

Unión de acero inoxidable AISI 316 L usando una cinta metálica amorfa (Ni_{76.5}Fe_{4.2}Cr₁₃B_{2.8}Si_{4.5})

Téllez Arias Mercedes Gabriela, Lemus Ruiz José, Verduzco Martínez Jorge Alejandro*.

Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH.

Edif. "U", C.U., Apdo. Postal 888, Morelia, Michoacán, México.

(Recibido: 18 de octubre de 2006; Aceptado: 9 de noviembre de 2006)

En el presente trabajo se presenta la unión de aceros inoxidables AISI 316L (utilizado en intercambiadores de calor) empleando una cinta metálica amorfa comercial Ni_{76.5}Fe_{4.2}Cr₁₃B_{2.8}Si_{4.5} (Metglas ©) como material de aporte. Los resultados muestran uniones favorables a una temperatura de 1105° C observándose que hay una mejor unión a partir de los 10 minutos ya que no se observan zonas con falta de unión. Por otro lado, se observa que en las uniones a 1170° C se obtiene mayor difusión. La unión se llevó a cabo mediante la difusión reacción química entre los materiales.

Palabras clave: Cintas metálicas amorfas; Unión de materiales; Acero inoxidable 316L

This work presents the joining of stainless steel AISI 316L (used on heat interchangers) employing a commercial Ni_{76.5}Fe_{4.2}Cr₁₃B_{2.8}Si_{4.5} (Metglas ©) amorphous foil as the filler material. Results show favorable joints at temperatures of 1105° C observing better joints from 10 minutes since zones without joining are not observed. On the other hand, it is observed that in joints at 1170° C major diffusion is attained. The joining process was carried out by means of chemical reaction diffusion between the materials.

Keywords: Metallic glass ribbons; Joining; Stainless steel 316L

1. Introducción

Con la tecnología de la solidificación rápida, se ha logrado obtener materiales metálicos con ordenamiento atómico de corto alcance [1] (conocidos como vidrios metálicos), lo cual proporciona propiedades únicas en diversas formas, por ejemplo cintas y alambres. Siendo las cintas las más explotadas desde sus inicios en diversas aplicaciones debido a sus propiedades magnéticas y eléctricas como es el caso de cabezas de grabación [2], sensores magnéticos [3] y posteriormente en corazones de transformadores de poder [4,5].

Los materiales que se unen por Brazing y soldadura son una práctica antigua que ha evolucionado en una tecnología moderna sofisticada a través de las varias innovaciones, como el uso de metales del relleno rápidamente solidificados. Las aplicaciones de los metales amorfs son variadas, por ejemplo, una de sus primeras aplicaciones comerciales fue para sellar artefactos de avión, otra aplicación es que pueden ser usados en intercambiadores de calor y en forma de panel [6]. Muchas aleaciones de unión son frágiles debido al contenido de elementos reductores de temperatura de fusión, tales como fósforo, boro y silicio. Así, una forma convencional de aleaciones de unión es la pasta, en las cuales se forman de aleaciones

de polvos usando aglutinante. La aplicación en forma de cinta es muy conveniente, ya que ésta se puede colocar directamente en la junta de las dos piezas base a ser unidas.

2. Procedimiento experimental

Los materiales utilizados en el presente trabajo fueron: Acero inoxidable 316L y cinta metálica amorfa (Metglas®) fabricados comercialmente, las composiciones químicas se muestran en la tabla 1.

La estructura amorfa de la cinta se confirmó por difracción de rayos X en un difractor modelo SIMENS D5000, empleando en su operación una lámpara de cobre ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) para un rango de barrido de 10 a 90° con un tamaño de paso de 0.02° y tiempo de medida entre pasos de 0.6 segundos. La temperatura de fusión de la cinta se determinó por DTA en un calorímetro modelo TA Instruments, DSC 2910, Modulated DSC, celda DTA 1600°C. Muestras cuadradas a unir de acero inoxidable 316L de 1x1 cm² x 0.3 cm de espesor, fueron preparadas por desbastado usando papel de carburo de silicio de 400. Las superficies fueron analizadas por un microscopio de fuerzas atómicas JEOL Modelo JSPM-4210, el cual emplea puntas de silicio (NSC12), una frecuencia de resonancia de 150 kHz, una constante de fuerza de 4.5 N/m y un radio de

Tabla 1. Rangos de composición química de los materiales usados.

| | Fe | Cr | Ni | B | Si | C | Mn | P | S | Co | Otros |
|------------------------------|---------|-------|-------|-----|-----|------|-----|-------|------|---------|-------|
| Acero inoxidable 316L | balance | 16-18 | 10-14 | - | 1.0 | 0.03 | 2.0 | 0.045 | 0.03 | - | 2-3 |
| Cinta metálica amorfa | 1-5 | 10-20 | 70-80 | 1-5 | 3-7 | - | - | - | - | 1 (max) | - |

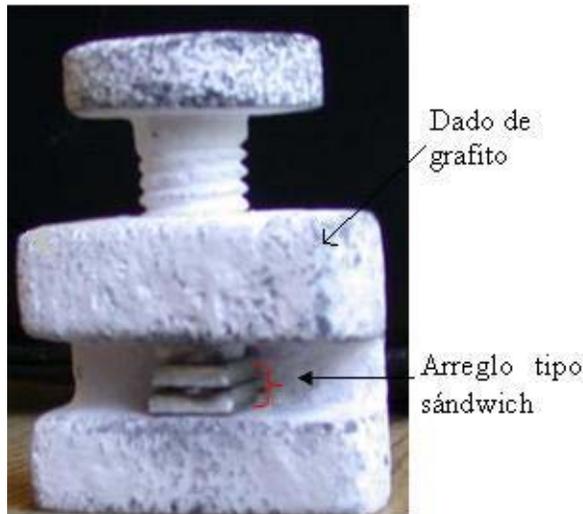


Figura 1. Porta muestra de grafito donde se puede observar el arreglo tipo sándwich de las muestras a unir.



Figura 2. Horno Tubular empleado en los experimentos de unión.

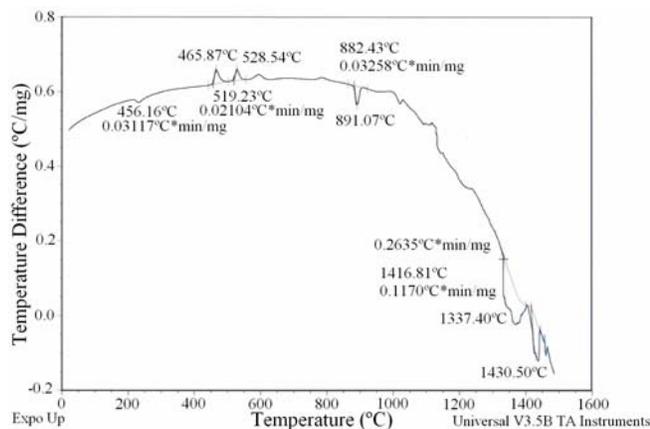


Figura 3. Análisis térmico diferencial de la cinta Ni_{76.5}Fe_{4.2}Cr₁₃B_{2.8}Si_{4.5}.

curvatura de 10 nm. La finalidad de realizar esta prueba es tener un parámetro inicial aproximado de la rugosidad de que se parte en este material.

Se prepararon ensambles tipo sándwich, el cual consiste en las dos probetas de acero inoxidable 316L del extremo de la superficie desbastada, insertando entre ambas una lámina de la cinta metálica amorfa. Una vez realizando el arreglo tipo sándwich, éste se colocó en un dado de grafito diseñado para mantener las superficies de los materiales a unir en contacto durante el proceso de unión, empleando nitruro de boro (BN) en las paredes del dado para evitar contaminación de carbón con la muestra (ver figura 1)

El equipo donde se realizaron los experimentos de unión se muestra en la figura 2, consiste básicamente de un horno marca CARBOLITE de atmósfera controlada, con cámara tubular de 8 cm de diámetro interior.

Una vez preparada la muestra en el dado, éste se coloca dentro de la cámara del horno, al cual se le suministra un gas inerte (N₂) en forma continua durante el experimento. Los experimentos de unión se llevaron a cabo a dos temperaturas de trabajo: 1105 y 1170° C; empleando diferentes tiempos de unión: 5, 10, 15, 20, y 40 minutos.

Las uniones producidas se montan en resina y se cortan en su sección transversal utilizando una cortadora de precisión con disco de diamante de alta concentración ISOMET BUEHLER. Una vez cortadas las muestras unidas se pulieron a espejo. Las muestras pulidas fueron observadas en su sección transversal con el fin de analizar la unión e interfaces, tomando fotomicrografías y análisis químico puntual por microscopía electrónica de barrido. Las fotomicrografías se realizaron en un microscopio electrónico de barrido modelo JEOL SCANNING MICROSCOPE MODELO JSM-6400J.

3. Resultados y discusión

En los resultados obtenidos por DTA (figura 3) se puede observar que hay un ligero pico endotérmico a la temperatura de 456.16° C y después hay dos picos exotérmicos a las temperaturas de 465.87 y 519.23° C respectivamente, correspondientes a las temperaturas de cristalización. Hay un pico endotérmico más pronunciado a la temperatura de 891.07° C, además aparecen dos picos endotérmicos a las siguientes temperaturas de 1337.40 y 1430.50° C. La última temperatura es a la cual la cinta pasa al estado líquido (1430.50° C). Está reportado [7] que la temperatura de unión de esta cinta es a partir de 1135° C, sin embargo se decidió trabajar a las temperaturas de 1105 y 1170° C ya que en esta prueba se observa que el intervalo que hay entre 891.07° C y 1430.50° C es grande y permite trabajar a dichas temperaturas, además de que la cinta a las temperaturas de 1105 y 1170° C muestra una facilidad para unir el acero sin llegar a la temperatura de líquido. La rugosidad de las superficies a unir de las muestras del acero inoxidable 316L se muestra en la figura 4. La morfología de la rugosidad superficial de las muestras a unir es un factor muy importante dentro de los procesos de unión, ya

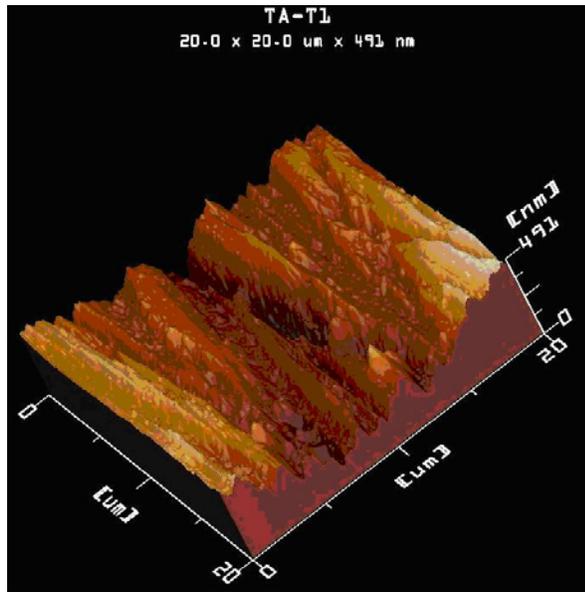


Figura 4. Imagen de 3D por MFA de la rugosidad del Acero Inoxidable 316 L (20 x 20nm).

que de estos depende el área inicial de contacto entre los materiales.

3.1 Uniones acero inoxidable 316L / aleación amorfa (Ni_{76.5}Fe_{4.2}Cr₁₃B_{2.8}Si_{4.5}) / acero inoxidable 316L

Se observó que las muestras se unieron satisfactoriamente a ambas temperaturas de unión y para todos los tiempos utilizados. Es posible llevar a cabo la unión a dichas temperaturas, sin llegar a la temperatura de fusión de la aleación metálica amorfa (Ni_{76.5}Fe_{4.2}Cr₁₃B_{2.8}Si_{4.5}), en acorde a lo sugerido por el proveedor, para el rango de unión de la aleación [7]. De acuerdo a la figura 3, la cinta amorfa deja de serlo a una temperatura de 465.87° C, temperatura a la cual la cinta comienza a pasar a fase cristalina. Lo cual sugiere un proceso de unión en fase sólida que requiere solamente de 5 minutos a 1105° C para unirse.

3.2 Caracterización interfacial de la unión de acero inoxidable 316L / Cinta (Ni_{76.5}Fe_{4.2}Cr₁₃B_{2.8}Si_{4.5}) / acero inoxidable 316L

Las muestras unidas fueron observadas en su sección transversal con el propósito de evaluar la interacción metal/metal producida durante el proceso de unión y poder realizar un rastreo de la zona de reacción en función de la temperatura y el tiempo de unión, que permita analizar el seguimiento de la interacción durante la etapa de unión. Las figuras 5 (a) y (b) presentan las interfases de unión observadas en muestras unidas a 1105° C por 5 y 10 minutos, respectivamente. Como se puede observar, la interacción entre el elemento de unión y el acero no se ha dado completamente y existen aún islas sin unir y poros remanentes para ambos tiempos, sin embargo estos se ven

Tabla 2. Resultados de EPMA de los puntos señalados en la interfase del sistema AI 316L/cinta/ AI 316L para la muestra unida a 1105 por 5 min., mostrada en la figura 7.

| Análisis | Si | Cr | Fe | Ni | % Atómico |
|----------|-------|-------|-------|-------|-----------|
| 1 | 1.25 | 20.07 | 70.24 | 8.45 | 100 |
| 2 | 2.55 | 19.55 | 68.37 | 9.54 | 100 |
| 3 | 1.73 | 20.37 | 69.60 | 8.30 | 100 |
| 4 | 8.17 | 7.13 | 26.59 | 58.11 | 100 |
| 5 | 8.42 | 20.94 | 8.93 | 61.72 | 100 |
| 6 | 10.79 | 16.83 | 4.23 | 68.15 | 100 |

disminuidos para 10 minutos. Por otro lado, la figura 5 (c) presenta la unión a 1105° C y 20 minutos en la cual se presenta una mejor interacción, sin embargo se presentan poros residuales cercanos a la frontera de unión. Así mismo, la figura 5 (d) muestra la unión a 1105° C por 40 minutos en la cual se observa que hay una interacción completa entre el elemento de unión y el acero. Esta interfase se caracteriza por presentar una línea de unión uniforme, homogénea y con ausencia de porosidades, lo cual indica que el tiempo de unión a esta temperatura ha sido suficiente para eliminar las islas y poros observados anteriormente.

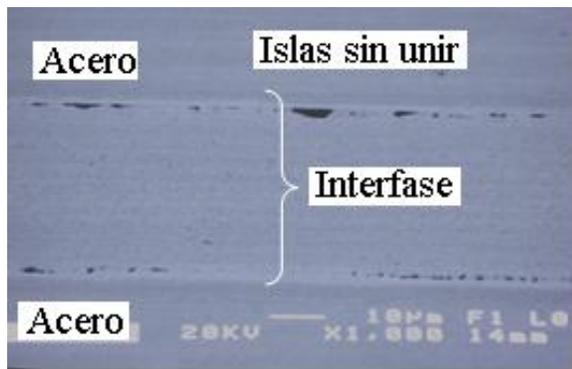
Con el propósito de clarificar el efecto de la temperatura en la unión de los materiales, se analizan las muestras unidas a 1170° C. En la figura 6 (a) se muestra la unión a 1170° C y 5 minutos en la cual se ve una interacción acero/cinta/acero con pequeñas islas sin unir. Así mismo en la figura 6 (b) se muestra la unión a 1170° C y 10 minutos en la cual se observa que se han disminuido los poros y las islas sin unir. Por otra parte, al incrementar el tiempo a 20 y 40 minutos, figuras 6 (c) y (d), respectivamente, se observa una interacción completa entre los materiales a unir, similar a la interfase observada en la figura 5(d).

3.3 Microanálisis puntual

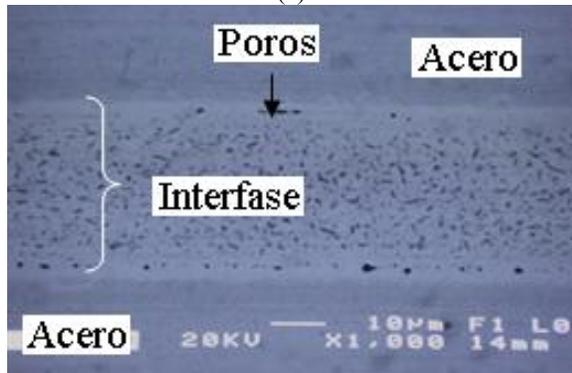
En esta etapa de caracterización se realizaron análisis químicos en la interfase de las muestras unidas a las diferentes condiciones de trabajo. Esto se hizo con la finalidad de establecer los componentes de las fases observadas a través de la interfase, o posibles concentraciones de algunos elementos en ciertas áreas de la zona de unión. Se realizó un análisis en puntos en línea de

Tabla 3. Resultados por EDS en la interfase del sistema AI 316L/cinta/ AI 316L a 1105° C por 20 min.

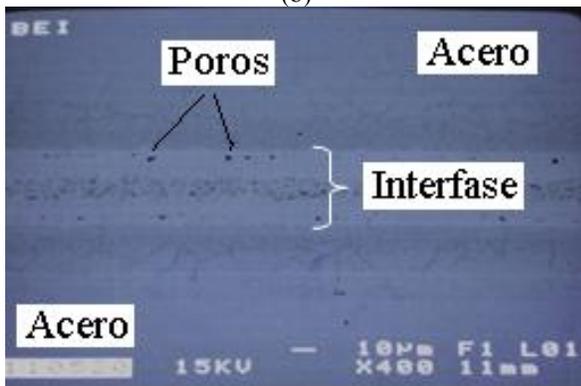
| Cuantificación de elementos en la unión A 1105° C – 20 min. (% atómico) | | | | |
|---|-------|-------|------|-------|
| ZONA | Si | Cr | Fe | Ni |
| A | 10.87 | 10.40 | 5.07 | 73.66 |
| B | 11.35 | 11.06 | 6.15 | 71.45 |



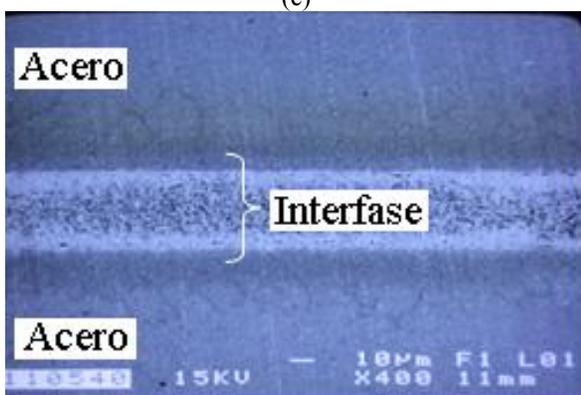
(a)



(b)

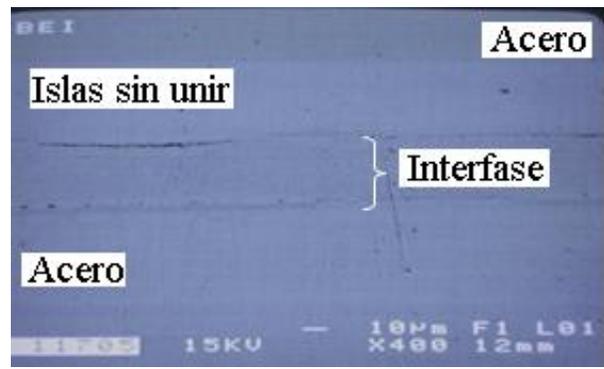


(c)

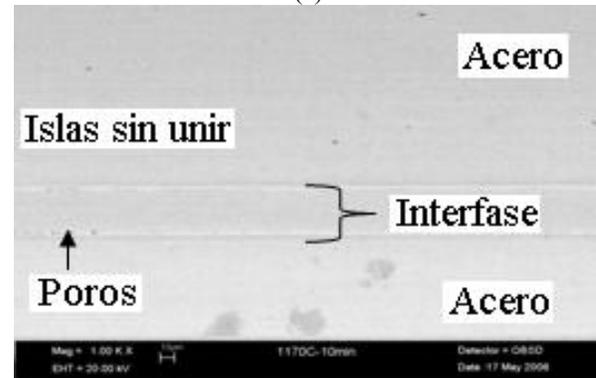


(d)

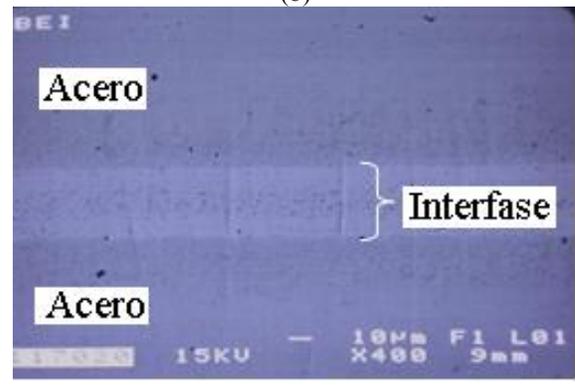
Figura 5. Sección transversal de la zona de unión para muestras tratadas a 1105° C para: (a) 5, (b) 10, (c) 20 y (d) 40 minutos en una atmósfera de N₂.



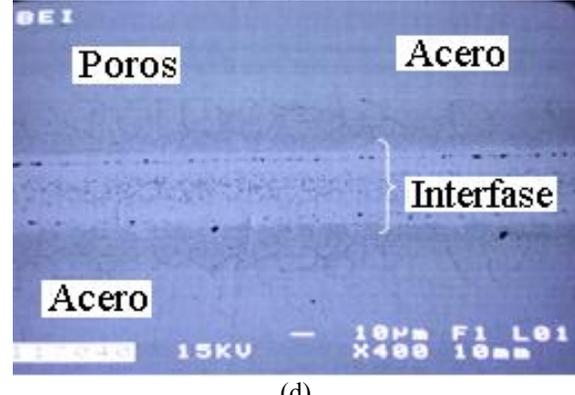
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 6. Sección transversal de la zona de unión para muestras tratadas a 1170° C para: (a) 5, (b) 10, (c) 20 y (d) 40 minutos en una atmósfera de N₂.

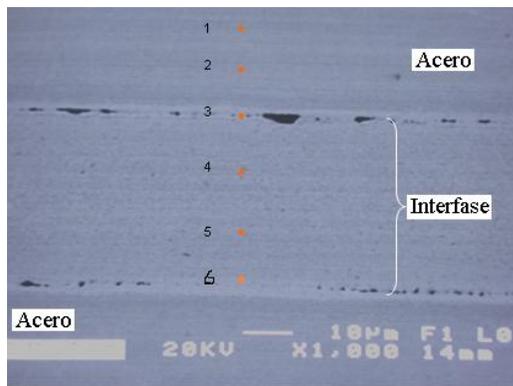


Figura 7. Análisis puntual a través de la interfase para la muestra unida a 1105° C por 5 minutos.

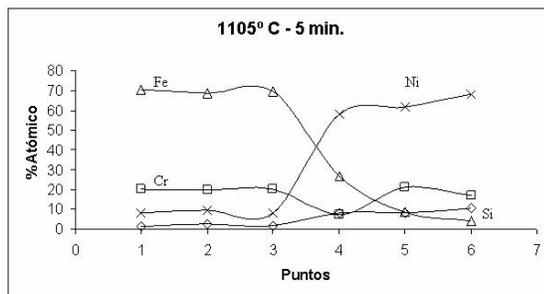


Figura 8. Resultados de los análisis realizados en los puntos mostrados en la interfase de la figura 7.

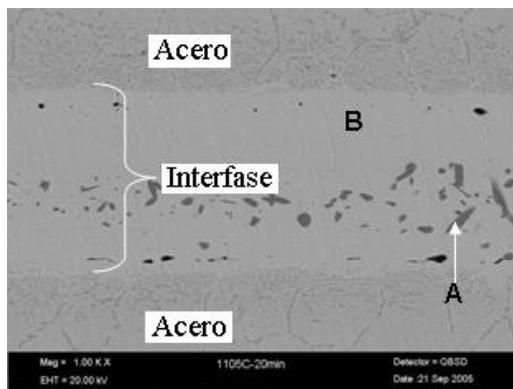


Figura 9. Interfase del sistema AI 316L / cinta / AI 316L de una muestra unida a 1105° C por 20 minutos.

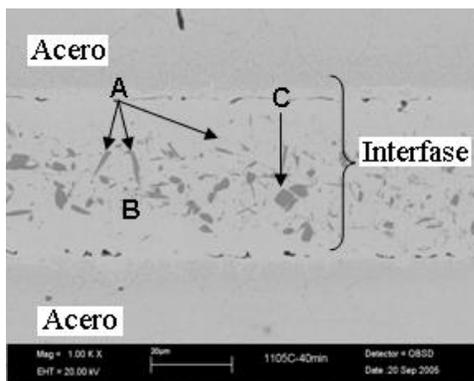


Figura 10. Interfase del sistema AI 316L / cinta / AI 316L de una muestra unida a 1105° C por 40 minutos.

los elementos a través de la interfase de unión del sistema AI 316L / cinta ($Ni_{76.5} Fe_{4.2} Cr_{13} B_{2.8} Si_{4.5}$) / AI 316L, usando microanálisis puntual (EPMA –EDS) para la muestra unida a 1105° C por 5 minutos mostrada en la figura 7. Los resultados se presentan en la tabla 2.

Se puede observar que los elementos presentes en los puntos 1, 2 y 3 de la figura 7, que coinciden con los elementos principales que componen el acero (Cr, Fe y Ni), sin embargo, es importante hacer notar la presencia de silicio en esta zona que se encuentra en una cantidad pequeña. Así mismo en los puntos 4 y 5 se encontró un incremento de níquel (58.11 y 61.72 % atómico) respectivamente, además de que destaca la disminución de hierro en ambos puntos (26.59 y 8.93 % atómico) respectivamente; por otro lado aumenta el silicio en los dos puntos (8.17 y 8.42 % atómico) respectivamente. Estos análisis corresponden a la cinta. En el punto 6 se observa un ligero aumento de níquel (68.15 % atómico) y silicio (10.79 % atómico) pero disminuye el hierro (4.23 % atómico) y el cromo (16.83 % atómico), en este punto hay interacción de los elementos, ya que se encuentra en una zona cercana al límite de unión. Con el propósito de tener una mejor visión de los resultados obtenidos, estos se muestran gráficamente en la figura 8.

Como se puede observar, tanto el níquel como el cromo se mantienen con ligeras variaciones dentro de la zona de unión, mientras que mantienen un valor constante sugiriendo una posible difusión de ellos dentro del acero. Se realizaron análisis en las zonas A y B de la muestra producida a 1105° C por 20 minutos, mostrada en la figura 9. Los resultados se presentan en la tabla 3 donde se puede observar que la zona B se caracteriza por presentar un elevado contenido de níquel (Ni, 71.45% atómico), así como cantidades menores de silicio, cromo y hierro. Sin embargo, se observa la aparición de fases A con composición similar a la zona B, mostrando un ligero incremento de níquel (Ni, 73.66% atómico), y una disminución ligera de silicio, cromo y hierro. Estos resultados se pueden comparar con la composición química de la cinta.

Por otra parte en la figura 10 se muestran las zonas a las cuales se les hizo microanálisis, así como en la tabla 4 se presenta la cuantificación de los elementos en las zonas ya mencionadas. Este análisis se realizó en la muestra unida a 1105° C y 40 minutos. En la figura 10 se observa que la zona B se caracteriza por presentar un contenido alto de Níquel (Ni, 71.27% atómico), así como cantidades pequeñas de silicio, cromo y hierro. Se puede observar también la aparición de la zona C, con una composición alta de cromo (Cr, 96.58% atómico), y con cantidades muy bajas de níquel, hierro y silicio. Además de que hay una disminución de la zona A.

Se realizó un análisis en línea de los elementos a través de la interfase de unión del sistema AI 316L/cinta/AI 316L, usando microanálisis puntual (EPMA –EDS) para la muestra mostrada en la figura 11 correspondiente a la unión producida a 1170° C por 5 minutos. La tabla 5 muestra los resultados de los elementos presentes en los

Tabla 4. Resultados por EDS en la interfase del sistema AI 316L/cinta/ AI 316L a 1105° C por 40 min.

| Cuantificación de elementos en la unión A 1105 °C – 40 min. (% atómico) | | | | |
|--|-------|-------|-------|-------|
| zona | Si | Cr | Fe | Ni |
| C | 0.29 | 96.58 | 1.18 | 1.94 |
| B | 10.59 | 8.09 | 10.05 | 71.27 |

Tabla 5. Resultados de EPMA de los puntos señalados en la interfase del sistema AI 316L/Cinta/ AI 316L para la muestra unida a 1170 por 5 min., mostrada en la figura 11.

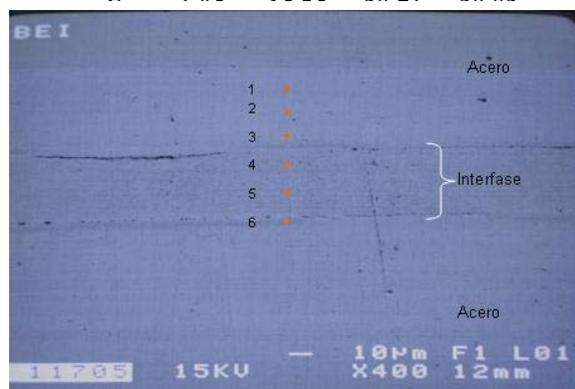
| Análisis | Si | Cr | Fe | Ni | % Atómico |
|----------|-------|-------|-------|-------|--------------|
| 1 | - | 21.68 | 70.65 | 7.67 | 100 |
| 2 | 12.55 | 17.30 | 3.53 | 66.62 | 100 |
| 3 | 1.34 | 20.40 | 69.59 | 8.67 | 100 |
| 4 | 2.09 | 19.08 | 69.52 | 9.32 | 100 |
| 5 | 2.38 | 19.99 | 67.88 | 9.74 | 100 |
| 6 | 1.45 | 19.80 | 69.08 | 9.67 | 100 |

Tabla 6. Resultados por EDS en la interfase del sistema AI 316L/Aleación amorfa/ AI 316L a 1170° C por 20 min.

| Cuantificación de elementos en la unión 1170° C – 20 min. (%atómico) | | | | |
|---|-------|-------|------|-------|
| zona | Si | Cr | Fe | Ni |
| A | 10.41 | 15.90 | 8.88 | 64.8 |
| B | 10.01 | 14.41 | 7.55 | 68.02 |

Tabla 7. Resultados por EDS en la interfase del sistema AI 316L/Cinta/ AI 316L a 1170° C por 40 min.

| Cuantificación de elementos en la unión A 1170° C – 40 min. (% atómico) | | | | |
|--|-------|-------|-------|-------|
| zon | Si | Cr | Fe | Ni |
| a | | | | |
| D | 5.29 | 35.90 | 11.26 | 47.55 |
| B | 10.09 | 13.94 | 8.43 | 67.54 |
| E | 3.69 | 69.42 | 23.73 | 3.16 |

**Figura 11.** Análisis puntual a través de la interfase para la muestra unida a 1170° C por 5 minutos.

puntos de la figura 11 donde se observa que los componentes de los puntos 1, 2 y 3 coinciden con los elementos que componen el acero (Cr, Fe y Ni), sin embargo, hay que hacer notar que la presencia de silicio en el punto 1 es nula y en el punto 2 hay una cantidad considerable (12.55 % atómico), además de que en el punto 3 de esta zona se encuentra en una cantidad pequeña. Así mismo en los puntos 4 y 5 se encontró una disminución de níquel (9.32 y 9.74 % atómico) respectivamente, además de que destaca el aumento de hierro en ambos puntos (69.52 y 67.88 % atómico) respectivamente, por otro lado el silicio en los dos puntos (2.09 y 2.38 % atómico) respectivamente se mantiene. Estos análisis corresponden a la interfase. En el punto 6 se observa que el níquel (9.67 % atómico) se mantiene constante en relación a los puntos 4 y 5 y el silicio (1.45 % atómico) disminuye en comparación a los puntos anteriores, el hierro (69.08 % atómico) se mantiene al igual que el cromo (19.80% atómico), en relación con los otros puntos. Los resultados se pueden observar mejor en la gráfica de la figura 12.

En la figura 12 se puede ver que los puntos 1, 2 y 3 están dentro del acero, a su vez muestran los principales elementos del acero (cromo, níquel y hierro), sin embargo en el punto 2 se presenta una disminución de hierro y un aumento de níquel, al parecer es una fase dentro del acero que pudiera ser algún nitruro de níquel o carburo de níquel. Por otro lado en los puntos correspondientes a la interfase (del punto 4 al 6), confirman el aumento de hierro y el resto de los elementos se mantienen constantes. La figura 13 muestra las zonas donde se realizó microanálisis y en la tabla 6 se muestra la cuantificación de los resultados obtenidos para la muestra unida a 1170°C por 20 minutos. En la figura 14 se puede observar la presencia de posibles fracturas que probablemente surgieron durante la preparación de las muestras, dichas zonas se señalan con las letras E y F, esto es debido a que las concentraciones de níquel son muy bajas, sugiriendo un desnivel de la fase dentro de la fisura, la tabla 7 presenta los resultados de las cuantificaciones de las zonas seleccionadas.

4. Conclusiones

Fue posible llevar a cabo las uniones a las temperaturas de 1105 y 1170° C, así como a los diferentes tiempos de unión. A la temperatura de 1105° C se muestran resultados favorables a partir de los 10 minutos ya que no se observan islas sin unir, sin embargo existe porosidad remanente alineadas cerca de la interfase. Se observa que en las uniones a 1170° C se obtiene mayor difusión e interacción de los elementos. La unión se lleva a cabo mediante la difusión reacción química entre los materiales caracterizándose por una ausencia de porosidad remanente, así como de fisuras en la interfase.

Agradecimientos

Los autores queremos agradecer a CONACYT-México, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

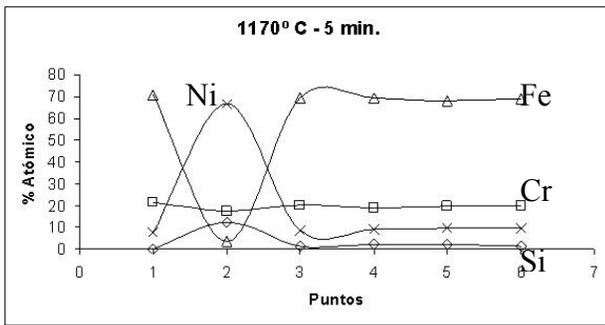


Figura 12. Resultados de los análisis realizados en los puntos mostrados en la interfase de la figura 11.

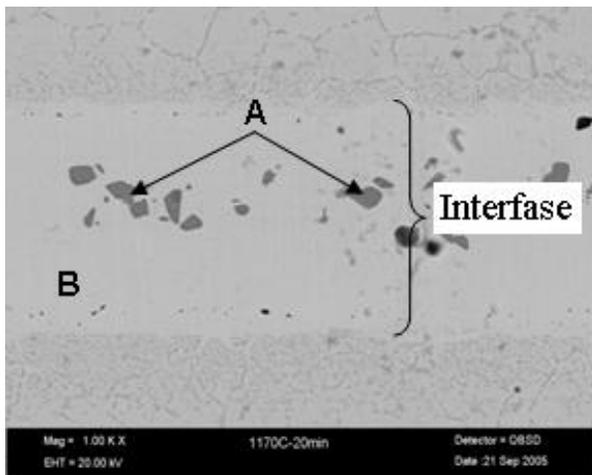


Figura 13. Interfase del sistema AI 316L / Aleación amorfa / AI 316L de una muestra unida a 1170° C por 20 minutos.

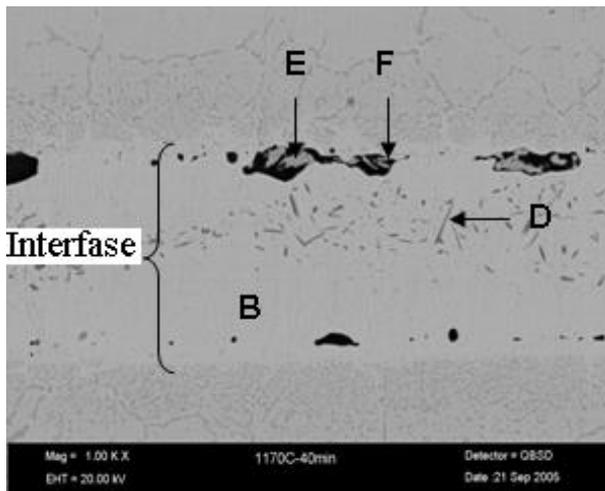


Figura 14. Interfase del sistema AI 316L / Cinta / AI 316L de una muestra unida a 1170° C por 40 minutos.

(UMSNH) y la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) por las facilidades otorgadas para este proyecto. Así mismo agradecemos a los Técnicos Académicos del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM: Q. Carmen Vázquez Ramos, Carlos Flores Morales, M. en C. Jaime Santoyo Salazar y a Francisco Solorio de la UMSNH.

Referencias

- [1] Luborsky, F.E. Amorphous Metallic Alloys. Ed. F.E. Luborsky. Butterwords Monographs in Materials (London, U.K., 1983),
- [2] Boll, R. y Warlimont, H. IEEE Transactions on Magnetics. **17**, 3053 (1981).
- [3] Mohr, K. y Shirotsugi, T. IEEE Transactions on Magnetics, Vol. **19**, 2151 (1983).
- [4] Harry, W. Ng. IEEE Electrical Insulation Magazine **5**, 36 (1989).
- [5] DeCristofaro, N. MRS Bulletin, **23**, 50 (1998).
- [6] R. W. Messler, Jr., Joining of Advanced Materials, Butterworth-Heinemann (USA, 1993).
- [7] Rabinkin A., Wenski E., and Ribauda A. Welding Research Supplement, 66 (1998).