

# Estudio experimental de la adhesión interfacial del sistema $Sn/Pb - Al_2O_3$ asistido con laser

A. Guerrero <sup>a</sup>, J. Puerta <sup>b</sup> y J. Lira <sup>c</sup>

*Departamento de Materiales<sup>a,c</sup>, Departamento de Física<sup>b</sup>, Universidad Simón Bolívar,  
89000, Caracas 1080A, Venezuela*

Recibido el 10 de diciembre de 2003; aceptado el 12 de octubre de 2004

En el presente trabajo se propuso y construyó un diseño de cámara de experimentación que permitió realizar diferentes mediciones del ángulo de contacto. El sustrato cerámico ( $Sn/Pb - Al_2O_3$ ) fue previamente tratado con un laser de  $CO_2$  y sobre el mismo se depositó una aleación de Estaño-Plomo fundido empleando el método de la gota en reposo en alto vacío. Estas mediciones experimentales se realizaron con el fin de conocer el comportamiento físico-químico de la mojabilidad del sistema metal-cerámica ( $Sn/Pb - Al_2O_3$ ). La interacción de la radiación del laser de  $CO_2$  con la superficie de la cerámica  $Al_2O_3$  produjo cambios significativos en las características de la mojabilidad del material. Pasando de ser un sistema no mojable a parcialmente mojable, cuyo mecanismo predominante de enlace del sistema estudiado es del tipo mecánico (micro rugosidad) favorable para el anclaje mecánico de la gota.

**Descriptores:** Adhesión; mojabilidad; ángulo de contacto; laser; vacío; metal-cerámica.

A reaction chamber was designed and built for the performance of contact angle measurements for wettability assessment. The contact angle of a molten Sn-Pb alloy on alumina substrate was measured using the Sessile Droplets methods under high vacuum for a substrate treated with a  $CO_2$  laser and a second one without treatment. These measurements are intended for a better knowledge of the physico-chemical behavior of the wetting properties of the ( $Sn/Pb - Al_2O_3$ ) metal-ceramics system. The interaction of the laser radiation with the  $Sn/Pb - Al_2O_3$  substrate produced significant changes in the wettability behavior. The system undergoes a clear change from a nonwetting to a partial wetting behavior as determined by contact angle values. The results suggest that the dominant mechanism for wettability response is of mechanical nature (micro roughening) for the mechanical anchoring of the droplet to the substrate.

**Keywords:** Adhesion; wettability; angle of contact; laser; vacuum; metal-ceramics.

PACS: 81.65.-b

## 1. Introducción

En la actualidad, en muchos aspectos de la ingeniería, la adhesión ha tomado gran importancia en numerosas aplicaciones, tales como preparación de materiales compuestos (*composites*), circuitos integrados, barreras térmicas, dispersores de calor, implantes biomédicos, etc. Generalmente se trata con un recubrimiento metálico sobre un sustrato cerámico. Una buena adhesión interfacial puede eliminar efectivamente las fallas por desprendimiento. El grado de mojabilidad usualmente se estima examinando el ángulo de contacto. El ángulo de contacto  $\theta$  se determina por la tensión interfacial sólido-líquido,  $\gamma_{sl}$ , tensión superficial del líquido-vapor,  $\gamma_{lv}$ , y la tensión superficial del sólido-vapor,  $\gamma_{sv}$ , cuando el sistema está en equilibrio (ley de Young) [1]:  $\gamma_{lv}\cos(\theta) = \gamma_{sv} - \gamma_{sl}$ . La mojabilidad es a menudo sinónimo de adhesión, generalmente un bajo ángulo de contacto y mayor área interfacial de contacto mejora la energía de adhesión. La energía de adhesión de un líquido a una superficie sólida (trabajo de adhesión,  $W_{ad}$ ) esta dada por la ecuación de Young-Dupré [1]:  $W_{ad} = \gamma_{lv}(1 + \cos\theta)$ .

Aunque existen varias teorías de adhesión éstas no son completas, por ello existen diversos puntos de vista según los autores por ser la adhesión un complejo fenómeno superficial [1]. La mojabilidad es frecuentemente sensible a la contaminación de la superficie que origina monocapas [2], por lo tanto es necesario el control químico de la superfi-

cie para garantizar resultados reproducibles a través del uso de una cámara de vacío. Existen controversias en cuanto al efecto que produce el láser para mejorar los enlaces que pueden ocurrir entre el sustrato y el recubrimiento [3,4,5,6]. En este trabajo se discute, desde un punto de vista experimental, los efectos predominantes del tratamiento con láser sobre la energía de adhesión en el sistema  $Sn/Pb-Al_2O_3$ . Para ello se diseñó y construyó una cámara de experimentación para realizar estudios de adhesión y tratamientos superficiales con láser. En particular se empleó radiación de láser pulsado de  $CO_2$  de 7 Joule, 0,05–50  $\mu s$  y 0,25–11  $\mu m$ . y una atmósfera de vacío de  $10^{-6}$  mbar con el fin de minimizar los factores ambientales que pudiesen afectar las condiciones superficiales tanto iniciales como finales del sustrato, producto de la recontaminación por condensación de vapores. Se realizó una caracterización físico-química, mecánica y microestructural de los sustratos antes y después de la irradiación con el laser de alta potencia. La adhesión del sistema  $Sn/Pb-Al_2O_3$  fue determinada con el método de la gota sésil [2] que consiste en la solidificación de una gota de 63 % Sn 37 % Pb (material de aporte de soldadura), que impacta sobre un sustrato plano y estacionario de alúmina con el fin de obtener información concerniente al ángulo de contacto aparente (macroscópico). El ángulo de contacto  $\theta$ , como medida del grado de adhesión, será comparado en los sustratos irradiados y no irradiados con laser con el fin de explicar los mecanismos y factores que gobiernan la calidad de las deposiciones o recubrimientos.

TABLA I. Parámetros de operación establecidos para el estudio de la mojabilidad del sistema Sn/Pb- $Al_2O_3$ 

Mezcla	$CO_2:He:N_2$	Max. Energía	7J
Gases	1.5: 8 : 1	Max. Potencia	20 MW
Medio activo	$CO_2$	Emisión	$10.6 \mu m$
Excitación	TEA	Frecuencia	10 Hz
Presión de la cámara de exp.	$10^{-6}$ mbar	Diámetro del haz	2 cm
Atmósfera	Vacío	Gota	Sn/Pb
HV máx	35kV	Altura de caída de la gota	3 cm
Modo de operación	Pulsado	Diámetro del capilar (Orificio de salida de la gota)	3 mm
Pulso	$50 \mu s$	Substrato	$Al_2O_3$

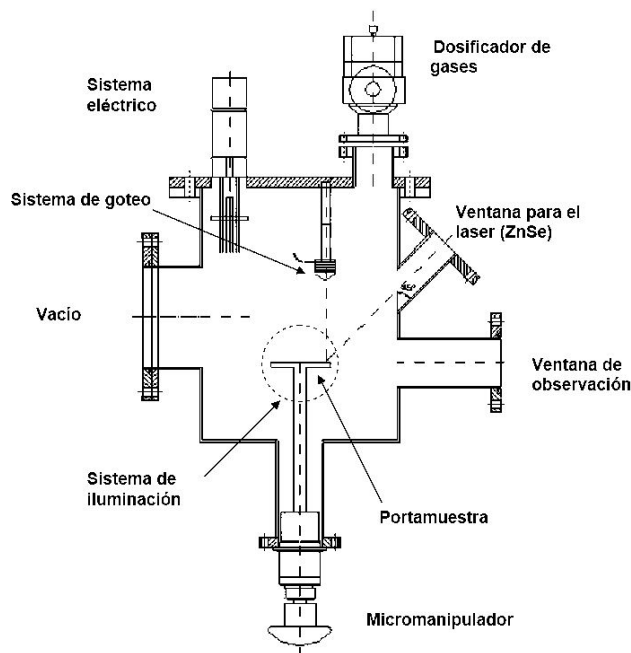
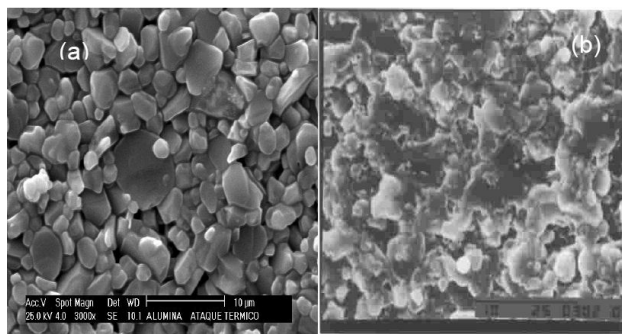
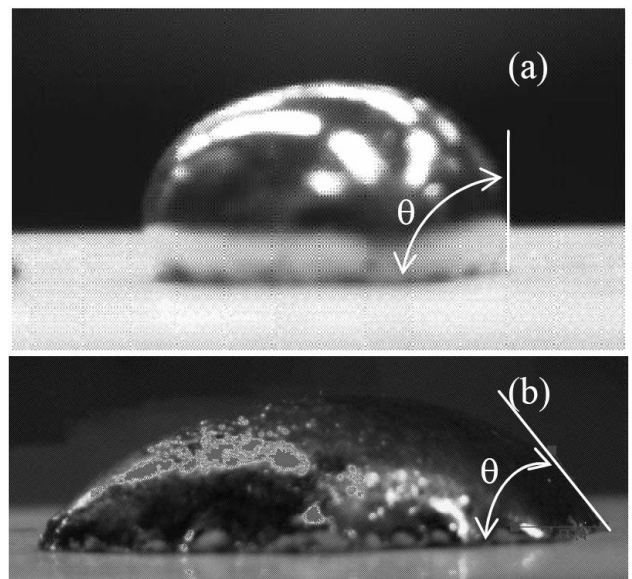


FIGURA 1. Diagrama esquemático de la cámara de vacío.

FIGURA 2. Fotomicrografía por MEB de la superficie de  $Al_2O_3$ . Comparación entre una muestra pre-tratada y tratada con láser. (a) Substrato virgen. Se realizó ataque térmico para delinear la estructura granular (b) Muestra Irradiada (10 Hz t exp: 4 min). Aumento 3000X. Obsérvese granos mucho más grandes. (Áreas fundidas y orientadas).FIGURA 3. Sistema Sn/Pb -  $Al_2O_3$ . (a) Se observa la gota de Sn/Pb sobre el sustrato de alúmina sin irradiar. (b) irradiado con un tiempo de exposición de 4 min. formando un ángulo  $\theta$  de 92 y 56°, respectivamente.

## 2. Desarrollo experimental

Los sustratos comerciales estudiados fueron placas de alúmina alfa, tipo Corundum, de 99,99 % de pureza, cortesía de la compañía Colorrobia C.A (Italia), de dimensiones:  $2 \times 2 \times 0,5$  cm. Las muestras no asistidas con láser fueron limpiadas en un baño ultrasónico con acetona para remover de la superficie los contaminantes con el fin de evitar la influencia de éstos en los resultados obtenidos a través de las diferentes técnicas de análisis. La irradiación de las muestras se llevó a cabo dentro de la cámara de experimentación a temperatura ambiente, el sustrato de alúmina fue sometido a irradiaciones de láser pulsado de  $CO_2$  excitación transversal (TEA) con una frecuencia de operación de 10 Hz y tiempo de exposición variable (ver Tabla I). La presión de operación es aproximadamente  $10^{-6}$  mbar, y fue evacuada mediante una bomba mecánica seguida de una bomba tur-

bomolecular. El montaje experimental se compone de lo siguiente: sistema de goteo, sistema eléctrico, sistema óptico, sistema de iluminación, sistema de vacío, sistema de adquisición y digitalización de imágenes, sistema de irradiación. La cámara se fabricó de acero inoxidable 304. Tal como se muestra en la Fig. 1. El método empleado para el estudio de la mojabilidad es el de la gota en reposo. Para ello se establecieron los parámetros experimentales que se muestran en la Tabla I.

### 3. Resultados y discusión

Como puede verse en la Fig. 2, el tamaño de grano de las muestras de alúmina sin irradiar es muy variado y oscila entre  $2,04 \mu m$  y  $9,44 \mu m$ . En contraste con el tamaño de grano encontrado en las muestras de alúmina irradiada con mayor tiempo de exposición, el cual es más homogéneo y considerablemente mayor encontrándose entre  $10 - 14,5 \mu m$ . Esto se debe a la fusión superficial alcanzada por el tratamiento con láser, el cual logra activar los bordes de grano promoviendo la interdifusión y de este modo la generación de granos muchos más grandes. Se midió el ángulo de contacto de las imágenes adquiridas por la cámara CCD, correspondientes a las gotas de aleación Sn/Pb, en reposo sobre los substratos de alúmina no irradiados e irradiados a diferentes tiempos de exposición con frecuencia constante igual a 10 Hz. Como pueden observarse en las Figs. 3a y 3b. Estas figuras representan el resultado típico encontrado en los casos extremos de esta evaluación (Sin irradiar e irradiada en un tiempo de exposición de 4 min.) El substrato de  $Al_2O_3$  sin irradiar presenta un ángulo

de contacto  $\theta$  mayor que  $90^\circ$  (Fig. 3a) es decir no moja la superficie, por lo tanto tiene mala adherencia al substrato, al realizar la primera experiencia con tiempos de exposición de 1 min y frecuencia 10 Hz, de acuerdo a los resultados obtenidos se deduce que no fue suficiente el tiempo de exposición del haz y aún no se consigue mejorar la adhesión. Por lo tanto se ensayó a tiempos mayores 2, 3 y 4 min. Obteniéndose de este modo un ángulo de contacto  $\theta$  menor que  $90^\circ$  (Fig. 3b). Según la literatura consultada estos valores de ángulo de contacto deben traer como consecuencia una mejora en la energía de adhesión. La intervención del láser promueve un aumento en la mojabilidad de un 60 % aproximadamente con respecto a la muestra sin irradiar en el sistema bajo estudio. Sin embargo, no se logró un fuerte enlace entre el substrato y la gota fundida de Sn/Pb.

### 4. Conclusiones

El mecanismo predominante de enlace del sistema estudiado es del tipo mecánico (micro-rugosidad) favorable para el anclaje mecánico de la gota. Se logró modificar la mojabilidad a favor de una buena adherencia con la intervención del láser. En virtud de estos recientes resultados consideramos un avance significativo en estudios concernientes a sistemas asistidos con láser para por ejemplo aplicaciones microelectronicas.

Con el empleo de la cámara se pudo lograr una gran precisión y reproducibilidad de los resultados. Además es una herramienta muy versátil para estudios de superficies y sistemas asistidos con laser.

- 
1. J.F. Padday, *Spreading, Wetting, and Contact Angles, Wettability and Adhesion* (1993) 97.
  2. N. Hsien y T. Shinn, *Materials Science and Engineering* (1998) 120.
  3. M. Rotel, J. Zahavi, S. Tamir, A. Buchman y H. Dodiuk, *Applied Surface Science* **12** (1999) 610.
  4. C. Coddet, G. Montavon, T. Marchione y O. Freneaux, "Surface preparation and thermal spray in a single step the PROTAL process", *Proceedings of the 15th International Thermal Spray Conference* (1998) 1321.
  5. S. Ayrault, G. Montavon, C. Coddet y F. Rigollet, "Thermal Spray deposition of a Copper Coating on Aluminium Using The PROTAL process", *Proceedings of the 15th International Thermal Spray Conference* (1998) 1409.
  6. V. Curicutta *et al.*, *Materials Science and Engineering* (2000) 186.