

**EFFECTO DE LA TEMPERATURA EN EL COMPORTAMIENTO MECÁNICO A TRACCIÓN DE UN COMPOSITE DE MATRIZ CERÁMICA CAS/SiC**

I. Puente<sup>1</sup>, J.M. Sánchez<sup>2</sup>, M.R. Elizalde<sup>2</sup>, A. Martín<sup>1</sup>, J.M. Martínez<sup>2</sup>, A.M. Daniel<sup>2</sup>,  
M. Fuentes<sup>2</sup>, C.P. Beesley<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Universidad de Navarra  
Apartado 1674, 20080 San Sebastián

<sup>2</sup> Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT) Dpto. Materiales  
Paseo Manuel de Lardizábal, 15, 20009 San Sebastián

<sup>3</sup> Rolls-Royce plc, Composites and Ceramics Group  
P.O. BOX 31, Derby, DE24 8BJ, Reino Unido

**Resumen.** Se han realizado ensayos de tracción a baja velocidad de deformación en un material compuesto de matriz cerámica CAS/SiC en un rango de temperaturas entre la ambiente y 900° C. Se analiza la evolución de las principales propiedades mecánicas en función de los mecanismos de deformación y fallo observados en estos materiales, v.g.: agrietamiento de la matriz, despegue de la intercara, deslizamiento, rotura y extracción de las fibras.

Se ha observado un descenso substancial en la carga de rotura de las probetas ensayadas a 700 y 900° C; sin embargo, este parámetro permanece prácticamente constante hasta los 500° C. Por otra parte, la deformación a fractura y la densidad de energía absorbida durante el ensayo presentan su máximo valor a 500° C. Este comportamiento se justifica en base a la acción conjugada de dos procesos: la oxidación de la intercara de carbono y de las fibras de SiC y la relajación de tensiones residuales, ambos inducidos por el incremento de temperatura. Los análisis fractográficos de las probetas ensayadas confirman que la deformación a fractura está directamente relacionada con la densidad de grietas en la matriz. Así mismo, la longitud de la extracción de fibras parece estar relacionada con el valor de la carga última de rotura en este rango de temperaturas.

**Abstract.** A set of low strain rate tensile tests have been carried out on test pieces of a continuous fibre ceramic matrix composite (CAS/SiC) at temperatures ranging from room temperature to 900°C. A correlation is established between the more significant tensile properties and the deformation and fracture mechanisms observed in these high temperature tests, i.e. matrix cracking, debonding, fibre sliding and breaking and fibre pullout.

A substantial decrease of the fracture stress is observed at 700°C and 900°C. However, up to 500°C, the mechanical behaviour is similar to that observed at room temperature. On the other hand, the fracture strain and strain energy density have a maximum at 500°C. This behaviour is explained as the combined action of two processes: oxidation of the Nicalon fibres and the carbon interface and residual stress relaxation, both induced by the temperature increment. Fractographic analyses have confirmed that the strain to fracture is directly related to the matrix cracking densities. Moreover, the average pullout length seems to be related to the ultimate tensile strength within this temperature range.

## 1. INTRODUCCIÓN

Las cerámicas reforzadas con fibras cerámicas largas son materiales que resultan sumamente interesantes para su utilización en motores a reacción y en protecciones térmicas estructurales [1].

Este tipo de materiales presenta características que justifican sobradamente su utilización, pero ésta se ve

limitada por el desconocimiento de su comportamiento mecánico, su intrínseca variabilidad, precio, potencial enfragilización, etc. En consecuencia, resulta necesario estudiar en profundidad su comportamiento y su fiabilidad.

Es, por tanto, interesante caracterizar la influencia de la temperatura en el comportamiento mecánico de unos materiales que se hallaran expuestos habitualmente a atmósferas oxidantes a elevadas

temperaturas de operación. Así mismo, y debido a la gran dispersión observada en su comportamiento mecánico a temperatura ambiente [2], se debe realizar un estudio sobre la variabilidad del material en estas condiciones.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material utilizado en este estudio es un compuesto de matriz cerámica (CMC), disponible comercialmente. Está compuesto por una matriz de CAS (Calcio Alúmino-Silicato), reforzado con fibras de Nicalon™ ( $\beta$ -SiC), con arquitectura laminada [(0/90)<sub>3</sub>]. Su mesoestructura consiste en doce láminas orientadas alternativamente a 0 y 90°, con las dos capas centrales a 90° unidas entre sí [3].

Las condiciones de alineamiento bajo las cuales se han realizado los ensayos de tracción responden a las de trabajos anteriormente realizados por los autores [3].

Los ensayos han sido realizados a temperatura ambiente, 500, 700 y 900° C y en condiciones cuasi-estáticas de aplicación de carga ( $\dot{\epsilon}=0.0005 \text{ s}^{-1}$ ) en una máquina servohidráulica de tracción. Se han realizado 21 ensayos a temperatura ambiente y 5 en cada una de las otras temperaturas consideradas.

Se han utilizado probetas de 20 cm. de longitud, en el interior de un horno plano de radiación, en atmósfera de aire dotado con un sistema de garras frías. Las medidas de deformación se han obtenido mediante un extensómetro de varillas de carburo de silicio refrigerado por agua, con un rango de medida del  $\pm 10\%$  sobre una longitud calibrada de 25 mm.

Los datos obtenidos de los ensayos se procesaron utilizando  $\beta$ -splines cúbicos, para la obtención del módulo elástico, E; la tensión de rotura de la matriz,  $\sigma_{mc}$ ; y la densidad de energía absorbida en el momento de la rotura, "Strain Energy Density" (S.E.D.) calculada a partir del área bajo la curva tensión-deformación [4].

## 3. RESULTADOS

### 3.1. Propiedades mecánicas

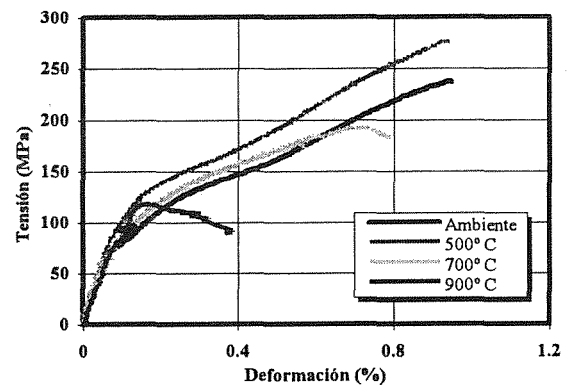
La Tabla 1 muestra los valores medios del módulo elástico (E), la tensión de rotura de la matriz ( $\sigma_{mc}$ ), la

deformación de fractura ( $\epsilon_f$ ), la tensión última ( $\sigma_{UTS}$ ) y la densidad de energía absorbida (SED), así como las desviaciones típicas de estos valores, para cada una de las temperaturas de ensayo estudiadas.

**Tabla 1.** CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]. Resultados obtenidos en 36 ensayos de tracción.

Temp. (°C)	E (GPa)	$\sigma_{mc}$ (MPa)	$\epsilon_f$ (%)	$\sigma_{UTS}$ (MPa)	SED (MJ/m <sup>3</sup> )
20	119 $\pm 6$	62 $\pm 9$	0.92 $\pm 0.14$	246 $\pm 28$	1.51 $\pm 0.31$
500	105 $\pm 10$	42 $\pm 10$	1.27 $\pm 0.73$	232 $\pm 44$	2.18 $\pm 1.45$
700	109 $\pm 14$	44 $\pm 6$	0.72 $\pm 0.28$	188 $\pm 35$	0.97 $\pm 0.46$
900	110 $\pm 12$	52 $\pm 11$	0.57 $\pm 0.08$	126 $\pm 13$	0.56 $\pm 0.08$

En la Figura 1 se muestra una curva típica del comportamiento del material para cada temperatura.



**Fig. 1.** CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]. Curvas tensión-deformación de cuatro ensayos de tracción cuasi-estáticos típicos, a temperatura ambiente, 500, 700 y 900° C.

En la Figura 2 puede observarse como, al incrementar la temperatura del ensayo, la tensión última de rotura,  $\sigma_{UTS}$ , tiene una ligera tendencia a descender hasta los 500° C, que a partir de esta temperatura resulta mucho más drástica para los ensayos a 700° C y aún más para los de 900° C. Se ha ajustado una  $\beta$ -spline a los puntos correspondientes al valor medio a cada temperatura y se han incluido también los intervalos de confianza del 95% de la población de 21 probetas ensayadas a temperatura ambiente. Puede verse claramente que el descenso de la carga de rotura no es significativo hasta los 500° C; a 700° C comienza a ser mas claro, mientras que a 900° C todos los valores obtenidos se hallan fuera de los intervalos de confianza de la población a temperatura ambiente. Por tanto, parece que estos resultados no presentan sesgo debido a la

variabilidad intrínseca del material. Otros autores confirman esta tendencia para ensayos de flexión [5].

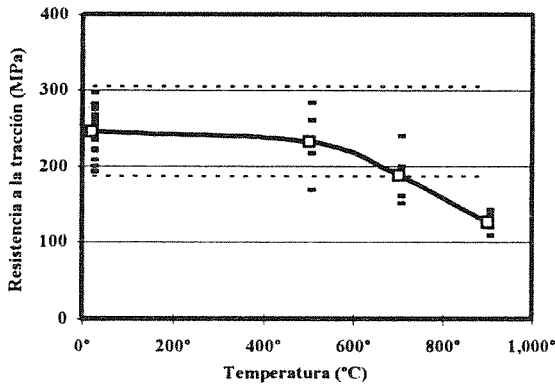


Fig. 2. CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Evolución de la tensión última de rotura en función de la temperatura del ensayo. Se muestra un polígono uniendo los valores medios a cada temperatura.

La Figura 3 muestra de manera análoga los datos correspondientes a la deformación a fractura del material. Como puede observarse, el valor máximo de la deformación a fractura se produce a 500° C, pero con una gran dispersión de los resultados. Pluncket et al. [6] y [7] han observado un comportamiento similar en CAS/SiC sometido a ensayos de flexión. A 700° C, la dispersión se reduce y los valores son algo inferiores a los obtenidos a temperatura ambiente. Finalmente, a 900° C, la dispersión es muy pequeña y los valores son muy bajos, fuera del intervalo de confianza de la población a temperatura ambiente.

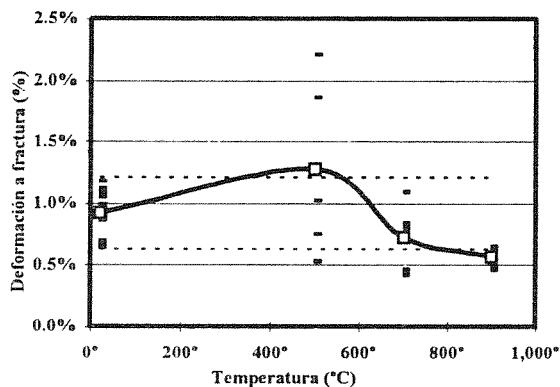


Fig. 3. CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Evolución de la deformación a fractura en función de la temperatura del ensayo. Se muestra un polígono uniendo los valores medios a cada temperatura.

La densidad de energía absorbida durante el ensayo muestra un comportamiento análogo al de la deformación a fractura en el rango de temperatura

estudiado, tanto en lo referente a la dispersión de resultados como en los valores medios, como puede verse en la Figura 4.

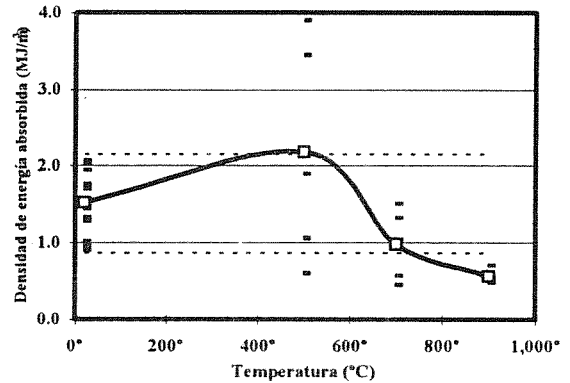


Fig. 4. CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Evolución de la densidad de energía absorbida en función de la temperatura del ensayo. Se muestra un polígono uniendo los valores medios a cada temperatura.

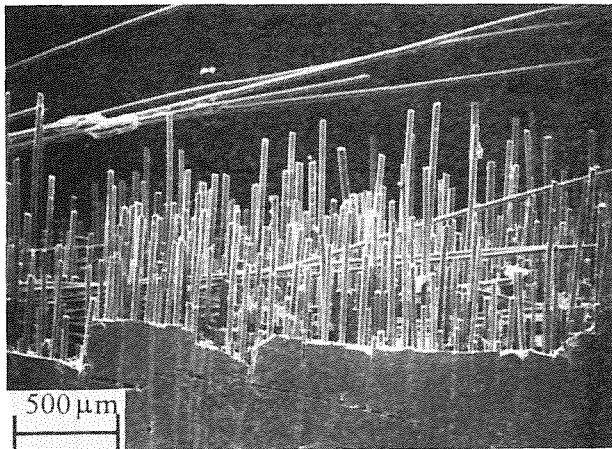
Es, por tanto, claro que la tenacidad del material se ve afectada por la temperatura, observándose una pérdida sustancial en las propiedades mecánicas a 900° C.

### 3.2. Metalografía

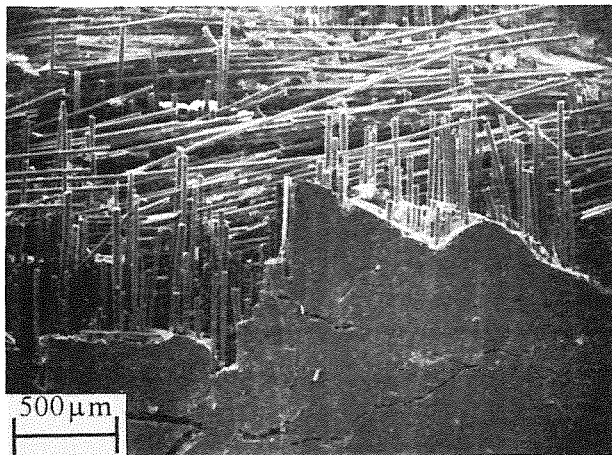
Se han realizado estudios fractográficos de las probetas más cercanas en su comportamiento al valor medio observado en cada temperatura.

La Figura 5 muestra una secuencia de microfotografías de la superficie de fractura a 500, 700 y 900° C respectivamente. Como puede observarse en la figura, la longitud de extracción de fibras a 500° es la mayor de las representadas, y similar a la correspondiente a temperatura ambiente. A 700° C la longitud se reduce, para llegar a una práctica desaparición de este fenómeno a 900° C.

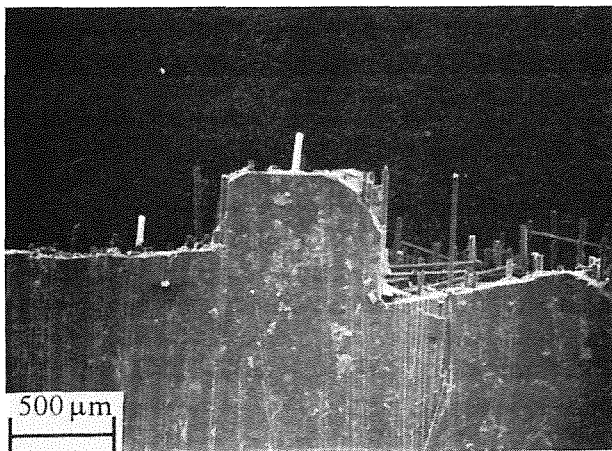
La drástica reducción en la longitud de extracción de fibras a 900° C es debida a la oxidación de la intercara de carbono que existe entre las fibras y la matriz en este material, seguida de la formación de puentes de silicio ("silica bridges") [8]. La fuerte adherencia entre la capa de óxido de silicio y el carburo de silicio de las fibras, impide que se produzcan los mecanismos de deflexión y puenteo del frente de la grieta por parte de las fibras. Por lo tanto, en estas condiciones, el material se comporta como una cerámica monolítica. De este modo, se pierde la tenacidad asociada a mecanismos como el agrietamiento de la matriz y el despegue y extracción de las fibras.



(a)



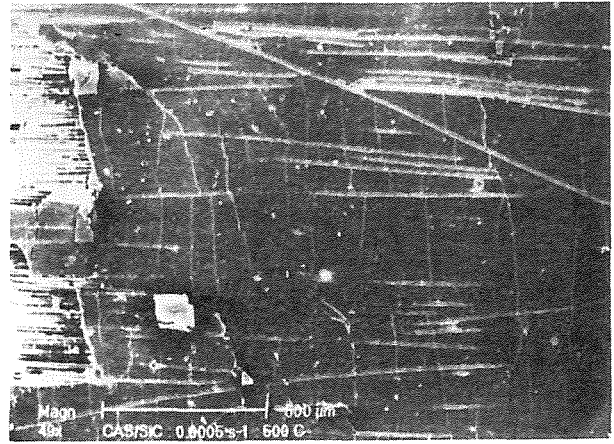
(b)



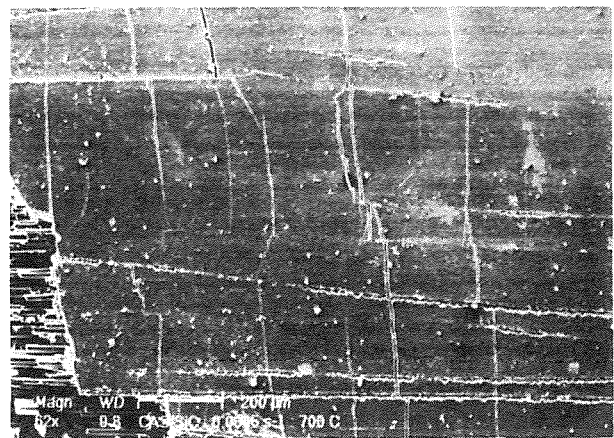
(c)

**Fig. 5.** CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]. Las micrografías muestran la evolución de la longitud de extracción de fibras en función de la temperatura de ensayo: (a) 500, (b) 700 y (c) 900° C.

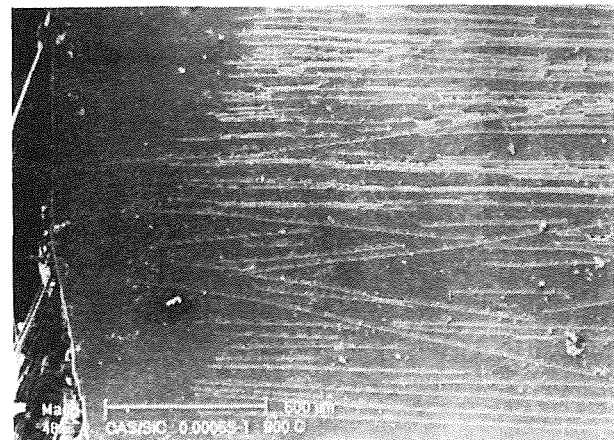
El comportamiento descrito ha sido observado, en el mismo material, por otros autores que han realizado ensayos de flexión a diversas temperaturas [8].



(a)



(b)



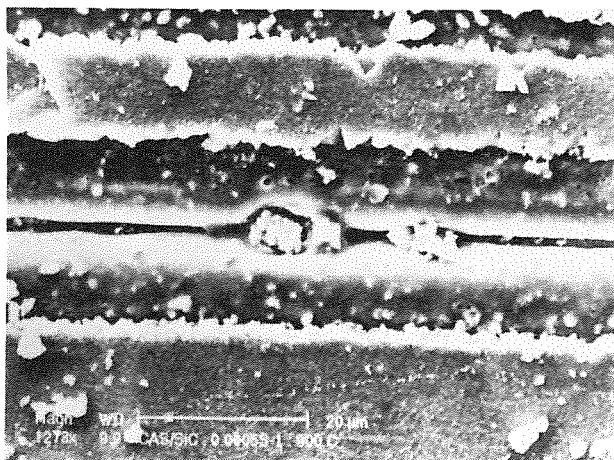
(c)

**Fig. 6.** CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]. Las micrografías muestran la evolución de la densidad de grietas en la matriz en función de la temperatura de ensayo: (a) 500° C; (b) 700° C y (c) 900° C.

Así mismo, existen estudios sobre la variación de las propiedades de la intercara degradada por la oxidación [5]. Estos estudios demuestran, además, que el mínimo valor de la energía de despegue de la intercara se produce entorno a 400° C.

En la Figura 6 se presenta una serie de micrografías, mostrando la evolución del daño en la matriz al variar la temperatura del ensayo. Puede observarse que la máxima densidad de grietas se produce a 500° C, reduciéndose a 700° C. En la micrografía correspondiente a 900° C se observa que no aparecen grietas en la matriz. Esta ausencia de grietas confirma el hecho de que, al producirse los puentes de silicio, la primera grieta (o una de las primeras) se convierte en catastrófica, produciendo la rotura de la probeta, al no poder ser puenteadas por las fibras. La máxima densidad de grietas a 500° C puede ser debida a la mayor deformación a fractura que presenta el material a esta temperatura.

La Figura 7 muestra el aspecto de la superficie de una probeta ensayada a 900° C. Como puede verse, la matriz aparece adherida a las fibras de carburo de silicio. Estas fibras presentan un aspecto degradado, con la aparición de cavidades en su superficie.



**Fig. 7.** CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]. La micrografía muestra el daño producido por la oxidación sobre fibras de la superficie de la probeta a 900° C.

#### 4. CONCLUSIONES

La resistencia a la tracción del composite de matriz cerámica CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>], disminuye progresivamente al aumentar la temperatura. La pérdida de resistencia es significativa a partir de 700° C, siendo catastrófica a 900° C. Sin embargo, la deformación a fractura presenta su máximo valor a 500° C.

La longitud promedio de las fibras extraídas tras la fractura se reduce progresivamente al aumentar la temperatura. A 900° C, este mecanismo desaparece casi totalmente. La densidad de grietas en la matriz es

máxima a 500° C; no obstante, este fenómeno también desaparece a 900° C.

Se observa una correlación entre la densidad de grietas que aparecen en la matriz y la deformación a fractura del composite. Así mismo, la resistencia a la tracción sigue un comportamiento análogo a la longitud media de fibras extraídas.

Como es sabido [9], la densidad de grietas es proporcional al valor de la tensión de deslizamiento entre fibra y matriz ( $\tau$ ). A 500° C, la oxidación de la intercara aumenta el valor de  $\tau$  [5-7], y, por tanto, la densidad de grietas. Para temperaturas superiores, el incremento del valor de  $\tau$  es mucho mayor, provocando que el material deje de comportarse como un composite y pase a tener características similares a las de las cerámicas monolíticas. A esta temperatura, la oxidación de la intercara hace que la grieta atraviese a las fibras en su avance, en lugar de ser puenteadas por éstas, resultando así la rotura del composite.

#### 5. AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo, quieren expresar su agradecimiento a Rolls Royce plc; al Departamento de Educación, Universidades e Investigación del Gobierno Vasco (EC9206 y PGV 92/17); a la Dirección General de Electrónica y Nuevas Tecnologías del Ministerio de Industria, Comercio y Turismo y a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT Mat93-0348) por la colaboración prestada en la financiación y el equipamiento.

Dos de los autores (I.P. y M.R.E.) quieren agradecer al Departamento de Educación, Universidades e Investigación del Gobierno Vasco y a la CICYT, respectivamente, las becas concedidas.

#### 6. REFERENCIAS

- [1] Chermant, J.L. et Fantozzi, G., "Microstructure, comportements thermomécaniques et modélisation des composites céramique-céramique à fibres". Ed. Hermès, París 1993.
- [2] Puente, I. et al., "Variabilidad del CAS/SiC en ensayos de tracción". Anales de Mecánica de la Fractura Vol. 12, 1995, pp.314-319.

- [3] Puente, I. et al., "Mecanismos de fallo en CAS/SiC en función de la velocidad de deformación". Anales de Mecánica de la Fractura Vol. 11, 1994, pp.354-359.
- [4] Sánchez, J.M. et al., "Tensión de agrietamiento de la matriz en CMC's". Proc. IV Cong. Nac. de propiedades mecánicas, Vitoria 1994.
- [5] Plucknett, K.P. et al., "Environmental ageing effects in a silicon carbide fibre-reinforced glass-ceramic matrix composite", Journal of Microscopy, Vol. 177, Pt. 3, pp. 251-263, 1995.
- [6] Cain, R.L. et Lewis, M.H., "Interface degradation in CAS/Nicalon during elevated temperature aging". Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 365, pp. 421-426, 1995.
- [7] Plucknett, K.P.; Lin, H.T.; Braski, D.N. et Becher, P.F., "Environmental aging degradation in continuous fiber ceramic composites". Proc. ICCM-10, Vol. 4, pp. 803-810, Woodhead Publishing Ltd, Cambridge, 1995.
- [8] Allen, R.F.; Percival, M.C.L. et Bowen, P., "Effects of test temperature and loading rate on the fatigue and fracture resistance of a continuous fibre reinforced glass ceramic matrix composite". Proc. ICCM-9, Vol. 2, pp. 121-128, Woodhead Publishing Ltd, Cambridge, 1993.
- [9] Aveston, J., Cooper, G.A. et Kelly, A.; "Single and multiple fracture", Proceedings of the National Physical Laboratory (IPC Science and Technology Press Ltd), pp. 15-25, 1971.