

SINTERIZACIÓN DE NITRURO DE SILICIO Y SU ESTUDIO INTERFACIAL EN LA UNIÓN CON ACERO INOXIDABLE AISI 304.

L. Ceja-Cardenas¹, N. B. García-Custodio, J. Lemus-Ruiz¹, S. D. de la Torre²

¹Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, Morelia, Mich., 58000, MEXICO.

²Instituto Politécnico Nacional, CIITEC, Cerrada Cecati s/n Col., Sta. Catarina, C.P. 02250 Azc., D.F., MEXICO.

E-mail: loecc4@yahoo.com.mx y sediazt@ipn.mx

INTRODUCCIÓN

La evolución de los procesos de unión ha permitido a la cerámica ser utilizada en combinación con metales para la fabricación de un creciente número de dispositivos híbridos. Cada técnica tiene sus características especiales, pero los materiales base que se desean unir y la aplicación que se le proporcionará al ensamble son factores primordiales que rigen la técnica a utilizar [1,2]. *Brazing* es una técnica de unión muy utilizada debido a que comparado con otras tecnologías de unión tiene una menor influencia en las materiales base, por lo que puede lograr una unión más precisa en componentes complejos o materiales disimiles. Un factor clave para una unión exitosa es el elemento de unión, los cuales se clasifican en activos y no activos. La metalización de las superficies a interactuar es una técnica que puede remplazar al elemento de unión activo, sin embargo existe clara evidencia de que en la interfase cerámico-metal, existe una generación de esfuerzos residuales asociado a la gran diferencia que existe entre los coeficientes de expansión térmica de los materiales que interactúan. Con el fin de relajar estos esfuerzos residuales, las intercapas son introducidas en los ensambles [3,4].

METODOLOGÍA

La descripción de las diferentes etapas por las cuales se llevo a cabo en el presente trabajo se esquematiza en la figura 2.1.

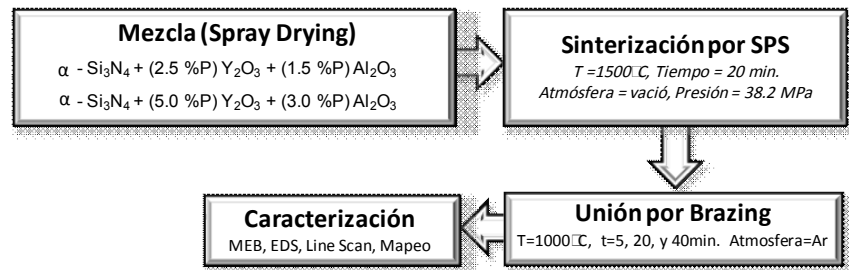


Figura 2.1. Diagrama de flujo del proceso experimental desarrollado

Las materias primas como el nitruro de silicio fueron fabricados por la técnica de Spark Plasma Sintering, utilizando dos diferentes porcentajes de aditivos: 4%P (2.5Y₂O₃ - 1.5Al₂O₃) y 8%P (5.0Y₂O₃ - 3.0Al₂O₃) en peso. El Acero Inoxidable AISI 304, el Niobio, y la aleación Cu-Zn son materiales comerciales. La morfología superficial del nitruro de silicio, fué observada por microscopia electrónica de barrido (*Jeol Scanning Microscope Mod. JSM-6400*), por lo que la muestra, requirió previamente de un pulido superficial con un disco abrasivo de diamante de 45µm, seguido de un lavado con agua destilada y una limpieza por ultrasonido. De igual forma, se utilizó el equipo para realizar análisis puntuales (Electrón Probe Micro-Analysis) a la muestra de acero inoxidable AISI 304. Los arreglos de unión fueron del tipo sándwich Si₃N₄/CuZn/Nb/CuZn/AISI 304, que consiste en colocar las dos superficies a unir (Si₃N₄/AISI 304), en forma horizontal e insertar las laminas Niobio y la aleación Cu-Zn entre ellas. El arreglo tipo sándwich se colocó en un dado de grafito diseñado para mantener las superficies de los materiales en contacto durante el proceso de unión, empleando polvo de nitruro de boro (BN) en las paredes del dado de grafito para evitar contaminación de carbón con la muestra. De acuerdo al diagrama de fase Cu-Zn, la temperatura de fusión de la aleación empleada (Cu70-Zn30) es de 950°C; pero con la finalidad de asegurar que dicha aleación se encuentre en fase líquida durante el proceso de unión, se decidió incrementar a 1000°C la temperatura. El equipo utilizado para realizar las uniones consiste básicamente de un horno de resistencias de atmósfera controlada con cámara tubular de 8 cm de diámetro y 80 cm de longitud, sellado por un extremo, al cual se introdujo el dado con la muestra, al cual se le suministra un gas inerte de argón (Ar) en forma continua durante el experimento. Las uniones producidas fueron montadas en resina y cortadas transversalmente. Las sección transversal de las muestras unidas fueron observadas por microscopia electrónica de barrido, con el propósito de estudiar la interfase cerámico/metal producidas durante el proceso de unión.

RESULTADOS

Cerámicos de nitruro de silicio conteniendo dos diferentes porcentajes de aditivo (4 y 8% en peso) fueron unidos al acero inoxidable a 1000°C por diferentes tiempos en una atmosfera de argón. La unión $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/AISI 304}$ por 5min., a 1000 °C y 4% de aditivo, presenta una clara definición de los límites del elemento de unión en contacto con el acero AISI 304 y el Nb, esto puede ser atribuido a que el tiempo de permanecía en el proceso brazing es relativamente corto, originando que la aleación Cu-Zn no alcance a esparcirse por completo en la superficie y ocasionando que el fenómeno de difusión/transferencia de masa no ocurra. La zona de contacto entre la aleación Cu-Zn y el Si_3N_4 presenta la formación de islas sin unir y poros que evidencian la descomposición del cerámico, induciendo que nitrógeno quede atrapado en la zona interfacial, figura 3.1(a). Para la unión $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/AISI 304}$ unicamente se modifico el tiempo de unión, sinodo este por 20min., inicialmente, podemos apreciar una interfase libre de islas sin unir y poros, que se caracteriza por una fina capa de reacción uniforme de alrededor de 10 μm de espesor en ambas partes de la unión, responsable del enlace entre el cerámico y metal. L. Martens y colaboradores [5] observaron que un excesivo crecimiento de la capa de reacción provoca que la tensión residual en la interfase sea mayor, promoviendo efectos negativos en la resistencia mecánica de la unión y además que obtener una capa de reacción delgada inhibe la formación de fases frágiles, figura 3.1(b). La unión hecha a 40 min., presentaron una interfase libre de defectos y uniforme, sin embargo, el incremento del tiempo en el proceso de unión si tiene un efecto importante en el crecimiento de la interfase $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Cu-Zn/Nb}$. Como se había observado previamente cuando se utiliza un menor contenido de aditivo para sinterizar el cerámico, se presenta un mayor crecimiento de la interfase durante la unión, pero se encontró que el espesor se ve incrementado notablemente alcanzando hasta de 30 μm para ensambles producidos a 1000°C por 40min, figura 3.1 (c).

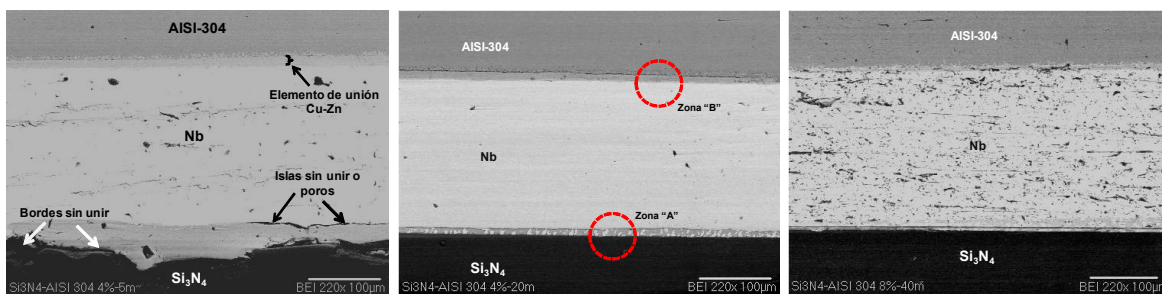


Figura 3.1 Unión $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/AISI 304}$, (a) por 5min., (b) por 20min., (c) por 40min., a una temperatura de 1000 °C con aditivo de 4% para el Si_3N_4 .

CONCLUSIONES

Las superficies metalizadas con Ag de los distintos materiales que interactúan en el arreglo tipo sándwich de $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Cu-Zn/Nb/Cu-Zn/AISI 304}$ fueron unidas a 1000°C usando diferentes tiempos en el proceso de unión. La interfase formada por $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Nb}$ se caracteriza por ser uniforme, libre de porosidades y grietas para tiempos de unión mayores a 20min. Además presenta una zona de interdifusión de elementos y un incremento significativo en el espesor de la interfase promovido por el aumento del tiempo de unión. Los resultados muestran que con el incremento del tiempo de unión existe una evaporación de Zn y una mayor difusión de Silicio. La cantidad de aditivo utilizado en la sinterización del cerámico, tiene un efecto en el crecimiento de la interfase formada durante el proceso de unión, el cual requiere ser analizado más a detalle.

REFERENCIAS

- [1] Z. Yong, F. Di, H. Z. Yong, C. X. Chun, *“Progress in joining ceramics to metals”*, Journal of Iron and Steel Research, International, Vol. 13, No 2, (2006), p. 01-05.
- [2] J. A. Fernie, A. J. *“Sturgeon, Joining ceramic materials”*, Bonding & Joining, Metals and Materials, Abril (1992), p. 212-217.
- [3] K. Sukanuma, T. Okamoto, M. Koizumi, *“Influence of shape and size on residual stress in ceramic/metal joining”*, Journal of Material Science”, Vol. 22, (1987), p. 3561-3565.
- [4] C. H. Hsueh, A. G. Evans, *“Residual Stresses in Metal/Ceramic Bonded Strips”*, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 68, No. 5 (1985), p. 241-248.
- [5] L. Martens, W. Tillmann, E. Lugscheider, G. Ziegler, *“Strength and microstructure of brazed cemented carbide and silicon nitride joints”*, Journal of Materials Processing Technology Vol. 58 (1996), p. 13-23.