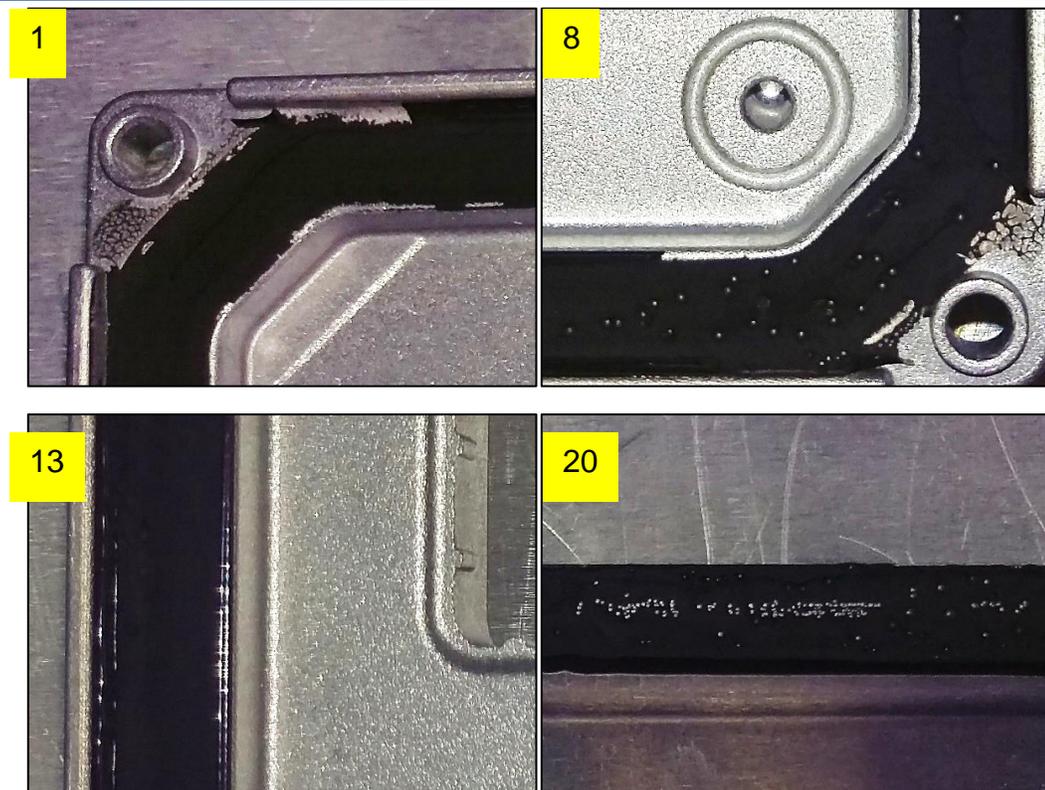


Figura 4.15.5. Modo de falla módulos T, pruebas de abrasión con láser.

En contraste, la Figura 4.15.6 muestra el modo de falla de las muestras usadas como referencia, en ellas se puede observar un modo de falla totalmente adhesiva, lo que indica que no existe adherencia entre el sustrato y el adhesivo.

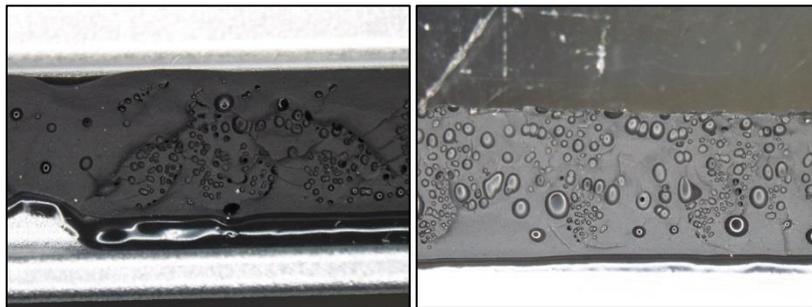


Figura 4.15.6. Modo de falla muestras de referencia.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Como resultado del análisis estadístico (ver Figura 4.15.7) se obtuvieron los mejores parámetros para alcanzar una fuerza de desprendimiento alta en el menor tiempo de ciclo. Los parámetros fueron los siguientes:

- Frecuencia: 16591 Hz.
- Velocidad: 3538 mm/s
- Ancho de Línea: 0.1 mm.

Según los cálculos realizados, la fuerza de desprendimiento esperada con el uso de los parámetros antes mencionados es de 3.29 KN con un tiempo de ciclo también calculado de 16 segundos.

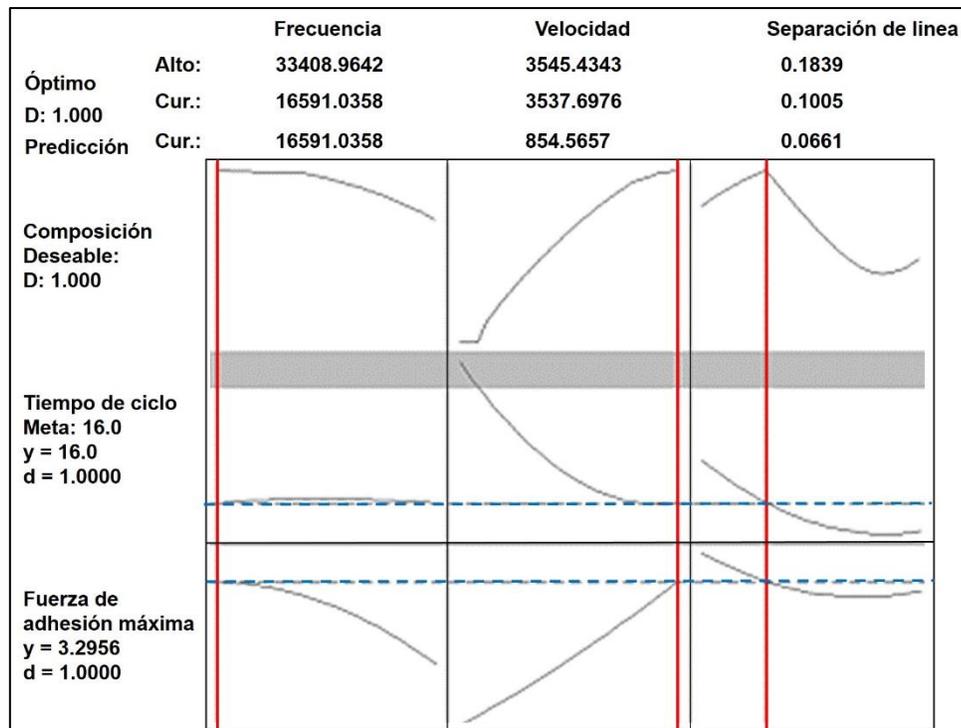


Figura 4.15.7. Análisis estadístico

Los resultados de la abrasión por láser usando los parámetros obtenidos en el análisis estadístico se muestran en la Figura 4.15.8, se

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

observa que la superficie fue tratada uniformemente, con un traslape del pulso de aproximadamente 30%, el marcaje es profundo sin embargo no lo suficiente para quemar el sustrato.

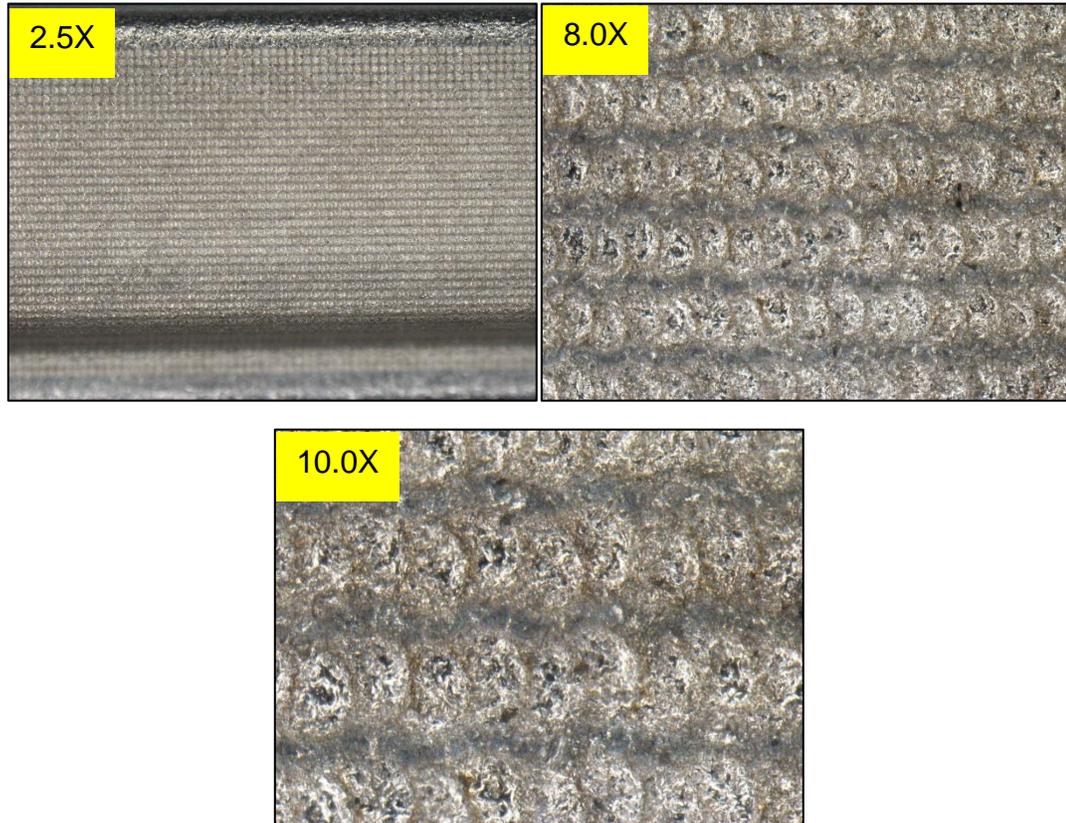


Figura 4.15.8. Muestras tratadas con parámetros calculados.

Los resultados de fuerza de adhesión, porcentaje de falla cohesiva y tiempo se ciclo se observan en la Tabla 4.15.2 se observa que el tiempo de ciclo real fue menor que el previsto de 16 segundos, siendo de 14.9 segundos. Por otro lado, la fuerza de adhesión obtenida fue de 3.15 KN en promedio lo cual es muy cercano a lo calculado de 3.29 KN

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

Tabla 4.15.2. Resultados de muestras tratadas con parámetros calculados.

Fuerza de desprendimiento (KN)	Falla cohesiva (%)	Tiempo de ciclo (s)
3.2890	100	14.94
3.1990	100	14.94
3.1600	100	14.94
3.0710	100	14.94
3.0910	100	14.94
3.1180	100	14.94
PROMEDIO: 3.15	100	14.94

La Figura 4.15.9 se muestran las curvas de esfuerzo de desprendimiento, en ellas es posible ver que la diferencia entre la fuerza máxima y mínima resulta ser aproximadamente de 7% con respecto al mínimo registrado.

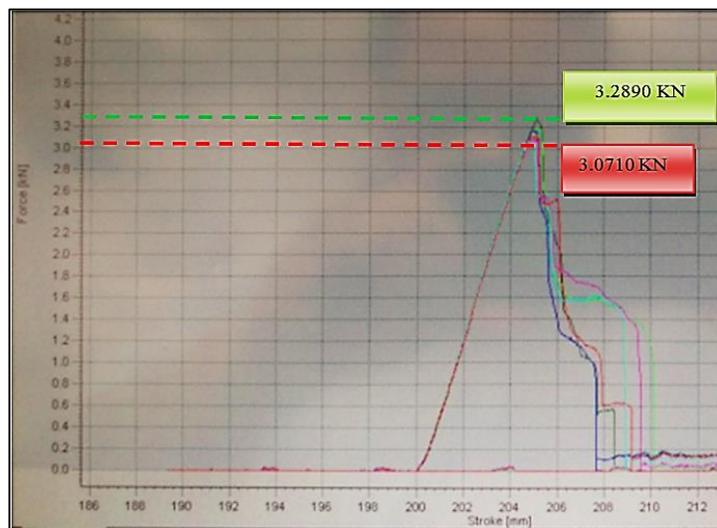


Figura 4.15.9. Fuerza de desprendimiento máxima y mínima alcanzado.

4.16. Pruebas de corrosión

La Tabla 4.16.1 muestra los resultados de la prueba de corrosión de las muestras tratadas por 40 días, en ella se pueden observar resultados bastante favorables, de las 10 muestras que se probaron, solo una no aprobó ya que presentó evidencia de corrosión dentro del módulo, sin embargo, la fuga de la solución hacia dentro del módulo no fue ocasionado por la mala adhesión entre los componentes si no por un defecto externo.

Tabla 4.16.1. Resultados prueba de corrosión por 40 días

Muestra	Prueba de fuga	Prueba de corrosión	de Inspección visual
1	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
2	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
3	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
4	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
5	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
6	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
7	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
8	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
9	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
10	Pasa	Pasa	Corrosión dentro del módulo

La Figura 4.16.1 muestra diferentes áreas en una pieza tratada durante 40 días, en las fotografías se puede apreciar la corrosión afectando la superficie de la aleación de la pieza, causando una coloración rojiza. También se puede observar el adhesivo desgastado en la zona de unión, dicha zona fue atacada durante el proceso de corrosión, sin embargo, la solución no llegó

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

a penetrar a través del adhesivo por lo que la tablilla electrónica permaneció íntegra.



Área de unión superior derecha



Área de unión inferior izquierda

Figura 4.16.1. Muestra corroída durante 40 días.

La Tabla 4.16.2 muestra los resultados de la prueba de corrosión durante 60 días, en esta prueba la unión adhesiva es atacada durante más tiempo, esto quiere decir que la prueba es más extrema y demandante, sin embargo, las muestras no presentaron fugas o filtraciones hacia dentro. De las 10 muestras tratadas durante 60 días en condiciones ambientales extremas, el 100 % pasó la prueba. Adicionalmente en la Figura 4.16.2 se muestran las áreas de unión inferior de las muestras T, a pesar de que las uniones son

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

atacadas por la corrosión no pasan a través de ella y no comprometen los componentes internos del módulo.

Tabla 4.16.2. Resultados prueba de corrosión por 60 días.

Muestra	Prueba de fuga	Prueba de corrosión	Inspección visual
11	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
12	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
13	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
14	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
15	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
16	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
17	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
18	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
19	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo
20	Pasa	Pasa	Sin corrosión dentro del módulo



Figura 4.16.2. Área de unión inferior.

4.17. Pruebas de aceptación final

La Tabla 4.17.1 muestra los resultados de las pruebas de aceptación final. En este experimento se observó que de las 30 muestras analizadas el 100 % mostró resultados de falla cohesiva mayor del 90%, por otro lado, la Figura 4.17.1 muestra el histograma del comportamiento de los datos, la distribución que se encontró fue normal con un promedio de 97.63 % de falla cohesiva.

Tabla 4.17.1. Resultado pruebas de aceptación final por 40 días.

Muestra	% De falla cohesiva	Fuerza máxima de desprendimiento
1	99	4038.99
2	97	4005.93
3	99	3742.52
4	98	4101.54
5	98	5169.7
6	97	3894.09
7	97	4118.71
8	96	3793.96
9	99	4024.78
10	98	3794.4
11	98	3853.25
12	99	4194.7
13	98	4015.52
14	96	3948.6
15	99	4192.42
16	99	3752.99
17	98	3947.7
18	99	3768.37
19	100	4096.61
20	96	4078.18
21	97	3834.38
22	97	4046.31
23	95	4312.59
24	97	4194.78
25	96	3776.07
26	97	3831.98
27	97	4059.44
28	98	4089.63
29	100	3826.4

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

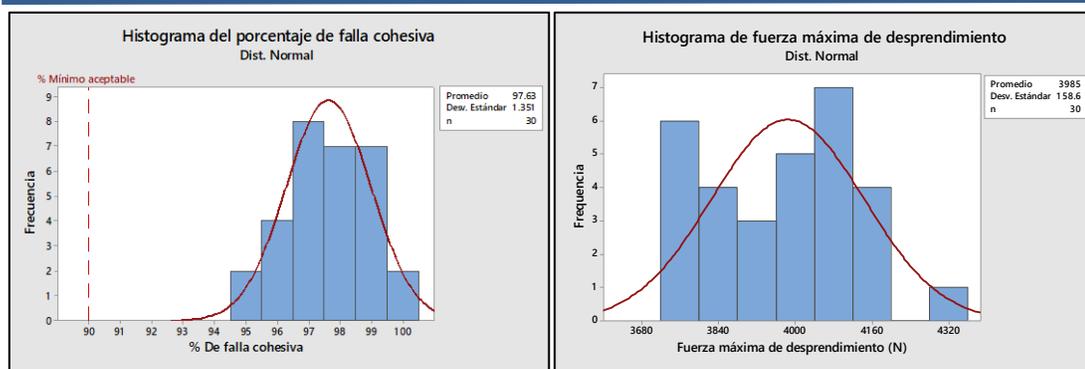


Figura 4.17.1. Histogramas % de falla cohesiva y fuerza de desprendimiento.

La Figura 4.17.2 muestra algunas de las zonas analizadas después de la prueba de adhesión a tope, se observa que el porcentaje de falla adhesiva es mínimo, lo que denota una unión de alta confiabilidad y resistencia.

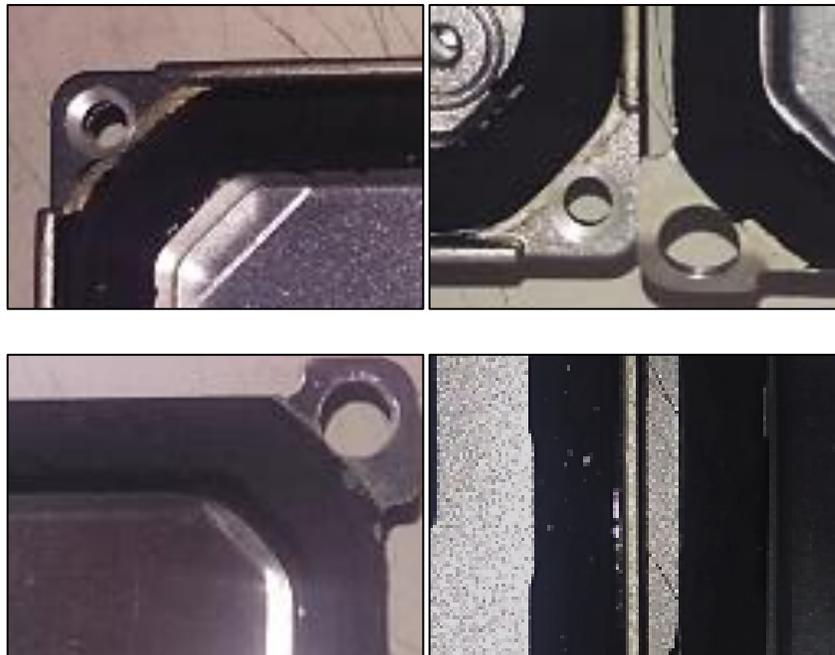


Figura 4.17.2. Áreas después de prueba de desprendimiento.

5. CAPÍTULO CINCO: DISCUSIÓN

No se observó relación entre las condiciones ambientales en la planta de producción y el número de fallas por delaminación en los módulos fabricados de aluminio A380 lo que descarta que los problemas de adhesión en dicha aleación no son debidos a los cambios de temperatura o humedad.

Las observaciones realizadas mediante las técnicas de revelado de grano y polarización electroquímica no arrojaron datos diferentes de los obtenidos por diversos autores para la aleación A380. Con relación al análisis de la microestructura mediante el revelado de grano se observó que las muestras presentan dos fases, en donde una consiste en una fase primaria dendrítica α -Al y otra en una fase eutéctica Al-Si. Además de una fase compuesta de AlCuFeMg. Sin embargo el tamaño de grano cambia dependiendo del proceso de fabricación (por ejemplo, la temperatura de enfriado). Se observó que, el hierro es la impureza mas comun y perjudicial en las aleaciones de aluminio y dado que la presencia de hierro es indispensable y no puede eliminarse económicamente del aluminio fundido, se deben desarrollar estrategias para disminuir sus efectos, sin embargo, estos efectos no afectan la adhesión si no la resistencia del material por lo tanto ese efecto puede descartarse.

En adición se observó que las curvas de polarización tienen resultados similares a los reportados en la literatura para este tipo de aleaciones (Forn *et al.*, 2007; Pardo *et al.*, 2006; Viejo *et al.*, 2008) por lo que se descarta que exista un problema con la aleación A380. Sin embargo, es importante mencionar que todos estos trabajos llevaron a cabo las pruebas

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

potenciométricas en una solución salina, lo que explica las diferencias entre los potenciales de corrosión, la velocidad de corrosión e I_{corr} .

En contraste en los análisis FTIR se encontraron elementos de origen orgánico, cadenas alifáticas con presencia de oxígeno y nitrógeno, lo cual indica presencia de contaminación en la superficie, esto fue confirmado mediante análisis SEM y FIB-*cross section* en estos se detectaron capas de contaminación de hasta 20 μm de espesor. Al rastrear el proceso de manufactura del aluminio A380 se encontró que los químicos usados en el proceso de troquelado contaminan la superficie de las piezas. En este sentido, se observó mediante pruebas de *lap shear* que el plasma atmosférico no es efectivo para remover este tipo de contaminaciones.

Fue propuesto un tratamiento con abrasión láser con el objetivo de remover la capa contaminante en el aluminio y mejorar la adhesión, a pesar de que este tipo de aplicación de la tecnología láser sobre sustratos metálicos para mejorar sus propiedades adhesivas ya ha sido abordada por diferentes autores en el transcurso del tiempo, no se ha hecho desde el punto de vista de la manufacturabilidad de los productos.

Adicionalmente, la evaluación de las uniones adhesivas mediante pruebas de tensión a tope mostró una mejora en la fuerza de adhesión de hasta un orden de magnitud, es decir, con un aumento del 1000% con respecto a las muestras no tratadas, con un porcentaje de falla adhesiva menor del 10% lo que incluso supera a lo reportado en la literatura ya que Critchlow *et al.* reportan una mejora del 22% para el aluminio 5251 con el uso de láser de CO_2 mientras que Henari & Blau reportan una mejora para aluminio de solo el 10% usando Nd: YAG laser y Gendler *et al* reportan una mejora en la fuerza de adhesión del 150% para el aluminio tipo 2024-T3.

6. CAPÍTULO SEIS: CONCLUSIONES

De las observaciones realizadas en los experimentos desarrollados en este proyecto de investigación se llega a las siguientes conclusiones:

- La humedad ambiental y la temperatura ambiental durante el ensamble de los módulos T y D no tiene relación con las fallas por delaminación presentadas en la manufactura de transmisiones automotrices, esto se determinó mediante la investigación de las variaciones ambientales de la planta y cotejándolo con las fallas por delaminación de los productos en ese mismo periodo de tiempo.
- No se observó relación entre el tipo de aleación y su composición con las fallas delaminación, de igual manera, en los análisis SEM, EDS, FIB *cross sections*, potenciométricos y de morfología no se encontró evidencia que permita suponer que existen defectos relacionados con la aleación (A380) que sean causantes de la mala adherencia entre dicho sustrato y el adhesivo primerless.
- Mediante los análisis de FTIR, SEM/EDS y de FIB se encontró que existe una capa contaminante de elementos orgánicos (C, O, Si) en la superficie del sustrato de aluminio los cuales provienen de los químicos utilizados en la manufactura de los módulos T y D.
- Mediante pruebas de esfuerzo cortante y a tope se encontró que los contaminantes orgánicos provenientes de los químicos para la manufactura de las piezas (moldeado de aluminio A 380) tienen relación directa y significativa en la adhesión entre el aluminio A 380 y el adhesivo primerless.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

- Se encontró que las fallas catastróficas se originan cuando los niveles de concentración superficial de Carbono (C) son superiores a 15%. Por otro lado, no se encontró relación entre el contenido de silicio (Si) superficial y la falla catastrófica.
- Se observó que existe una capa unida a la superficie de la fundición de aluminio, suficientemente fuerte que no se puede eliminar, con el uso de solventes, ni usando procesos de remoción mediante plasma.
- De los resultados donde se usó el plasma se observó que éste puede ser efectivo para remover contaminaciones suaves, sin embargo, para el caso de las contaminaciones tratadas en este trabajo puede tener efectos negativos debido a que este proceso puede incluso activar la capa de contaminación, en lugar de removerla.
- Se observó, de acuerdo a los resultados, que, a diferencia del plasma, el tratamiento láser es capaz de remover la mayoría de las contaminaciones superficiales de la aleación de aluminio A 380. Además, las superficies con tratamiento de láser mostraron una fuerza de adhesión casi 10 veces mayor que superficies sin tratamiento laser aun siendo previamente contaminadas. Adicionalmente, el uso de tratamiento superficial con láser, alcanza porcentajes de falla cohesiva mayores del 90%
- Se observó que el sistema de tratamiento superficial da una alta confiabilidad en pruebas de corrosión ya que después de 40 h de choques térmicos e inclusive 40 y 60 días en condiciones de corrosión, no se encontraron fallas adhesivas en las piezas procesadas con láser. Además, la tecnología demostró ser altamente confiable, precisa, segura para el operador y fácil de operar.

7. BIBLIOGRAFÍA

- Mitutoyo México. (27 de 08 de 2010). *Medición de rugosidad*. Obtenido de Mitutoyo.com.mx:
<http://www.mitutoyo.com.mx/Descargas/Boletines/BOLETIN%20ABRIL%202010.pdf>
- Pardo, A., Merino, M. C., Arrabal, R., Viejo, F., Carboneras, M., & Coy, A. E. (2006). Improvement of Corrosion Behavior of Aluminum Alloy/Silicon Carbide Composites With Lanthanum Surface Treatments. *CORROSION SCIENCE SECTION*, 141-151.
- Alfano, M., Pini, S., Chiodo, G., Barberio, M., Pirondi, A., Furgiuele, F., & Groppetti, R. (2014). Surface Patterning of Metal Substrates Through Low Power Laser Ablation for Enhanced Adhesive Bonding. *The Journal of Adhesion*, 384-400.
- Asish Kumar , L. (2017). Applied Metallurgy and Corrosion Control. *Springer Nature Singapore Pte Ltd. 2017*, 30-34.
- ASM International. (1992). *ASM Handbook Volume 2: Nonferrous Alloys And Special-Purpose Materials*. Almere: ASM International.
- ASM International. (s.f.). Metallography and Microstructures, ASM Specialty Handbook. *ASM International*, 297-298.
- Baburaja, E. G., Starikovb, D., Evansc, J., Shafeevd, G. A., & Bensaoulab, A. (2007). Enhancement of adhesive joint strength by laser surface modification. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 268–276.
- Campbell, J. (2011). *Complete Casting Handbook. Metal Casting Processes, Metallurgy, Techniques and Design*. Oxford: Elsevier.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

- Cárdenas Fernández, J., & Díaz Del Castillo Rodríguez, F. (2015). *Lecturas Para Ingeniería No. 23 "Superafecciones"*. Edo. Mex.: UNAM.
- Chen, F. (2016). *Introduction to Plasma Physics and Controlled Fusion*. Switzerland: Springer International Publishing.
- CQTI, C. T. (20 de 08 de 2018). *Surface Treatment*. Obtenido de Adhesives.org: http://www.adhesives.org/docs/default-document-library/surfaceprep_adhesives-org.pdf?sfvrsn=c90eaf2c_0
- Critchlow, G. W., Brewis, D. M., Emmony, D. C., & Cottam, C. A. (1995). Initial investigation into the effectiveness of CO₂-laser treatment of aluminium for adhesive bonding. *INT. J. ADHESION AND ADHESIVES*, 233-236.
- d'Agostino, R. (1990). *Plasma Deposition, Treatment, and Etching of Polymers*. San Diego, California.: Academic Press.
- Davis, D. (1991). Characterization of Surfaces. En L. H., *Adhesive Bonding* (págs. 139-174). New York, New York: Springer Science+Business Media.
- Davis, G. D. (1991). Characterization of surfaces. En H. L. Lee, *Adhesive bonding* (págs. 162-165). New York, New York: Springer Science+Business Media, LLC.
- Diener electronic GmbH. (29 de 08 de 2018). *Sistemas de Plasma-Plasmabeam (Diseño y Principio de Funcionamiento)*. Obtenido de plasmabeam.de: <http://www.plasmabeam.de/51-6-disentildeo--funciones.html?PHPSESSID=891fb6174c594af59a8b1e085a44dab0>
- Enríquez, J., Tremps, E., De Elío, S., & Fernández, D. (2010). *Monografías sobre Tecnología del Acero. Parte IV: Laminación*. Madrid: Universidad Politécnica de Madrid.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

- Ferrous Materials and Non-Ferrous*. (08 de 05 de 2018). Obtenido de https://www.ikbooks.com/home/samplechapter?filename=150_Sample-Chapter.pdf
- Forn, A., Ruperez, E., Baile, M. T., Campillo, M., Menargues, S., & Espinosa, I. (2007). Corrosion Behaviour of A380 Aluminium Alloy by Semi-Solid Rheocasting. *Conference on Material Forming*.
- García, C., Bartolomé, M., Capdevila, C., San Martín, D., García, F., Lópe, V., & Vara, F. (2001). Técnicas para revelar el borde de grano austenítico en aceros microaleados. *Revista de Metalurgia*, 528-539.
- Gatonbrass. Inc. (19 de Mayo de 2018). *Die Casting : Complete Handbook For All Metal Die Casting*. Obtenido de Gatonbrass Web site: <http://www.gatonbrass.com/die-casting/>
- Gencalp, S., & Saklakoglu, N. (2010). Semisolid Microstructure Evolution During Cooling Slope Casting Under Vibration of A380 Aluminum Alloy . *Materials and Manufacturing Processes*, 943-947.
- Gendler, Z., Rosen, A., Bamberger, M., Rotel, M., Zahavi, J., Buchman, A., & Dodiuk, H. (1994). Improvement of adhesive bonding strength in sealed anodized aluminium through excimer laser prebond treatment. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE* , 1521-1526 .
- Granados, M. (2015). *Modelado del Proceso de Extrusion Directa Utilizando un Sistema de Doble Dado Mediante FEM*. Ciudad Universitaria: Facultad de Ingeniería, UNAM.
- Grjotheim, K., & Welch, B. J. (1988). *Aluminium Smelter Technology - a Pure and Applied Approach*. Australia: Aluminium-Verlag.
- Hamilton, D., & Tan, P. (2014). Unique FIB Application for Mechanical Cross Sectioning. *Electronic Device Failure Analysis*, 44-45.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

- Harry, J. (2010). *Introduction to Plasma Technology: Science, Engineering and Applications*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. .
- Henari, F., & Blau, W. (1995). Excimer-laser surface treatment of metals for improved adhesion. *APPLIED OPTICS*, 581-584.
- Herrera, C. (2013). *Estudio del Fallo en Uniones Adesivas con Materiales Compuestos*. Sevilla: Universidad de Sevilla.
- Higgins, T. V. (1995). The three phases of lasers: solid-state, gas, and liquid. *Laser Focus World*, 73–85.
- Inagaki, N. (1996). *Plasma Surface Modification and Plasma Polymerization*. Boca Raton, Florida.: CRC Press.
- Institute, I. A. (10 de 05 de 2018). *Primary Aluminum Production*. Obtenido de World Aluminum: <http://www.world-aluminium.org/statistics/#map>
- Iza , F., Buckley, B., & Castelló, C. (2014). Plasmas for Organic Synthesis and Chemical Probes for Plasma Diagnostics. *Annual meeting, Electrical discharges with liquids for future applications*. Lisboa, Portugal.: CMST COST.
- Jafari, R., Asadollahi, S., & Farzaneh, M. (2012). *Applications of Plasma Technology in Development of Superhydrophobic Surfaces*. New York, New York.: Springer Science+Business Media.
- Jōgi, I. (2011). *Characteristics and classification of plasmas*. Varsovia/Szczecin: PlasTEP.
- Karamouz, M., Azarbarmas, M., Emamy, M., & Alipour, M. (2013). Microstructure, hardness and tensile properties of A380 aluminum alloy with and without Li additions. *Materials Science & Engineering A*, 409-414.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

- Kawai, Y. (2010). *Industrial Plasma Technology: Applications from Environmental to Energy Technologies*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.
- Kendall, K. (1994). Adhesion: Molecules and Mechanics. *Material Science Vol. 263*, 1720-1725.
- KEYENCE. (2013). *Guía Técnica Láser: Software*. Ciudad de México: KEYENCE México.
- KEYENCE. (2014). *Guía Técnica Láser*. Ciudad de México: KEYENCE México.
- Kinloch, A. J. (1987). *Adhesion and Adhesives: Science and Technology*. London: Springer-Science+Business Media, BV.
- Klemm, H. (1952). Color Etching of the Fine Structure of Metals with Sodium Thiosulfate. *Metallkundliche, Verlag Technik*, Berlin.
- Kocich, R., & Lichý, P. (2015). *Forming And Casting Of Non-Ferrous Metals*. Ostrava: VSB - Technical University Of Ostrava.
- Koo, M., & Good, R. (1979). The Effect of Drop Size on Contact Angle. *Journal of Colloid and Interface Science*, 282-292.
- Kopeliovich, D. (20 de Agosto de 2018). *Surface preparation*. Obtenido de SubsTech. Substances & Technologies: http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=surface_preparation
- Kortshagen, U., Sankaran, R., Pereira, R., Girshick, S., Wu, J., & Aydil, E. (2016). Nonthermal Plasma Synthesis of Nanocrystals: Fundamental Principles, Materials, and Applications. *Chemical reviews*, 11061–11127.
- Lee, L.-H. (1991). *Adhesive Bonding*. New York: Springer Science+Business Media, LLC.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

- Leitza, K. H., Redlingshöfera, B., Reg, Y., Otto, A., & Schmidt, M. (2011). Metal Ablation with Short and Ultrashort Laser Pulses. *Physics Procedia*, 230–238.
- Levine, I. N. (2004). *Fisicoquímica Volumen 1*. Madrid: McGrawHill.
- Madrid, M. (2014). *Tecnología de la Adhesión*. Barcelona: Loctite España.
- Madrid, M. (2013). *Tecnología de la Adhesión*. Madrid, España.: Loctite.
- Maffia, E. G. (2013). Estructura y Propiedades de las Aleaciones. Aluminio y sus aleaciones.
- Mahoney, L. (1990). Surface Preparation for Adhesive Bonding. En I. Skeist, *Handbook of Adhesives* (págs. 74-93). New York, USA.: Van Nostrand Reinhold.
- Master Bond Inc. (21 de Agosto de 2018). *Surface Preparation For Bonding Metals*. Obtenido de Masterbond web site: <https://www.masterbond.com/resources/surface-preparation-bonding-metals>
- Mattox, D. (1990). Ion Plating. En S. Rossnagel, J. Coumo, & W. Westwood, *Handbook of Plasma Processing Technology* (págs. 338-351). New York, New York: Noyes Publications.
- Mittal, K. L. (1982). *Adhesive Joints. Formation, Characteristics and Testing*. New York-London: Plenum Press.
- Miyoshi, K. (2002). Surface Characterization Techniques: An Overview. *NASA/TM--2002-211497*, 01-45.
- Morales, F. (2003). *Estudio de adhesibilidad entre una aleacion de aluminio A319.0 y una camisa de aluminio base Al-Si.Cu-Mg para aplicaciones automotrices*. Ciudad Universitaria: Universidad Autonoma de Nuevo Leon.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

- NanoPhysics B.V. (12 de 09 de 2018). *FIB Cross Section*. Obtenido de NanoPhysics Web site: <http://www.nanophysics.nl/services-view/fib-milling/>
- Nellist, J. G. (2008). *Understanding Lasers: An Entry-Level Guide*. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- NZIC, N. Z. (30 de 5 de 2018). *Polymers and Surface Coating: Adhesives*. Obtenido de Chemistry New Zealand Institute of Chemistry: nzic.org.nz/ChemProcesses/polymers/10H.pdf
- Ortiz, A., Ruiz, O., & Ortiz, J. (2013). *Modelado de Procesos de Manufactura*. CDMX: Facultad de Ingeniería, UNAM.
- Packham, D. E. (2005). *Handbook of Adhesion*. Chichester: John Wiley & Sons Ltd,.
- Pardo, D. J. (2006). *PROPIEDADES SUPERFICIALES Y EVALUACION DE ADHERENCIA MECANICA - QUIMICA DE LAMINADOS METAL-POLIMERO*. Valdivia, Chile.: Universidad Austral de Chile, Escuela de Ingeniería Mecánica.
- Parshizfarda, E., & Shabestari, S. G. (2011). An investigation on the microstructural evolution and mechanical properties of A380 aluminum alloy during SIMA process. *Journal of Alloys and Compounds*, 9654-9658.
- Peña, C., & Tipán, D. (2014). *Diseño y Construcción de Laminadora de Cuatro Rodillos Para Laminar Tiras de Aluminio*. Quito: Facultad de Ingeniería Mecánica, Escuela Politécnica Nacional.
- Pizzi, A., & Mittal, K. (2003). *Handbook of Adhesive Technology*. New York, USA.: Marcel Dekker, Inc.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Plasmatreat GmbH. (25 de Agosto de 2018). *Medición de la tensión superficial: método de tintas de prueba y ángulo de contacto*. Obtenido de Plasmatreat Web Site: https://www.plasmatreat.es/instalaciones_productos/determinacion_de_la_superficie/tintas_prueba_determinacion_tension_superficial.html

Plasmatreat GmbH. (10 de 09 de 2018). *Plasmatreat test inks: Measuring surface tension*. Obtenido de Plasmatreat Web Site: <https://www.plasmatreat.com/surface-determination/test-ink-method.html>

Pocius, A. V. (2012). *Adhesion and Adhesives Technology: An Introduction*. Cincinnati: Hanser Publications.

RAE. (20 de 05 de 2018). *Diccionario RAE*. Obtenido de Diccionario de la Real Academia Española Web Site: <http://dle.rae.es/?id=0jxudj>

RAE. (20 de Mayo de 2018). *Diccionario RAE*. Obtenido de Real Academia Española Web Site: <http://dle.rae.es/?id=9go3ves>

Reif, J. (2009). Basic Physics of Femtosecond Laser Ablation. *Laser-Surface Interactions for New Materials Production*, 19-41.

Reigoza , D. (2017). *Estudio Microestructural Por Microspia Óptica Con Técnicas De Metalografía A Color En Un Pistón*. Bogotá, Colombia.: Universidad Distrital Francisco José De Caldas.

RP-Photonics. (04 de 07 de 2018). *Semiconductor Lasers*. Obtenido de RP Photonics Encyclopedia: https://www.rp-photonics.com/semiconductor_lasers.html

Rudawska, A. (2012). Adhesive Properties. En V. Kazmiruk, *Scanning Electron Microscopy* (págs. 101-124). Hrvatska: IntechOpen.

Russo, R. E. (1995). Laser Ablation. *Lawrence Berkeley Laboratory*, 14-28.

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

-
- SAMaterials. (11 de 04 de 2014). *Common Non-Ferrous Metals And Their Uses*. Obtenido de Stanford Advanced Materials: <https://samaterials.wordpress.com/2014/04/11/common-non-ferrous-metals-and-their-uses/>
- Shah, Y. (2018). *Thermal Energy: Surces, Recovery, and Applications*. Boca Raton, Florida.: Taylor & Francis Group, LLC.
- Shohet, J. L. (2009). Plasma Science and Technology. En J. L. Shohet, *Electrical Engineering Vol. III* (págs. 278-286). Oxford, UK.: EOLSS Publishers/UNESCO.
- Singh, S. C., Zeng, H., Guo, C., & Cai, W. (2012). *Lasers: Fundamentals, Types, and Operations*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Smith, W. F. (2006). *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales*. CDMX: McGraw Hill.
- Stern, M., & Geary, A. (1957). Electrochemical Polarization. *Journal of the Electrochemical Society*, 56-63.
- Stickley, M. (1963). *Lasers- A Basic Discussion of Types, Properties and Principles*. Hanscom Field, Massachusetts.: Research Note.
- Suárez, B., Asensio, J., & Vander, G. (2010). Metalografía a color en aleaciones Al-Si comerciales. Optimización de las técnicas de caracterización microestructural mediante microscopía óptica de reflexión. *Revista De Metalurgia*, 469-476.
- Taizhou Sanjian Mould Co.,Ltd. (18 de Mayo de 2018). *What is Die Casting*. Huangyan: Sanjian. Obtenido de Introduction of Die Casting Process: <http://www.sino-diecasting.com/>

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico – fundición de aluminio.

Thirugnanam, M. (2013). Modern High Pressure Die-casting Processes for Aluminium Castings. *Transactions of 61st Indian Foundry Congress 2013*, 01-07.

Thomas, M., & Mittal, K. (2013). *Atmospheric Pressure Plasma Treatment of Polymers. Relevance to Adhesion*. Salem, Massachusetts: Scrivener Publishing LLC.

Totten, G. E., & MacKenzie, D. S. (2003). *Handbook of Aluminum Volume 1: Physical Metallurgy and Processes*. New York: Marcel Dekker, Inc.

UC, R. (05 de 15 de 2018). *aluminiumleader*. Obtenido de Aluminum Production:
https://aluminiumleader.com/production/aluminum_production/

Universidad Centroamericana. (27 de Agosto de 2018). *Defectos en las Estructuras Cristalinas*. Obtenido de Facultad de Ingeniería y Arquitectura:
<http://www.uca.edu.sv/facultad/clases/ing/m210031/Tema%2003.pdf>

USGS, S. U. (09 de 05 de 2018). *USGS 2013 Minerals Yearbook Aluminum [Advanced Release]*. Obtenido de USGS Mineral Resources Program:
<https://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/aluminum/myb1-2013-alumi.pdf>

UV Process Supply, Inc. (2005). *Proper Dyne Testing: How, Why, and When To Perform*. Chicago, Illinois: UV Process Supply Inc.

Vander Voort, G. F., & Manilova, E. P. (26 de 11 de 2018). *Metallographic Etching of Aluminum and Its Alloys*. Obtenido de George Vvander Voort:
<http://www.georgevandervoort.com/metallography/specific/aluminum/20001307-metallographic-etching-of-aluminum-and-its-alloys.html>

Victrex Peek Film Technology. (21 de Agosto de 2018). *Surface Treatment and Adhesion of APTIV® Film*. Obtenido de Victrex.com:

Análisis de falla y caracterización de la unión adhesiva en el sistema adhesivo epóxico - fundición de aluminio.

https://www.victrex.com/~media/literature/en/victrex_activ-surface-treatment_adhesion_guide_feb12.pdf

- Viejo, F., Pardo, A., Rams, J., Merino, M., Coy, A. E., Arrabal, R., & Matykina, E. (2008). High power diode laser treatments for improving corrosion resistance of A380/SiCp aluminium composites. *Surface & Coatings Technology*, 4291–4301.
- Vollath, D. (2008). Plasma synthesis of nanopowders. *Journal of Nanoparticle Research*, 39-57.
- von Fraunhofer, J. (2012). Review Article: Adhesion and Cohesion. *International Journal of Dentistry Vol. 2012*, 1-8.
- Walsh, L. J. (2003). The current status of laser applications in dentistry. *Australian Dental Journal* , 146-155.
- Wegman, R., & Van Twisk, J. (2013). *Surface Preparation Techniques for Adhesive Bonding*. Waltham, Massachusetts.: Elsevier Inc.
- Wolff, D., Stolberg, K., & Zühlke, H. (2009). High Power Diode Lasers and Current Applications. *WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim*.
- Wu, Y., Lin, J., Carlson, B. E., Lu, P., Balogh, M. P., Irish, N. P., & Mei, Y. (2016). Effect of laser ablation surface treatment on performance of adhesive-bonded aluminum alloys. *Surface & Coatings Technology*, 340-347.