

## COMPORTAMIENTO MECANICO A ALTAS TEMPERATURAS DE COMPUESTOS DE CARBURO DE SILICIO NITRURADO

<sup>de la</sup>  
J. Y. Pastor, J. Planas y M. Elices

Departamento de Ciencia de Materiales.  
E.T.S. Ingenieros de Caminos. Universidad Politécnica de Madrid.  
Ciudad Universitaria s/n. 28040-MADRID.

**Resumen.**- En este artículo se presenta una descripción de las técnicas experimentales utilizadas y del dispositivo empleado en los ensayos de medida de módulo de rotura por flexión en tres puntos de dos composiciones granulométricamente distintas de carburo de silicio nitrurado ( $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ ) a alta temperatura. En ambos casos se ensayaron probetas a temperatura ambiente, 1250 y 1400°C, analizando la variación del módulo de rotura en función de la temperatura y el tamaño de grano medio.

**Abstract.**- This paper presents a description of the experimental device employed to measure the modulus of rupture (MOR) in three point bending test of two granulometrically different compositions of  $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$  at high temperature. For both cases specimens were tested at room temperature, 1250 and 1400°C. The variation of the modulus of rupture with temperature and medium size of grain is analyzed.

### 1. INTRODUCCION

El carburo de silicio es uno de los materiales cerámicos más ampliamente utilizados desde sus primeras aplicaciones como material estructural en los años 70 (1,3). Sus atractivas propiedades (alto Módulo de Elasticidad, resistencia al desgaste y a la oxidación, resistencia a altas temperaturas), relativa facilidad de fabricación, y bajo costo de las materias primas han hecho que desde sus orígenes se pensase en su aplicación como material estructural en aquellas aplicaciones vedadas tradicionalmente a los metales (atmósferas altamente agresivas y altas temperaturas).

Los ensayos se llevaron a cabo a tres temperaturas distintas: temperatura ambiente, 1250°C y 1400°C, y para dos composiciones granulométricas diferentes de este mismo material ( $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ ).

### 2. MATERIAL UTILIZADO.

#### 2.1. Descripción.

En el material cerámico utilizado la composición granulométrica se ha hecho variar en dos proporciones distintas, siendo el tamaño del grano medio y la densidad final del material los que aparecen en la Tabla 1. En los dos casos las composiciones porcentuales de carburo de silicio ( $\text{SiC}$ ) y de nitruro de silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) se ha mantenido constante, siendo la mezcla resultante bastante isotropa y homogénea, tanto en la distribución de granos como en la de fases. La fase de nitruro de silicio actúa como matriz del compuesto, mientras que la fase de carburo de silicio aparece en forma de granos de distintas dimensiones embebidas en la fase de nitruro de silicio.

El proceso de obtención del material ha sido en ambos casos el mismo, se partía de unas preformas obtenidas a partir de un proceso de colaje que fueron sometidas posteriormente a un proceso de sinterización reactiva a alta temperatura en atmósfera de hidrógeno. La dirección de ensayo de las probetas se tomó siempre perpendicular a las superficies de colaje.

Tabla 1.- Materiales utilizados en los ensayos.

Material	Nombre comercial	Tamaño de grano medio (µm)	Densidad (g/l)
CN-2	CN-236 C	50	2.73
CN-5	CN-789 A	40	2.77

2.2. Geometría de las Probetas

Las piezas a ensayar fueron suministradas ya con su canto definitivo por el fabricante, siendo necesario en las probetas ensayadas a alta temperatura el corte mediante un disco diamantado para obtener la geometría definitiva del ensayo.

La geometría era de tipo paralelepédico, tal y como puede apreciarse en la figura 1, siendo las dimensiones medias de las probetas usadas en los ensayos a temperatura ambiente las que aparecen en la Tabla 2, mientras que las dimensiones medias de las usadas para los ensayos a alta temperatura aparecen en la Tabla 3. La notación utilizada ha sido:

L = longitud total media de las probetas.

B = espesor medio de las probetas.

H = canto medio de las probetas.

L<sub>s</sub> = luz media entre apoyos.

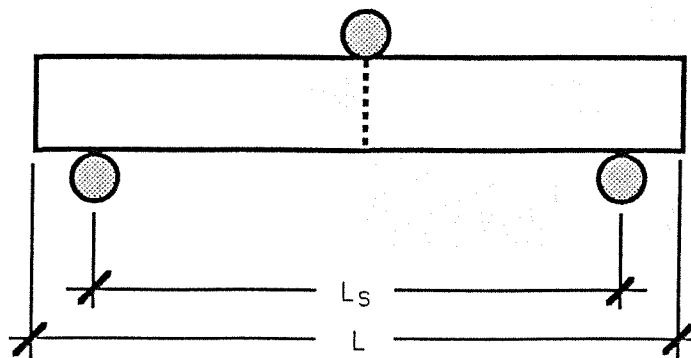


Fig.1 - Geometría de las probetas ensayadas

Tabla 2.- Dimensiones de las probetas utilizadas en los ensayos a temperatura ambiente.

Material	L (mm)	B (mm)	H (mm)	Ls (mm)
CN-2	200	49	8	180
CN-5	200	49	8	180

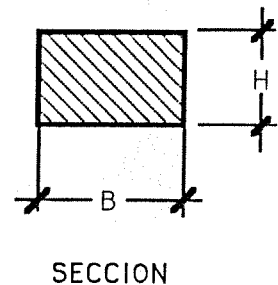
Tabla 3.- Dimensiones de las probetas utilizadas en los ensayos a 1200 y 1400 °C.

Material	L (mm)	B (mm)	H (mm)	Ls (mm)
CN-2	150	23	8	125
CN-5	150	23	8	125

2.3. Preparación de las Probetas.

El número de probetas ensayadas para cada material y temperatura ha sido de tres donde la distancia entre apoyos y dimensiones de las probetas viene indicada de forma pormenorizada en las tablas 1 y 2, siendo la resolución de las medidas en todos los casos de ±0.05 mm.

A todas las probetas antes de ser ensayadas se las sometió durante un período de 10 horas a un proceso de secado a (110±5)°C hasta peso constante, para eliminar cualquier posible efecto de absorción de agua durante el proceso de corte debido al sistema de refrigeración del disco de diamante, y se dejaron enfriar al aire.



### 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

#### 3.1. Dispositivo de Ensayos a Temperatura Ambiente

Los ensayos de flexotracción para determinar la tensión de rotura han sido realizados siguiendo las recomendaciones de la norma (6), utilizando las probetas descritas en el apartado anterior.

El dispositivo experimental es similar al utilizado en (8), donde la luz entre apoyos es en todos los casos  $(180,00 \pm 0,05)$  mm, según recomienda la norma para las probetas de dimensiones como las que aparecen en la Tabla 1. Los rodillos de apoyo tienen un diámetro de  $(10,000 \pm 0,009)$  mm y una longitud total de  $(82,00 \pm 0,05)$  mm, con dureza superficial  $HR_C = 59 + 6$  ( $HV = 670 + 170$ ), permitiéndoseles balancear transversalmente para el perfecto apoyo de la probeta. Así mismo se permitió rodar libremente a los dos rodillos inferiores para minimizar los efectos del rozamiento.

El equipo utilizado para llevar a cabo estos ensayos fue una máquina servohidráulica INSTRON 8501 utilizada en régimen estático, y a la que se le conectó un sistema de adquisición de datos controlado por un ordenador.

#### 3.2. Dispositivo de Ensayo a Alta Temperatura.

En los ensayos de flexión en tres puntos a alta temperatura se ha utilizado el equipo experimental que puede verse en la figura 2, según indica la norma (7). Este consta básicamente de cuatro partes:

- 1.- Máquina electromecánica de ensayos mecánicos, conectada a un sistema de adquisición de datos gobernado por un ordenador.
- 2.- Barras de transmisión de carga, construidas en alúmina de alta pureza (99.7%) con una longitud de 400 mm y un diámetro de 60 mm la barra superior y de 40 mm las dos barras inferiores. Sobre estas barras están situados los rodillos de apoyo (también construidos en alúmina de 99.7% de pureza) con un dispositivo de balancín similar al empleado a temperatura ambiente y con idénticos objetivos. Las dimensiones de los rodillos son 5 mm de diámetro y 40 mm de longitud, siendo la luz entre apoyos  $(125,0 \pm 0,5)$  mm.
- 3.- Horno, en el cual se introducen parcialmente las barras de transmisión de carga a través de dos orificios en su base y otro en la parte superior. La cámara interna del horno tiene unas dimensiones de  $220 \times 220 \times 220$  mm, estando compuesto el sistema calefactor por unas barras de disilicato de molibdeno que permiten llegar a más de  $1600^\circ\text{C}$  con una resolución de control de  $\pm 1^\circ\text{C}$  en régimen estacionario.

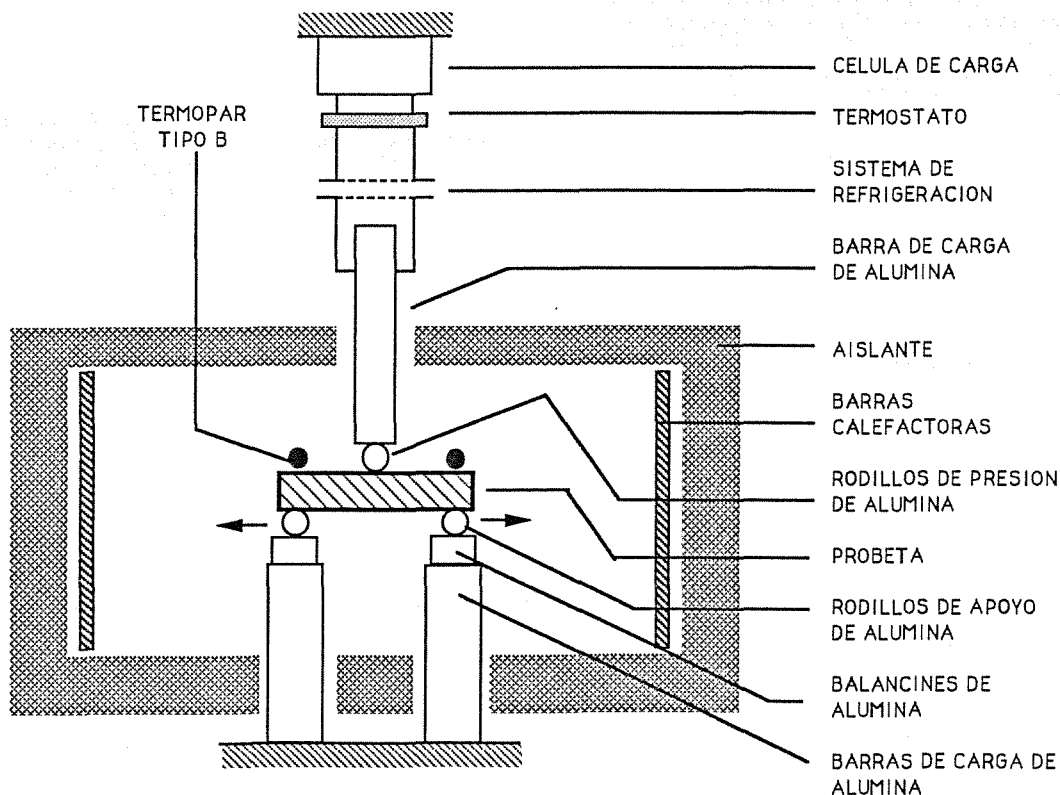


Fig.2 - Dispositivo de ensayo a alta temperatura

4.- Sistema de refrigeración, consistente en un circuito cerrado de recirculación de agua que tiene como fin el impedir el calentamiento excesivo de la célula de carga. Acoplado a este circuito se encuentra un termostato de desconexión del horno en caso de que la célula de carga supere los 35°C.

La cámara del horno está dotada de dos termopares tipo B (conectados al sistema de adquisición de datos) además del termopar de control de temperatura del horno. Estos dos termopares adicionales permitieron la medida de la temperatura en dos puntos alejados del interior del horno, no observándose en ningún caso variaciones de temperatura entre ambos termopares superiores a ±20°C respecto al termopar de control durante el ensayo (régimen estacionario de temperaturas).

Previamente al inicio de los ensayos se mantuvo la temperatura del horno a la temperatura de ensayo durante 45 minutos para garantizar la homogeneidad de la temperatura a lo largo de toda la pieza a ensayar. La velocidad de calentamiento fue de 8°C/min en el intervalo de 0 a 1000°C, de 6°C/min en el intervalo de 1000 a 1200°C, y de 4°C/min en el intervalo de 1200 a 1400°C.

Para garantizar que la célula de carga se encontraba en todo momento por debajo de los 35°C (y por tanto que no aparecen perturbaciones en la medida de la carga debido a los gradientes térmicos generados por el horno) se colocaron dos termopares tipo J, directamente conectados al sistema de adquisición de datos, colocados uno en la toma de agua del depósito del circuito de refrigeración y otro en la parte inferior de la célula de carga.

Este trabajo trata sobre el Carburo de Silicio Nitruado (carburo de silicio sobre matriz de nitruro de silicio) y sus posibles aplicaciones como material estructural a alta temperatura. Un parámetro característico es el módulo de rotura por flexión en tres puntos (2), parámetro relativamente fácil de medir y el más extendido hasta ahora para caracterizar materiales a muy alta temperatura (4-5).

El control de todos los ensayos (a temperatura ambiente y alta temperatura) se hizo en carga, aplicándose la carga verticalmente en la dirección de colaje de la probeta y con una velocidad de carga constante hasta rotura. La velocidad del incremento de la tensión en flexión fue de 0,15 N mm<sup>-2</sup> S<sup>-1</sup> ±10% tal y como indican las normas (6-7) para materiales cerámicos densos.

Los parámetros registrados en estos ensayos fueron carga, tiempo y posición de la cabeza de aplicación de carga y temperatura de los termopares. A partir de la carga máxima (F<sub>max</sub>) de estos registros, se calculó el módulo de rotura (σ<sub>f</sub>), que es la máxima tensión de tracción suponiendo una distribución lineal, como en Resistencia de Materiales.

$$\sigma_f = \sigma_{max} = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_{max}}{B H^2} L_s$$

La medida de la carga se realizó en todos los casos con una célula de carga INSTRON de 10 kN de capacidad estática y con resolución de ±1 N.

#### 4. RESULTADOS EXPERIMENTALES

A continuación se presentan los resultados de los ensayos de flexotracción agrupados por tipos de material y temperatura de ensayo.

En las tablas 4, 5 y 6 se muestran los valores medios de σ<sub>f</sub> y F<sub>max</sub> de cada grupo de probetas, donde la desviación estandar (S<sub>n-1</sub>) de σ<sub>f</sub> entre parentesis.

Tabla 4.- Valores medios de Fmax y σ<sub>f</sub> a temperatura ambiente.

Material	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>f</sub> (MPa)
CN-2	929	80 (5)
CN-5	1138	98 (9)

Tabla 5.- Valores medios de F<sub>max</sub> y σ<sub>f</sub> a 1250°C

Material	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>f</sub> (MPa)
CN-2	926	131 (5)
CN-5	1295	165 (29)

Tabla 6.- Valores medios de F<sub>max</sub> y σ<sub>f</sub> a 1400°C

Material	F <sub>max</sub> (N)	σ <sub>f</sub> (MPa)
CN-2	1028	131 (6)
CN-5	1044	133 (25)

Adicionalmente, y para contrastar la influencia del dispositivo de ensayo sobre los valores obtenidos se ensayó una probeta a temperatura ambiente con el mismo dispositivo empleado para los ensayos a altas temperaturas, no encontrándose diferencias significativas en los resultados que pudieran hacer pensar en una gran influencia del dispositivo experimental sobre el ensayo. Así mismo se llevó a cabo un ensayo en el cual el periodo previo de homogeneización de la temperatura en vez de ser 45 minutos fue de 150 minutos, obteniéndose resultados idénticos que con periodo de 45 minutos, por lo que se consideró en éste como suficiente para garantizar la homogeneidad de temperaturas en todo el volumen de la probeta.

En todos los casos la rotura fué frágil, sin que puedan apreciarse deformaciones remanentes en la probeta.

5. COMENTARIOS

En las figuras 3 y 4 se puede ver claramente la variación del módulo de rotura con la temperatura, apreciándose en ambos casos un claro aumento de los valores obtenidos a 1250 °C frente a los obtenidos a temperatura ambiente. Este aumento en el caso del CN-2 llega a ser del 47% en promedio y del 68% para el CN-5. En los ensayos a 1400°C los resultados siguen siendo en ambos casos superiores a los de temperatura ambiente (fig.5), pero mientras en el caso del CN-2 sigue el aumento del módulo de rotura con la temperatura que en este punto es del 1,64 veces el valor de temperatura ambiente, para el CN-5 hay una disminución respecto a 1250 °C que sitúa el valor de  $\sigma_f$  en 1,36 veces el de temperatura ambiente.

Así se encuentra (9-11) que la tenacidad de fractura aparente en esos materiales aumenta con la temperatura debido a un aumento de las deformaciones no lineales en la zona de borde de grieta, que se traducen en una relajación de tensiones y enroscamiento de grieta. Por encima de un cierto nivel de temperatura, empero, la zona no lineal puede hacerse tan grande que cese la aplicabilidad de la fractura elástica y tenga lugar una disminución de la tenacidad aparente.

Nuestros resultados, para las variaciones de  $\sigma_f$  con la temperatura (Fig.5) son consistentes con los que acabamos de exponer para la tenacidad, si se acepta que la rotura en flexión es de tipo frágil condicionada por el máximo defecto del material y por su tenacidad.

Evidentemente, a partir de una cierta temperatura (que dependerá en cada caso del material utilizado y del tamaño de defecto crítico) empezará a aumentar significativamente la plasticidad del material que dejará de mostrar un comportamiento eminentemente frágil. Este aumento de la plasticidad se origina por un incremento en la facilidad de deslizamiento intergranular, lo que evidentemente producirá una disminución de la tenacidad y por tanto podría explicar la disminución del módulo de rotura del material CN-5 a 1400 °C.

Lógicamente, de estas observaciones no pueden extraerse conclusiones definitivas sobre el comportamiento de estos materiales, como ya se dijo, pero sí se puede esbozar un camino para la modelización del comportamiento mecánico de este tipo de materiales.

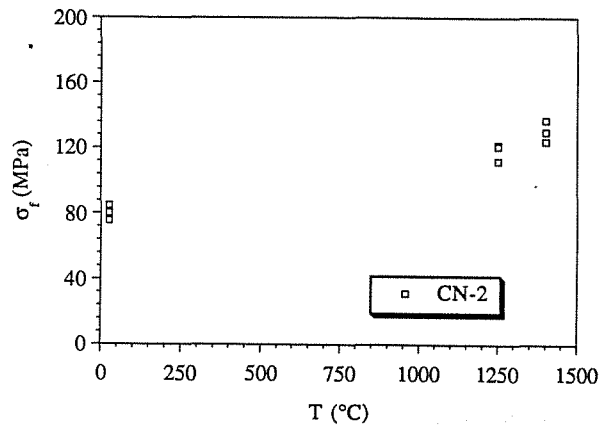


Fig.3 - Variación de  $\sigma_f$  con la temperatura

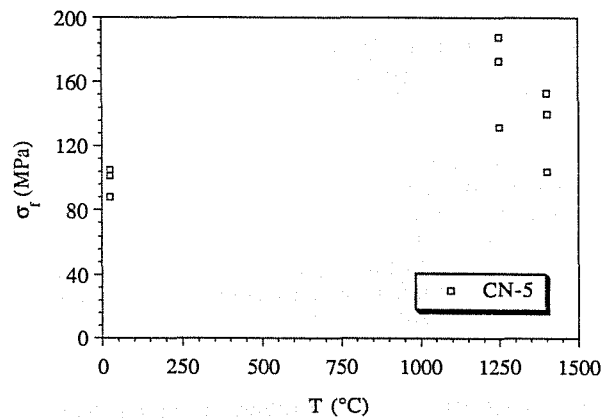


Fig.4 - Variación de  $\sigma_f$  con la temperatura

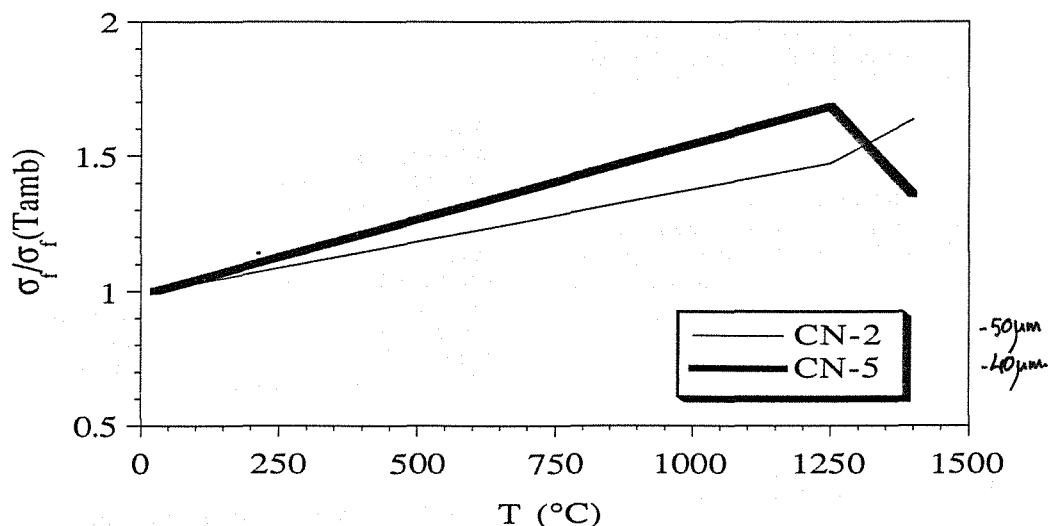


Fig.5 - Valores relativos de  $\sigma_f$  vs. temperatura

## 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren expresar su agradecimiento a NORTON ADVANCED CERAMICS DE ESPAÑA por el material suministrado para realizar estos ensayos y a la CICYT por la ayuda prestada para realizar este trabajo, a través de la acción especial MAT 1153/90-E.

## 7. BIBLIOGRAFIA

- [1] Wachtman, J.B. "Structural Ceramics". Academic Press, p.99-192, (1989)
- [2] Suzuki, H. "Recent Trends in the Development of Fine Ceramics in Japon". Materials Science & Engineering, 71 (1985).
- [3] Kingery, W.D. "Introduction to Ceramics". John Wiley & Sons
- [4] Essam, G.R. y Syers, G. (1989) "Novel test Methods for Mechanical Strength Characterization of Engineering Ceramics". Mechanical Testing of Engineering Ceramics at high Temperatures (Cap. 13). Elsevier Applied Science.
- [5] Marsh, A. y Ball, D.A. (1989). "High-temperature Flexural Strength of Engineering ceramics". Mechanical testing of Engineering Ceramics at High Temperatures (Cap. 12). Elsevier Applied Science.
- [6] Norma UNE-61-039-89-1 (esta es idéntica a la ISO 5014/1986 y a la PRE 21/1978).
- [7] Norma PRE/R18 (base de la ISO/D155013 actualmente en proceso de elaboración).
- [8] Pastor, J.Y., Planas, J., Elices, M. "Medida de la Energía Específica de Fractura en Carburo de Silicio nitrurado". Anales de Mecánica de la Fractura, Vol.7, pg.113-8.
- [9] Torrecillas, R. et al. "High Temperature Mechanical Properties of Mullita-Zircon reaction-Sintered Composites". Structural Ceramics Processing, Microstructure and Properties. Editors J.J. Bentzen, J.B. Bilde-Sorensen, N. Christiansen, A. Harsewell, B. Ralph. RISØ. NATIONAL LABORATORY ROSKILDE, DENMARK (1990).
- [10] Singh, R.N. "High-temperature Mechanical Properties of a Uniaxially Reinforced Zircon-Silicon Carbide Composite". J. An. Ceram. Soc. 73 [8] 2399-2406 (1990).
- [11] Han, L.X., Warren, R. and Suresh, J. (1991) "An Experimental Study of Toughening and Degradation due to Microcracking in a Ceramic Composite" (en prensa). Brown University Report No. DE-FG02-84ER-45167/1/91.