

## Estudio de las modificaciones superficiales producidas en muestras de aluminio sometidas a distintos tratamientos superficiales

Narbón, J.J.<sup>(1)</sup>; Paz, E.<sup>(1)\*</sup>; del Real, J.C.<sup>(2)</sup>; Moreno, C.<sup>(1)</sup>; Alía, C.<sup>(1)</sup>

(1) *Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial. Universidad Politécnica de Madrid.*

(2) *Universidad Pontificia de Comillas, ICAI*

e-mail: [jj.narbon@upm.es](mailto:jj.narbon@upm.es)

### Abstract

Uno de los factores que intervienen en la eficacia de una unión adhesiva es la intercara formada entre el adhesivo y el sustrato, pues es donde interactúan molecularmente ambos elementos. El estudio de lo que ocurre en esa superficie es de gran importancia con objeto de optimizar el proceso de la unión.

Se sabe que un adhesivo poco viscoso es poco resistente a penetrar en las cavidades superficiales, dificultándose esa penetración a medida que aumenta la viscosidad con el curado, pero también la tensión superficial facilita esa penetración de forma termodinámica. Estos dos parámetros se han considerado en estudios anteriores, combinando sus efectos.

Con este trabajo se pretende continuar con el estudio del mojado de la superficie considerando como parámetro variable el ataque superficial y su modificación microestructural. Una vez realizado ese estudio, se procederá al análisis de la influencia de esa modificación en la relación que existe entre la rugosidad, la viscosidad y la tensión superficial.

Para llevar a cabo el estudio se utiliza un sustrato de aluminio, sobre el que se realizan seis tratamientos superficiales diferentes. Se mide la rugosidad superficial de cada una de las superficies obtenidas y mediante el estudio del ángulo de contacto se determina su energía superficial. Como posterior análisis de las características superficiales se realizarán ensayos de pelado con cinta adhesiva para obtener la fuerza de adhesión de cada una de las superficies tratadas.

Con objeto de comprobar la influencia que tiene la viscosidad en el mojado de cada una de las superficies de trabajo, se analiza el ángulo de contacto de un adhesivo con muestras de diferentes viscosidades, determinando además, la energía superficial de cada una de las muestras de adhesivo.

## 1. INTRODUCCIÓN

Es bien conocido que un buen resultado de una unión adhesiva depende fundamentalmente de las características de la intercara entre el sustrato y el adhesivo. En estas características influyen, decisivamente, dos parámetros que dependen, uno de la estructura cristalográfica y molecular, la tensión superficial, y el otro de la topografía superficial, la rugosidad.

El primer parámetro produce la unión mediante fuerzas de Van der Waals (mecanismo de unión de adsorción). El segundo da lugar al anclaje mecánico, a la vez que produce un aumento de la superficie de la unión, lo que incide de manera positiva en la componente polar de la unión.

Se sabe que la resistencia de las uniones adhesivas depende de la rugosidad superficial de los sustratos. En diferentes estudios realizados [1-3] se ha comprobado que la magnitud de este efecto no está clara debido a la elevada complejidad del fenómeno. Se cree que muchos de los tratamientos superficiales aplicados para generar rugosidad inducen cambios físico-químicos, que pueden afectar a la energía superficial de los sustratos y a la capacidad de mojado.

En trabajos anteriores se ha realizado el estudio del mojado de la superficie considerando como parámetro variable el ataque superficial [4]. Igualmente se han realizado análisis de la influencia de la viscosidad [5].

En este estudio se pretende comprobar estos puntos mediante la aplicación de diferentes tratamientos para modificar la topografía superficial: dos de ellos, el granallado y el lijado de amplia utilización a nivel industrial; el ataque con ácido clorhídrico, mediante inmersión, aplicable a nivel de laboratorio y el Laser Shock Processing (LSP), con una utilización todavía relativa en la industria, pero que se presenta como una alternativa al granallado en industrias tecnológicas.

En los diferentes procesos, el ataque a la superficie de la muestra, aleación de aluminio de la serie 6000, incide de manera diferente en la estructura de grano de la misma.

Si como se ha dicho anteriormente, los tratamientos superficiales inducen modificaciones de carácter físico-químico, el resultado de la tensión superficial es de esperar que sea diferente en función del tratamiento al que se haya sometido la superficies; esto se ha de comprobar en los estudios de medida comparativa de la tensión superficial mediante la determinación del ángulo de mojado.

Una última comprobación se realiza mediante ensayos de pelado. En cualquier caso se intenta encontrar una explicación mediante un estudio de las curvas de Abbott Firestone

Para el estudio del efecto producido por la viscosidad del adhesivo, se han realizado tres muestras de un adhesivo, variando su viscosidad.

## 2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 2.1 Materiales:

#### Fabricación del adhesivo:

El procedimiento para la obtención de los adhesivos acrílicos que se emplearon en los ensayos ha sido el mismo utilizado en trabajos anteriores [4]. En este caso, para la modificación de la viscosidad del adhesivo, se han elegido las concentraciones en neopreno de 6, 8 y 10%.

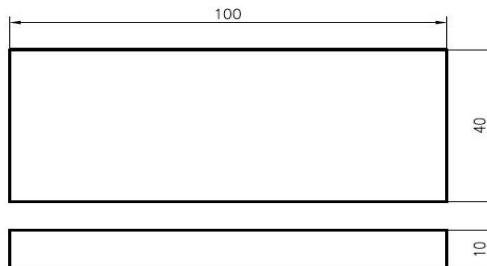
Las propiedades de estos adhesivos que interesan en este artículo son (Tabla 1):

Neopreno (%)	Viscosidad (mPa·s)	Tensión Superficial (mN/m)
6	300.9	95.31
8	755.1	96.68
10	1672.3	98.10

**Tabla 1** Características de los adhesivos.

#### Preparación de las probetas:

Se han utilizado sustratos de una aleación de aluminio de la serie 6000, en presentación de placas laminadas de dimensiones 100x40x10mm (Figura 1).



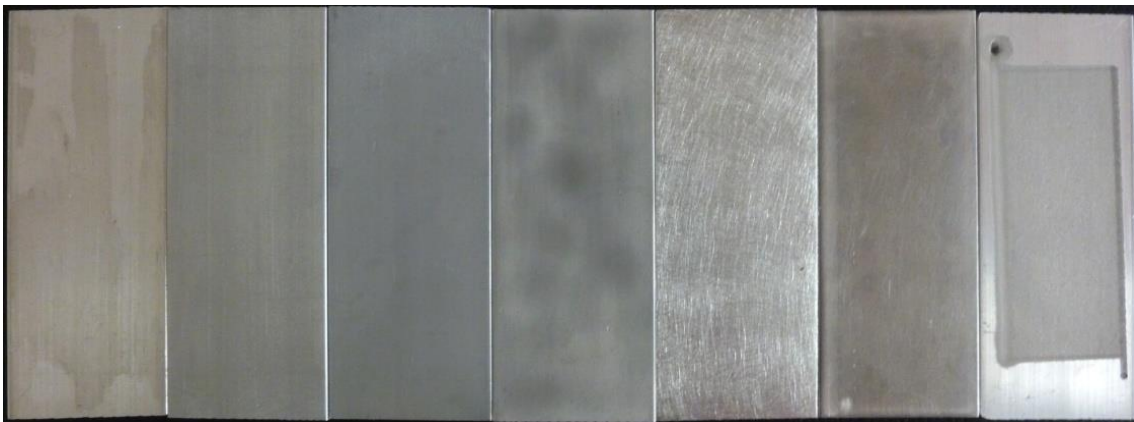
**Figura 1** Presentación de la probeta utilizada en los ensayos.

Estas placas se trataron con diferentes ataques para variar tanto su rugosidad como sus características físico-químicas. Estos ataques fueron:

- Inmersión en ácido clorhídrico (HCl): Se sumergieron sendas probetas en disoluciones de HCl de concentraciones 0.5 N y 0.6 N durante un tiempo de 30 horas y 30 minutos [4].

- Granallado: Se empleó como abrasivo corindón artificial de grano 120  $\mu\text{m}$ , realizándose una pasada a una distancia de 10 cm. El equipo empleado ha sido un Guyson, modelo Euroblast 2SF.
- Lijado: La abrasión mecánica mediante lijado manual se aplicó en dos probetas. Una se lijó con papel de esmeril 40 hasta alcanzar una rugosidad media en toda la superficie de  $2\mu\text{m}$ ; en la otra se lijó con papel de grano 1000 hasta alcanzar una rugosidad de  $0,2\mu\text{m}$ .
- Laser shock processing (LSP) o laser peening: Este tratamiento consiste en la generación de ondas de choque mediante el empleo de láseres pulsados que provocan una deformación plástica permanente en el material metálico. El proceso es descrito detalladamente por J.A. Porro et al. [6], utilizándose exactamente el mismo equipo que en el artículo nombrado.  
Se realizó un ataque con 625 pulsos/ $\text{cm}^2$ .

Con los tratamientos especificados anteriormente se disponían de seis probetas y una más en estado de entrega (laminado de fábrica). Estas probetas se muestran en la fotografía de la figura 2 se pueden observar los distintos acabados de los tratamientos mencionados:



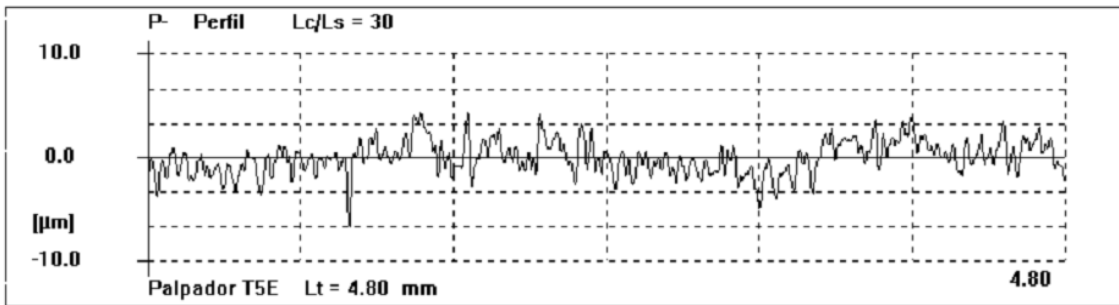
**Figura 2** De izquierda a derecha: Sin tratamiento, HCl 0.5N, HCl 0.6N, Chorreado, Lijado 2mm, Lijado 0.2mm y LSP 625pulsos/ $\text{cm}^2$ .

## 2.2 Ensayos realizados:

### Medida de la rugosidad:

Se midió la rugosidad de cada una de las probetas con un rugosímetro marca TIME Group Inc TR200, de punta de diamante con un radio de  $5\mu\text{m}$  y precisión de medida  $4\text{mN}$  ( $0.4\text{gf}$ ).

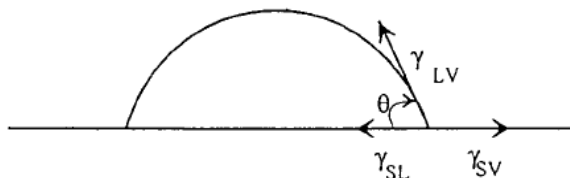
Con el mismo equipo se obtuvieron las curvas de Abbott Firestone. Se analizaron las superficies de las áreas correspondientes a los picos y las correspondientes a los valles. Se determinaron las pendientes de los tres tramos, como se verá en la parte de resultados. En la figura siguiente se muestra una distribución de picos y valles referidos a una rugosidad Ra concreta.



**Figura 4** Distribución de picos y valles (9).

### Determinación de la tensión superficial crítica de la superficie de la probeta:

El método para determinar la energía superficial,  $\gamma_c$ , de los sólidos, en este caso la tensión superficial crítica, fue desarrollado por Zisman.



**Figura 4** Diagrama y ecuación de las fuerzas entre una gota y el sustrato.

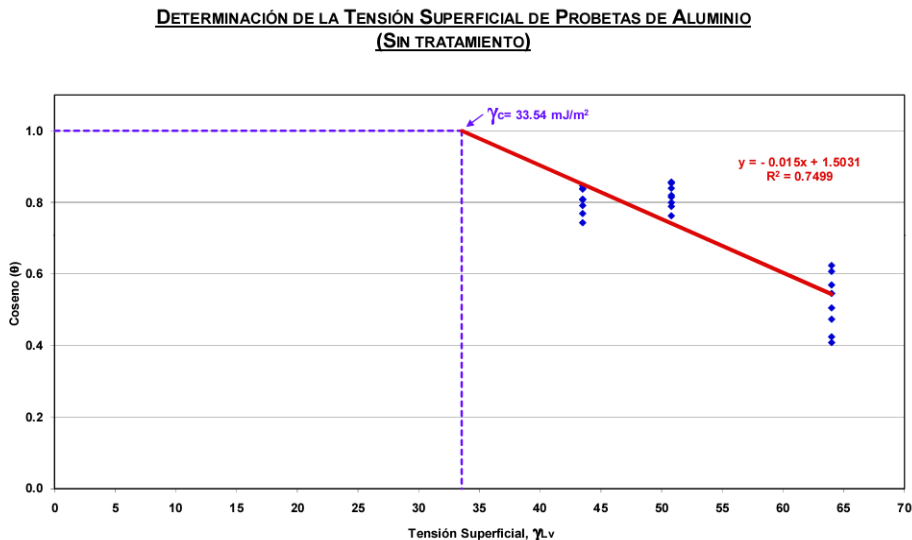
A partir del balance de fuerzas entre el líquido y el sólido (Figura 4), se puede escribir la ecuación de equilibrio:

$$\gamma_{LV} \cdot \cos(\theta) = \gamma_{SV} - \gamma_{SL}$$

Esta es la ecuación de Young, donde  $\gamma_{LV}$  es la tensión interfacial líquido-vapor,  $\theta$  es el ángulo de contacto,  $\gamma_{SV}$  es la tensión interfacial sólido-vapor y  $\gamma_{SL}$  es la tensión interfacial sólido-líquido.

El método de Zisman consiste en estimar, mediante la medida de los ángulos de contacto que forman con la superficie en estudio una serie de líquidos con tensiones superficiales conocidas, el valor de la tensión superficial para la que el mojado es total, es decir,  $\cos(\theta) = 1$ .

Llevando los valores de los ángulos de mojado a un gráfico en función de los valores  $\gamma_{LV}$  del líquido de prueba, la tensión superficial crítica se obtiene como la intersección de la línea horizontal correspondiente al  $\cos(\theta) = 1$  con la prolongación de la línea recta del  $\cos\theta$  frente a  $\gamma_{LV}$ , tal como se muestra en la figura 5. Esta intersección es el punto donde el ángulo de contacto es de 0 grados. Un hipotético líquido de ensayo que tuviese esta  $\gamma_{LV}$  se extendería completamente sobre el sustrato.



**Figura 5** Determinación de la tensión superficial crítica.

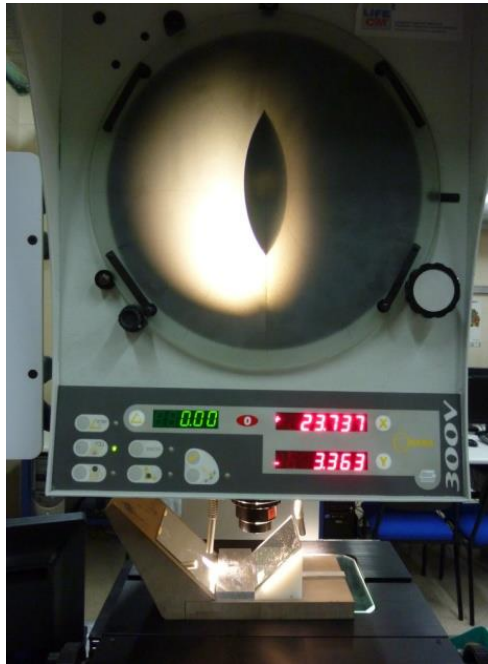
La determinación de la tensión superficial crítica,  $\gamma_c$ , se realizó según la norma UNE-EN 828 [7].

Conforme a esta norma se escogieron tres de los productos químicos mencionados en la misma cuyos valores de tensión superficial figuran en la tabla 2:

Producto	Tensión Superficial (mJ/m <sup>2</sup> )
Dimetilsulfóxido (DMSO)	43.5
Diiodometano	50.8
Glicerol	64

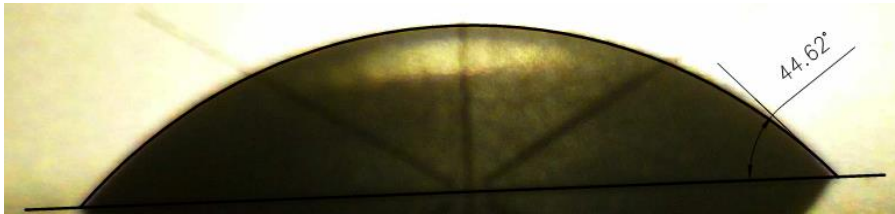
**Tabla 2** Tensión superficial de los líquidos utilizados

Para la medida del ángulo de contacto se empleó un perfilómetro con goniómetro óptico RAMA 300V, adaptando a este un útil para redirigir el haz de luz del perfilómetro, de forma que la incidencia de la imagen fuese adecuada para el análisis de la misma (Figura 6).



**Figura 6** Útil y perfilómetro utilizados para la medida de ángulos de contacto

En primer lugar se realizó la deposición de una gota de 2ml de cada uno de los productos. Se capturó la imagen, después de 10 segundos, y se procesó mediante el software de diseño gráfico AutoCad 2007 (Figura 7).



**Figura 7** Medición del ángulo de contacto mediante AutoCad

La determinación del ángulo de contacto se realizó ocho veces por probeta y producto.

#### Determinación de la fuerza de pelado:

La determinación se realizó según las normas UNE-EN 28510-1 [8], utilizando una máquina de ensayos universal IBERTEST ELIB 20W, y con ayuda del software WINTTEST. Realizándose 3 ensayos para cada adherente con una cinta adhesiva de 2cm de ancho.

Los ensayos se realizaron a una velocidad de 50mm/min con una longitud de recorrido de 70mm.

#### Determinación del ángulo de mojado de los adhesivos:

La determinación del ángulo de mojado se realizó de la misma manera que la descrita anteriormente para hallar los ángulos de contacto del dimetilsulfóxido (DMSO), el diiodometano o el glicerol. También se realizaron 8 ensayos por probeta y adhesivo.

### **3. RESULTADOS Y ANÁLISIS**

#### *3.1 Rugosidades obtenidas con los diferentes tratamientos*

En la tabla 3 se muestran las rugosidades obtenidas con los diferentes tratamientos, presentándose los resultados ordenados de menor rugosidad ( $R_a = 0.110\mu\text{m}$  del aluminio en estado de laminación) a mayor rugosidad ( $R_a = 6,353\mu\text{m}$  del aluminio tratado mediante Laser shock Processing, LSP).

Cabe destacar el amplio rango de rugosidades obtenidas. Se observa también que mediante tratamientos diferentes se pueden conseguir rugosidades parecidas como en el caso del Lijado 2 y el HCL 0,6N. Debido a la agresividad del tratamiento con LSP, como cabía esperar, se obtiene una rugosidad muy elevada en comparación con el resto de los tratamientos.



Tratamiento	Ra ( $\mu\text{m}$ )
Sin tratamiento	0.110
Lijado 0,2	0.233
HCl 0,5N	0.808
Granallado	1.123
Lijado 2	1.923
HCl 0,6 N	1.964
LSP	6.353

Tabla 3 Rugosidades obtenidas

### 3.2 Energías superficiales de los sustratos

Los resultados de las medidas de la energía superficial de cada uno de los sustratos se recogen en la figura 8 observándose que por lo general todos los tratamientos conllevan un incremento de la energía superficial, obteniéndose los valores mas altos para el ataque con HCl 0'6N, LSP y Granallado.

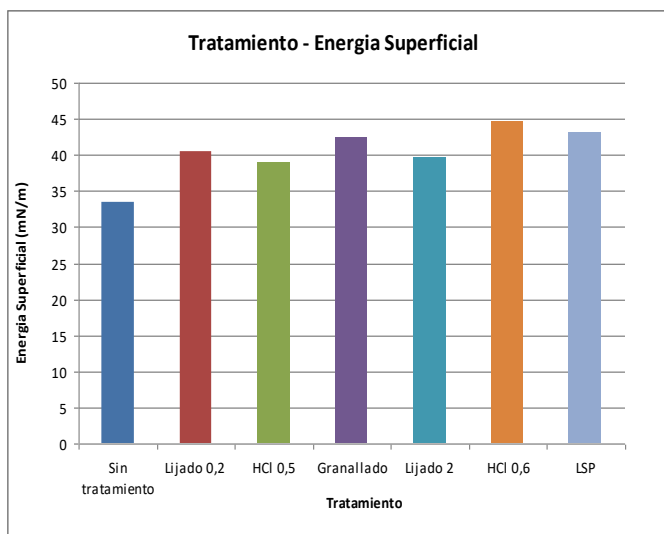
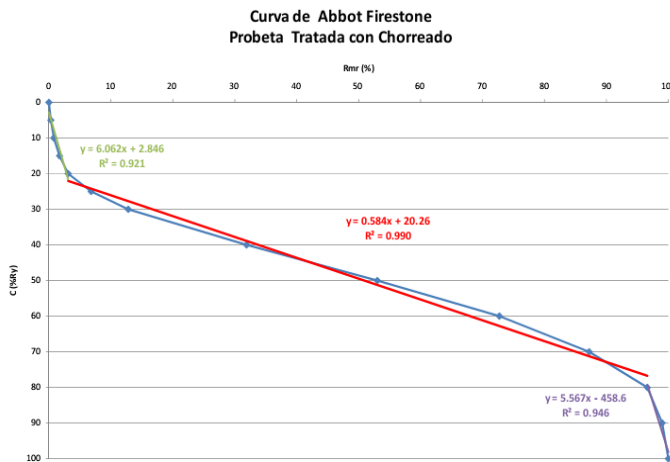
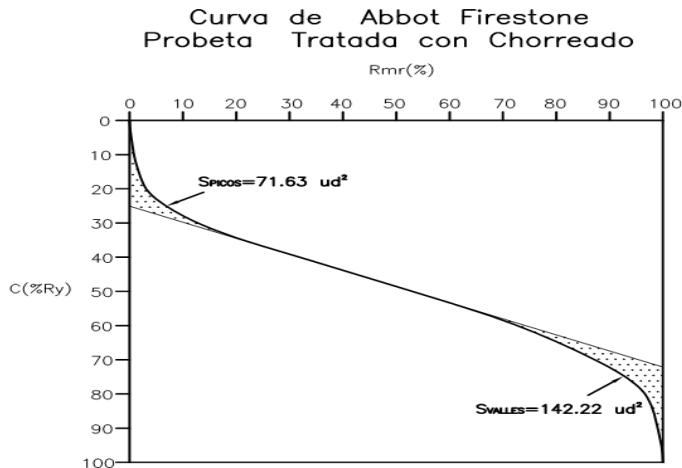


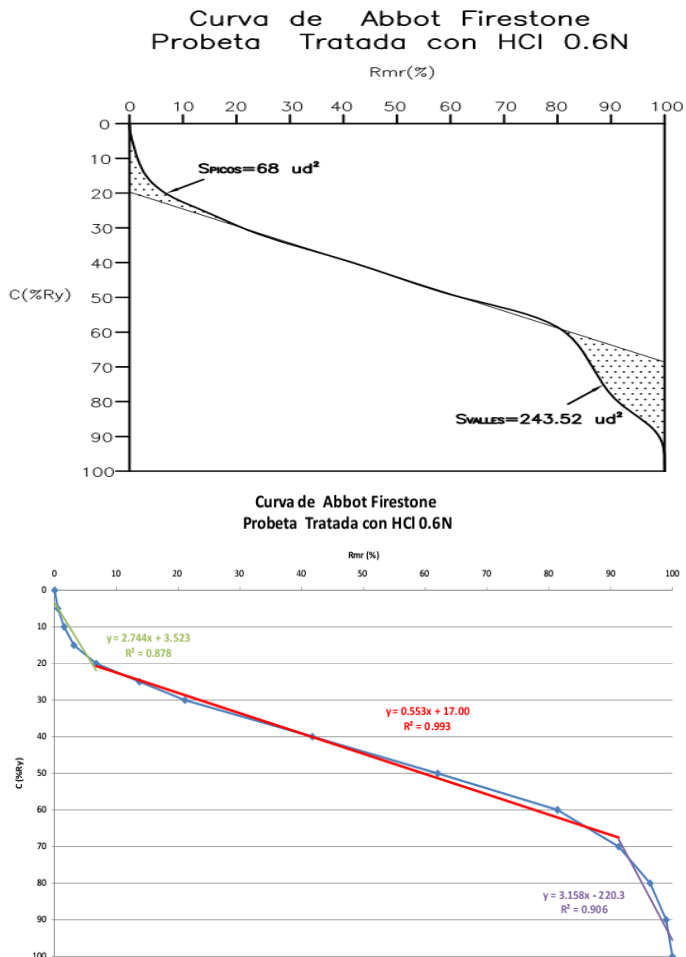
Figura 8 Representación del Tratamiento por orden de rugosidad frente a la Energía Superficial

### 3.3 Curvas de Abbott Firestone

Se han realizado las curvas de Abbott Firestone en todos los tratamientos. Una vez dibujadas se han estudiado las zonas correspondientes tanto a la zona representativa de los picos como de los valles. Se han estudiado, también, las zonas correspondientes a la media de las rugosidades (figuras 9 y 10).



**Figura 9** Análisis de la curva de Abbott Firestone para chorreado con arena.



**Figura 10** Análisis de la curva de Abbott Firestone para HCl 0'6N.

Los valores obtenidos se muestran los resultados de las áreas representativas (S) de las zonas de picos y valles; y las pendientes de cada una de ellas (m).

Tratamiento	PICOS		VALLES		Zona central
	S <sub>p</sub>	m <sub>p</sub>	S <sub>v</sub>	m <sub>v</sub>	m
Sin tratamiento	275.81	2.914	192.15	2.334	0.469
Lijado 0.2	113.44	2.026	162.10	7.530	0.453
HCl 0.5	68.1.0	2.141	135.72	5.280	0.528
Granallado	71.63	6.062	142.22	5.570	0.584
Lijado 2	151,51	2.560	120.60	2.735	0.477
HCl 0.6	68.00	2.744	243.52	3.158	0.553
LSP	187.34	1.928	113.04	4.035	0.590

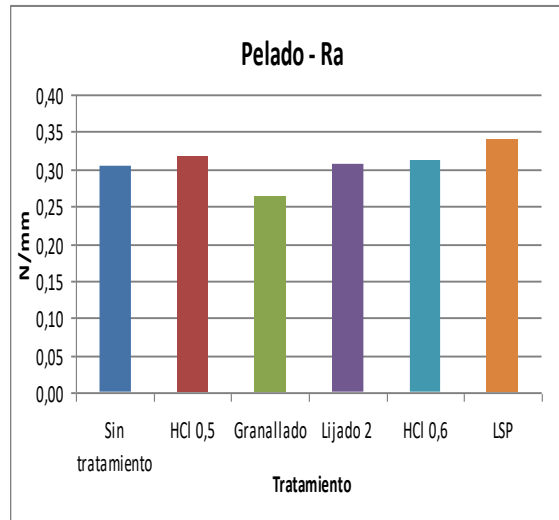
**Tabla 4** Valores de las áreas y pendientes obtenidas de las curvas de Abbott Firestone

Se puede observar, en las zonas correspondientes a las áreas de picos y valles, la gran variación que se produce en los valores en función de los ataques realizados. Se puede ver como el ataque químico (HCl 0'5 y 0'6N) así como el granallado, producen una disminución muy importante en la cantidad de picos. Sin embargo, el valor de  $m_v$  para el granallado, nos muestra una distribución muy heterogénea de los mismos. Se observa, también, que en el caso del ataque con HCl 0'6N se produce un aumento significativo de la cantidad de valles debido, fundamentalmente, a la vista, en trabajos anteriores (4), corrosión por picaduras. Si se miran los valores correspondientes al lijado manual, se ve que la proporción entre picos y valles es la más próxima a 1, es decir, la superficie en su valor de rugosidad, es más homogénea.

Se observa que el tratamiento con LSP produce una distribución de picos muy homogénea.

### 3.4 Ensayos de pelado

Con relación a los resultados de las fuerzas de pelado obtenidos, se puede comprobar en la Figura 11, como un tratamiento con LSP parece mejorar la resistencia a pelado con cinta adhesiva, el HCl 0'5N, el lijado 2 y el HCl 0'6N tienen una fuerza de pelado similar al aluminio sin tratar, y por el contrario el granallado produce una disminución en dicha fuerza.



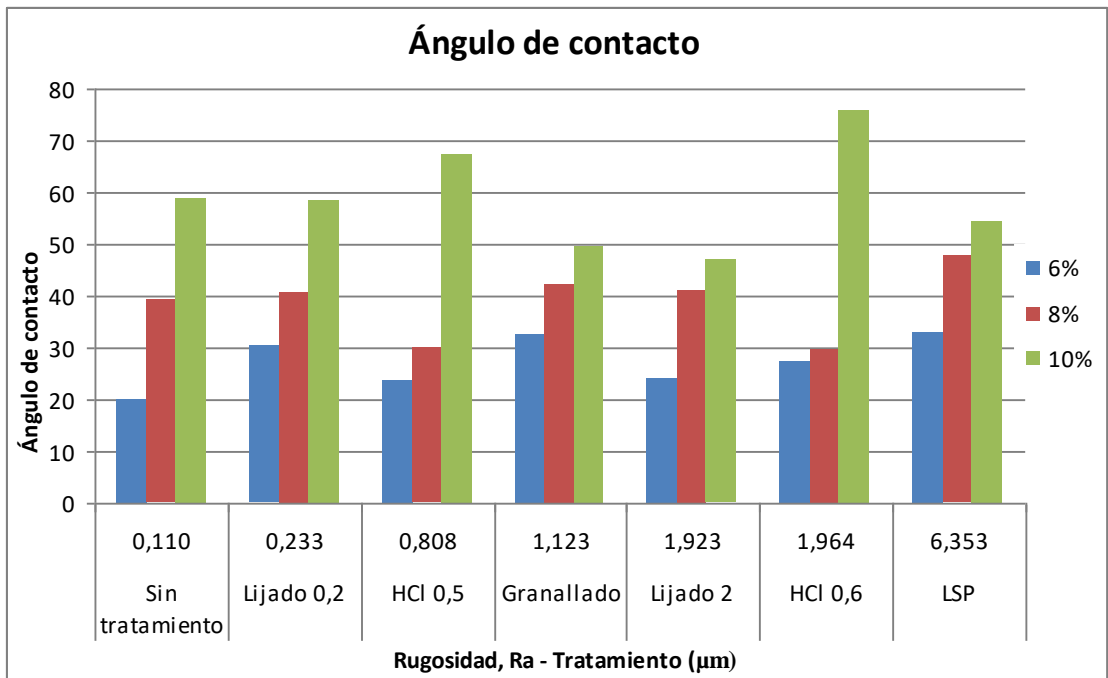
**Figura 11** Representación de los Tratamientos por orden de rugosidad frente al Pelado.

Analizando los parámetros obtenidos con las gráficas de Abbott Firestone, se aprecia que existe una relación entre la heterogeneidad de la distribución de picos y su cantidad y la fuerza de pelado.

Se comprueba como la menor fuerza de pelado se corresponde con aquel tipo de sustrato cuyo perfil tiene un reparto de los picos más heterogéneo; por el contrario se observa como la mayor fuerza de pelado se corresponde con el perfil del sustrato con una mayor homogeneidad en los picos.

### 3.5 Ángulos de contacto

Para poder comparar la influencia que tiene el tratamiento superficial y la viscosidad en el ángulo de contacto se muestra la figura 12.



**Figura 12** Representación de la influencia de la viscosidad respecto al ángulo de contacto.

En la gráfica anterior se puede observar la relación existente entre el ángulo de mojado y la viscosidad en todos los casos de tratamientos superficiales. Se observa como, en todos los casos el ángulo de mojado aumenta con la viscosidad. Es de resaltar el caso de ambos tratamientos con HCl. El aumento producido en el caso de la alta viscosidad en este tratamiento es muy significativo. En el análisis realizado en las curvas de Abbott Firestone se puede concluir que este aumento se debe a que existe mucha diferencia entre la cantidad de picos y la de valles con una gran cantidad de estos últimos; fundamentalmente es de gran importancia la homogeneidad en el tamaño y distribución de los picos. Así, en el caso del granallado en el que existe también mucha diferencia en áreas de picos y valles, la repercusión de la viscosidad en el ángulo de mojado es menor debido a la gran heterogeneidad en la distribución de los picos (pendiente de la curva de A.F. 2,744 en el ataque químico, frente a 6.062 en el caso del granallado)

#### 4. CONCLUSIONES

- Siendo un único material el componente del sustrato, la energía superficial puede variar en función del ataque superficial al que es sometido, lo que parece indicar, efectivamente la modificación físico química anteriormente indicada.
- La energía superficial, al menos en el caso del ensayo a pelado, no guarda relación directa con los valores de las fuerzas de pelado, lo que parece indicar una preponderancia, en los valores de dichas fuerzas, de la topografía superficial
- Parece significativo el hecho de que los tratamientos que más pueden incidir en el ataque selectivo de los granos estructurales -granallado, HCl 0'6N y LSP- son los que provocan un valor mayor de la energía superficial
- Existe una relación entre la adherencia, la topografía superficial y la homogeneidad de la distribución de picos y valles, aunque es necesario el estudio microestructural de cada uno de los ataques para poder explicar algunas aparentes contradicciones.
- En el valor del ángulo de mojado influye, de forma sinérgica, la topografía superficial y la viscosidad.

## 5. REFERENCIAS

1. Harris AF, Beevers A. I. J. *Adhesion Adhesives*; 19: 445 (1999).
2. Shahid M, Hashim SA. *J Adhesion*; 73: 365 (2000).
3. Prolongo SG., Yuste V., del Rosario G., Ureña A., *Influencia del acabado superficial y de condiciones ambientales adversas en uniones adhesivas epoxi-aluminio*.
4. J.J. Narbón, E. Paz, J.C. del Real, Y. Ballesteros, M.Pantoja, J. Abenojar, *Estudio de la Influencia de la viscosidad de un adhesivo acrílico en el mojado y en las propiedades mecánicas de la unión*, XI Congreso de adhesión y adhesivos (2010).
5. D.E. Packham. *Surface energy, surface topography and adhesion. Centre for Materials Research, University of Bath, Claverton Down, Bath BA2 7AY, UK.* (2003).
6. J. A. Porro, C. Molpeceres, M. Morales, J. L. Ocaña, *Compressive residual stress field generation in aluminium 2024-t351 using laser shock processing* Óptica Pura Aplicada 40 (1) 73-78 (2007)
7. Norma UNE-EN 828. *Adhesivos. Mojabilidad. Determinación por medida del ángulo de contacto y de la tensión superficial crítica de la superficie sólida.* (1999)
8. UNE-EN 28510-1. *Adhesivos. Ensayo de pelado para una unión encolada de adherente flexible sobre rígido. Parte 1: Pelado a 90°.*(1993)
9. Mitutoyo *Boletín técnico* 7 (2010)
10. A.Aballe, M.Bethencourt, F. J. Botana, M. Marcos, J.M. Sánchez Amaya, *Corrosion-erosion processes of the AA5083(Al-Mg) Alloy in seawater* Ciencias Marinas 29 (4) 405-411 (2003)