

MECANISMOS DE FALLO EN CAS/SiC EN FUNCIÓN DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN

I. Puente*, J. M. Sánchez*, S. García-Alonso*, A. Martín*, M. Fuentes*, C. P. Beesley+

*CEIT, Departamento de Materiales
Paseo Manuel de Lardizábal, 15, 20009 San Sebastián

+ROLLS-ROYCE plc, Composites and Ceramics Group
Derby, DE24 8BJ, Reino Unido

Resumen. Los vidrios reforzados con fibras tienen un gran interés práctico en la industria aeroespacial por su baja densidad, elevada resistencia mecánica a altas temperaturas, buena resistencia a la corrosión y una alta tenacidad, en comparación con las cerámicas "monolíticas". Una de las mayores ventajas de los "composites" de matriz vítrea y cerámica sobre los materiales cerámicos convencionales es que, tras la aparición de una grieta, el fallo no es catastrófico. Se muestran y discuten los resultados obtenidos en ensayos de tracción a temperatura ambiente y velocidades de deformación variables en un "composite" laminado de matriz vítrea de calcio-aluminosilicato (CAS) reforzado con fibras de Nicalón (CAS/SiC) y arquitectura "cross-ply", en términos de los mecanismos de deformación y fallo (despegue de las fibras, "pullout" de las fibras, etc.).

Abstract. Fibre reinforced glass ceramic matrix composites have great practical interest in aerospace applications. Their low density, high-temperature mechanical strength, good corrosion resistance and high toughness (compared with monolithic ceramics) are their most interesting properties. One of the most important advantages of glass ceramic matrix composites in contrast with conventional ceramics is that these materials present non-catastrophic failure after crack initiation. Room temperature tensile tests at variable strain-rates in a Nicalon/CAS continuous fibre reinforced glass ceramic matrix composites, with cross-ply architecture, are presented and analyzed with reference to deformation and failure mechanisms (fibre debonding, pullout, etc.).

1. INTRODUCCIÓN

Los compuestos cerámica-cerámica son materiales indispensables para el desarrollo de motores a reacción y protecciones térmicas estructurales [1]. Su utilización se prevé y estudia en un cierto número de aplicaciones: motores-cohete, protecciones térmicas reutilizables para transbordadores y aviones espaciales, motores a reacción, misiles y otros ingenios bélicos, turbomaquinaria,...

Las cerámicas presentan características tales como refractariedad, buena resistencia mecánica en caliente, ligereza, ... que justifican sobradamente su empleo en estos campos de aplicaciones, pero su uso se ve limitado por su comportamiento de tipo frágil. Es esta la razón por la que el concepto de materiales compuestos está siendo desarrollado y muy particularmente el de los compuestos reforzados con fibras. Estos permiten obtener materiales donde su comportamiento se aproxima al de los metales desde el

punto de vista de la fractura. Aún así, el comportamiento de estos materiales aún no se conoce a alta temperatura y alta velocidad de aplicación de las cargas.

2. MATERIAL

El material utilizado en este estudio es un CMC disponible comercialmente (suministrado por Rolls-Royce plc., Reino Unido), compuesto por una matriz de CAS (Calcio Aluminio-silicato), reforzado con fibras de Nicalón (β -SiC), con arquitectura cruzada $[(0/90)_3]_S$.

Para su estudio metalográfico, el material ha sido engastado en una resina epoxi. Los cortes se han realizado con herramientas de diamante y las superficies a observar han sido pulidas con polvo de diamante de $1\mu\text{m}$.

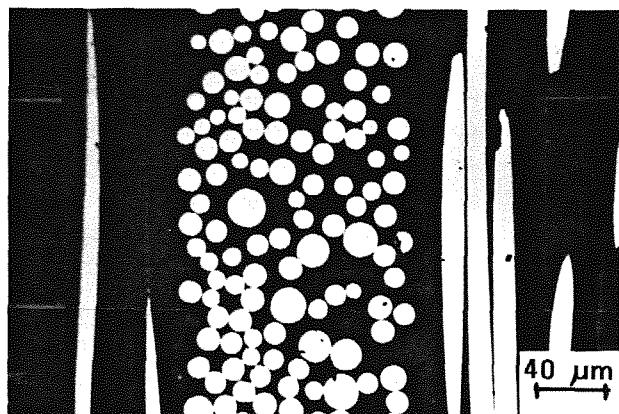


Fig. 1. Micrografía óptica del material.

La fracción volumétrica de fibras de Nicalón en el composite es de $38.7 \pm 1.3 \%$ con un intervalo de confianza del 95%. La medida de estos valores se ha realizado en un analizador automático de imágenes (Quantimet 570, de Cambridge Instruments). Los criterios utilizados para considerar una fibra como perteneciente a una capa han sido dos: su posición dentro de una banda geométrica correspondiente a esa capa, así como que la relación entre sus diámetros mayor y menor no superase el valor de $\sqrt{2}$. Se observa un $17.5 \pm 2 \%$ de fibras paralelas a la carga y un $19.0 \pm 2.3 \%$ en dirección perpendicular a la misma (IC 95%). Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 1.

Tabla 1. Fracción volumétrica de fibras de Nicalón Orientación 0° (paralelas a la dirección de carga)

Número de campos:	19
Area total:	1056000 μm^2
Area de fibras de Nicalón:	185000 μm^2
Perímetro de las fibras:	63363 μm
Número de fibras:	1396
Fracción de área: (I.C. 95%)	$17.5 \pm 2 \%$

Orientación 90° (normales a la dirección de carga)

Número de campos:	20
Area total:	1063000 μm^2
Area de fibras de Nicalón:	202300 μm^2
Perímetro de las fibras:	65042 μm
Número de fibras:	1099
Fracción de área: (I.C. 95%)	$19.0 \pm 2.3 \%$

La distribución de diámetros de las fibras de Nicalón puede observarse en la Fig. 2. El diámetro medio de las fibras es de $14.2 \mu\text{m}$ (con una desviación típica de $1.9 \mu\text{m}$).

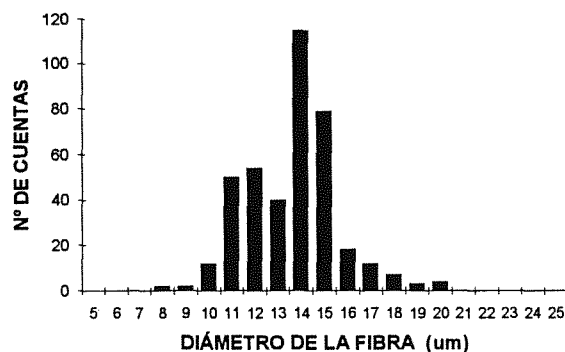


Fig. 2. Distribución de diámetros de las fibras de Nicalón.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los ensayos de tracción se han realizado en una máquina servohidráulica de ensayos (MTS 819 High Rate Test System).

La adquisición de datos se ha verificado mediante un ordenador personal (con procesador Intel 486/50 MHz), dotado con una tarjeta de adquisición de datos (KEITHLEY METRABYTE DAS-58), con una resolución de 12 Bits y una velocidad de muestreo de hasta 1 MHz en 8 canales de adquisición.

Se han utilizando garras hidráulicas (MTS 647), dotadas de cuñas esmeriladas, que permiten una gran repetitividad en los ensayos. La presión de accionamiento se fijó en 14 MPa. Con esta presión, se han obtenido excelentes resultados, al no observarse deslizamiento entre la probeta y las cuñas, ni agrietamiento de la matriz.

La utilización de cuñas esmeriladas ha permitido realizar los ensayos sin necesidad de pegar plaquitas de aluminio a las cabezas de las probetas [2]. Esto ha permitido aumentar la repetitividad de los ensayos, al mejorar el posicionamiento de la probeta respecto a la máquina, mejorando el alineamiento.

Se han realizado ensayos de tracción a temperatura ambiente y a varias velocidades de deformación. Se presentan más adelante los datos obtenidos a dos velocidades de deformación representativas: 0.5 s^{-1} y 0.0005 s^{-1} .

Las superficies de fractura se han observado mediante microscopía óptica y electrónica de barrido.

3.1 Alineamiento de las probetas

En el ensayo de materiales compuestos de matriz cerámica, es fundamental un correcto alineamiento de la probeta en la máquina de ensayos. La fragilidad de la

matriz provoca que pequeños desalineamientos de las mordazas puedan producir la rotura de la matriz incluso en el momento de amordazar la probeta, desvirtuando así los resultados de los ensayos.

Para cuantificar el alineamiento de la probeta, se ha utilizado un sistema basado en la utilización de una réplica (en acero u otro material) de las probetas, instrumentada con 12 bandas extensométricas.

Las galgas se disponen en tres grupos de cuatro, distribuidos en la sección superior, media e inferior de la longitud ensayada. El dispositivo puede observarse en la Fig. 3.

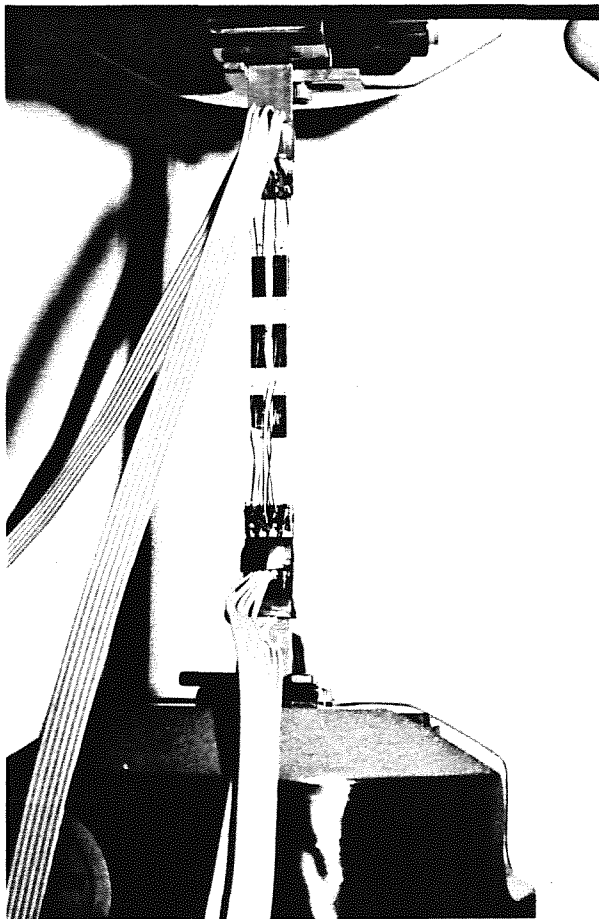


Fig 3. Probeta de alineamiento montada en la máquina.

Se define la deformación máxima de flexión producida en una sección como [3]:

$$B = \sqrt{BS_b^2 + BS_t^2} \tag{1}$$

donde:

$$BS_b = \frac{b}{4} \times \frac{(\epsilon_A + \epsilon_C - \epsilon_B - \epsilon_D)}{(b - 2 \times d)} \tag{2}$$

$$BS_t = \frac{1}{4} \times (\epsilon_A + \epsilon_B - \epsilon_C - \epsilon_D) \tag{3}$$

BS_t es la deformación según el eje correspondiente al espesor t . BS_b es la deformación según el eje correspondiente a la dimensión mayor w .

Siendo las posiciones de las galgas las que se observan en la Fig. 4.

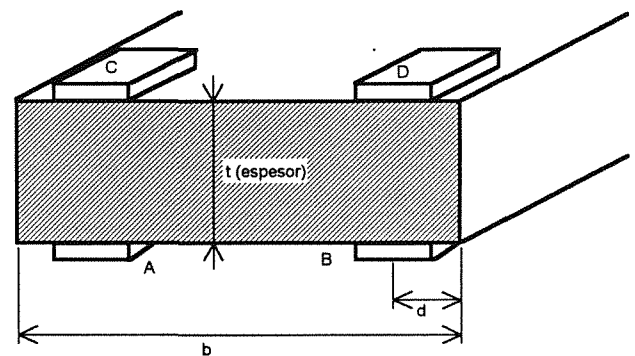


Fig. 4. Disposición de las 4 bandas en una sección de la longitud calibrada.

El alineamiento se considera válido cuando el valor de B no supera las 25 $\mu\epsilon$, en el rango de carga del ensayo (entre 0 y 6 kN, aproximadamente).

De no cumplirse las condiciones impuestas, se procede a afinar el alineamiento, aplicando el siguiente método: Se miden las deformaciones máximas en seis galgas. Se considera la probeta como una viga biempotrada, con tres posibles grados de libertad: compresión, giro de los extremos y flecha de los mismos.

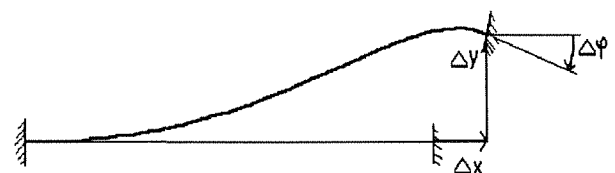


Fig 5. Estado de deformación considerado.

La tensión en una galga según este modelo sería:

$$\sigma = \frac{E \times A_{eq}}{A_s \times L} \times \Delta x - y \times \frac{2 \times I_{eq}}{I_s \times L} \times \left[\frac{3 \times \Delta y}{L} \times \left(\frac{2 \times x}{L} - 1 \right) + \Delta \phi \times \left(\frac{3 \times x}{L} - 2 \right) \right] \tag{4}$$

Conocidas las tensiones reales en seis puntos, se calculan las modificaciones a introducir en el cabezal para minimizar las tensiones, aplicando el método de los mínimos cuadrados.

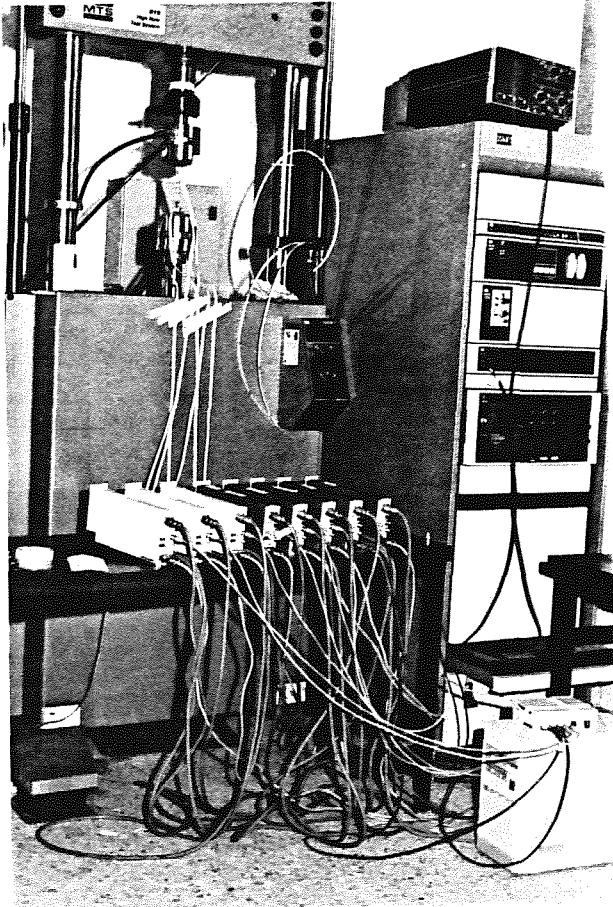


Fig. 6. Montaje de amplificadores y probeta para alineamiento.

Introducidas estas modificaciones, se vuelve a comprobar el estado de las tensiones de flexión, recomenzando el proceso.

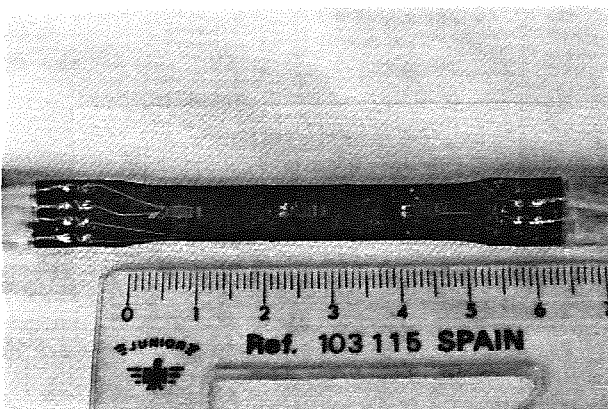


Fig. 7. Aspecto de las probetas instrumentadas.

3.2 Instrumentación

Las probetas de tracción se han instrumentado con 4 bandas extensométricas, colocadas una en la sección superior de la longitud ensayada, otra en la inferior y dos en la central, en caras opuestas.

Este montaje persigue tres objetivos:

- ser utilizado como extensómetro fijado a la probeta,
- cuantificar las diferencias de deformación entre los diferentes puntos de la probeta, y, a partir de ellas conocer el desalineamiento durante el ensayo y,
- comprobar la posible aparición de efectos dinámicos.

Las bandas extensométricas utilizadas son de 120Ω (comercializadas por M-M como EA-13-125BT-120). Para fijarlas a las probetas, se ha utilizado una resina epoxi (M-Bond 610 de M-M), curada a 175°C (tras un proceso de calentamiento a razón de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$) durante una hora, según el procedimiento recomendado por el fabricante [4]. Este procedimiento ha sido utilizado así mismo para la preparación de las probetas de alineamiento.

Para la alimentación de los puentes de bandas extensométricas, se han utilizado amplificadores de corriente alterna con una alimentación de 2V a 5 kHz del puente (San-ei 6M82 y San-ei AS1203).

4. RESULTADOS

4.1 Propiedades mecánicas

La Fig.8 muestra las curvas tensión-deformación obtenidas con velocidades de deformación de 0.5 s^{-1} y de 0.0005 s^{-1} .

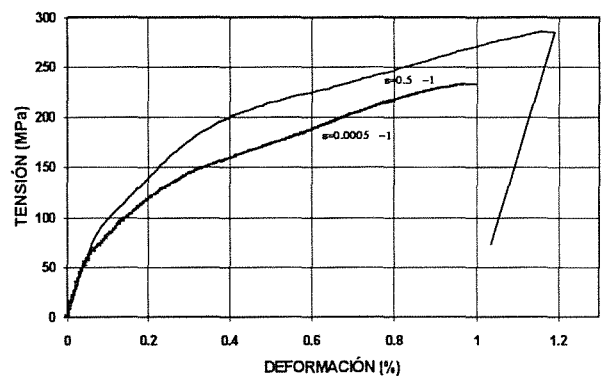


Fig. 8. Curvas tensión-deformación del material.

Como queda reflejado en la Tabla 2, el valor del módulo de elasticidad es el mismo para ambas velocidades. Sin embargo, a menor velocidad, el material se aleja antes del comportamiento elástico lineal.

Tabla 2. Resumen de los ensayos de tracción realizados a media y baja velocidad de deformación.

$\dot{\epsilon}'$ (s ⁻¹)	σ_m (MPa)	σ_{UTTS} (MPa)	E (GPa)	ϵ_f (%)
0.5	74.8	290.8	123.1	1.10
0.0005	56.6	233.6	128.9	0.985

4.2 Caracterización microscópica

En la Fig. 9, se observan dos aspectos característicos de la rotura de este CMC:

- extracción de las fibras (pullout) y
- agrietamiento transversal de la matriz.

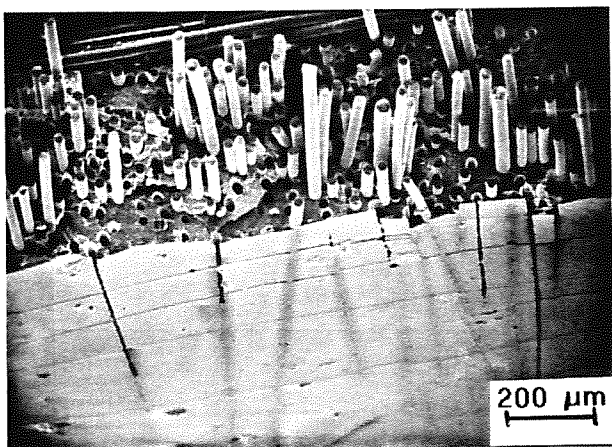


Fig 9. Micrografía electrónica de barrido de la superficie de rotura de una probeta fracturada a 0.5 s⁻¹.

Las Fig. 10 y 11 muestran la distribución de distancias entre grietas en la matriz, para probetas rotas a velocidades de deformación de 0.5 y 0.0005 s⁻¹, respectivamente.

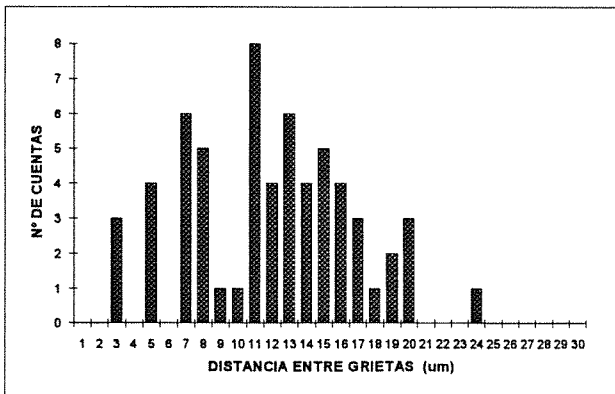


Fig. 10. Histograma de distancias entre grietas en una probeta fracturada a 0.5 s⁻¹.

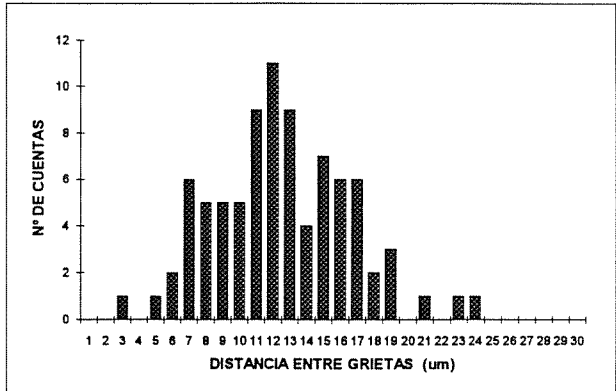


Fig. 11. Histograma de distancias entre grietas en una probeta fracturada a 0.0005 s⁻¹.

Como puede observarse, la distribución a baja velocidad (0.0005 s⁻¹) toma la forma de una campana de Gauss, centrada en 13.1 μm (con una desviación típica de 4.0 μm). A media velocidad (0.5 s⁻¹), la dispersión es mayor; siendo sin embargo, menor el valor promedio (media 12.6 μm y desviación típica 4.5 μm), lo que podría relacionarse con la mayor deformación a fractura observada.

El aspecto de las superficies de fractura, para las dos velocidades de deformación mencionadas, se muestra en las Fig. 12 y 13.

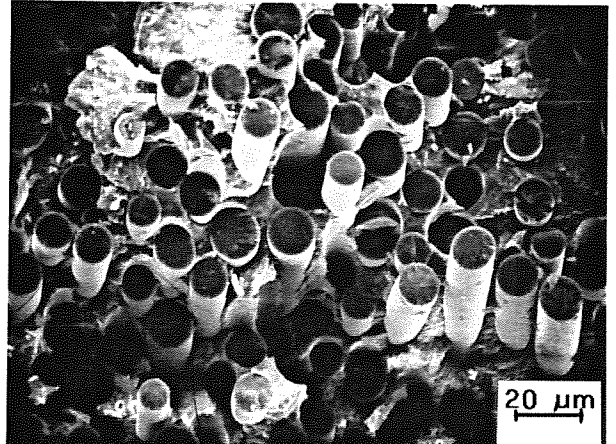


Fig 12. Micrografía electrónica de barrido de la superficie de fractura de una probeta ensayada a 0.5 s⁻¹.

Puede observarse que, al aumentar la velocidad de deformación, el aspecto del "pullout" varía. A baja velocidad, las fibras son más largas que a media velocidad, y la rotura es más homogénea. A media velocidad, las fibras son muy cortas en el centro y, en los bordes, más largas que las de baja velocidad.

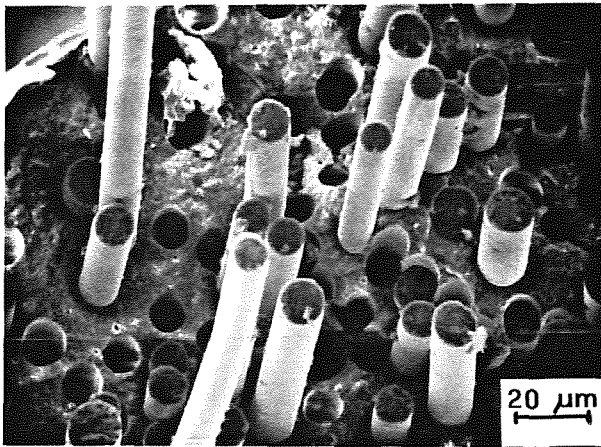


Fig 13. Micrografía electrónica de barrido de la superficie de fractura de una probeta ensayada a 0.0005 s^{-1} .

5. CONCLUSIONES

Al incrementar la velocidad de deformación (de 0.0005 s^{-1} a 0.5 s^{-1}), la tensión de rotura de la matriz se incrementa. También se incrementan la carga de rotura y la deformación a fractura. Como consecuencia de lo anterior, aumenta el área bajo la curva tensión-deformación y con ella la energía absorbida por el material al romperse. Por tanto, el material exhibe un comportamiento más tenaz.

Los mecanismos que aumentan la energía absorbida por el material al aumentar la velocidad de deformación son todavía objeto de estudio. Ciertamente, la disminución del espaciado entre grietas de la matriz, así como la variación que experimenta el "pullout" al modificarse la velocidad de deformación, tendrán relación con estos mecanismos.

6. AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo, quieren expresar su agradecimiento a Rolls Royce Aerospace por la financiación del proyecto. Así mismo, agradecer la colaboración prestada en la financiación de los equipos al Departamento de Educación, Universidades e Investigación del Gobierno Vasco (EC9206), y a la Dirección General de Electrónica y Nuevas Tecnologías (DGENT) del Ministerio de Industria, Comercio y Turismo.

7. REFERENCIAS

- [1] Chermant, J.L., Fantozzi, G. "Microestructure comportements thermomécaniques et modélisation des composites céramique-céramique à fibres". Ed. Hermès, Paris 1993.
- [2] Kim, R.Y., "Experimental Observation of Progressive Damage in SiC/Glass-ceramic Composites" Ceramic Eng. & Sci. Pro. July-August, 1992.
- [3] Mosiman L.G., Wallenfelt T.L., Larsen C.G. "Tension/Compression Grips for Monolithic Ceramics an Ceramic Matrix Composites". 15th Annual Conference on Composite Materials and Structures, Cocoa Beach, Florida 1991.
- [4] "Instalación de bandas extensométricas con los adhesivos M-Bond 43-B, 600 y 610", M-LINE Accesorios (B-130-E1). Grupo de Medidas Ibérica, S.L., Madrid