

CARACTERIZACION A ELEVADAS TEMPERATURAS DE MATERIALES CERAMICOS COMPUESTOS

I. Caro, M. Gutiérrez*, A. Odriozola*, F. Seco* y E. Erauzkin***

** Centro Tecnológico INASMET. San Sebastián*

*** ITP, S.A.. Parque Tecnológico de Zamudio (Vizcaya)*

Resumen. Los ensayos de fluencia, choque térmico y desgaste a elevadas temperaturas se hacen cada vez más importantes a la hora de caracterizar los materiales avanzados tipo CMC (Ceramic Matrix Composites) si se quiere que sustituyan a materiales metálicos más convencionales. Estos ensayos son imprescindibles para que el usuario de estos materiales pueda establecer de manera fiable unos adecuados criterios de diseño.

Abstract. Thermal shock, creep and wear testing at high temperature is of the first importance for adequately characterising the behaviour of the CMC advanced materials if they are to substitute the more conventional metallic materials. These tests are essential for the end-user of these materials to be able to establish reliable design criteria for the components.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos reforzados con fibras (CMC) están siendo objeto de una fuerte investigación^(1y2), a todos los niveles, debido al interés industrial que han despertado por poder trabajar en condiciones de servicio extremas, dadas sus extraordinarias propiedades de resistencia a elevada temperatura, choque / fatiga térmica, fluencia a temperaturas superiores a los 1.000 °C, resistencia al desgaste e inalterabilidad frente a ambientes externos tanto a temperatura ambiente como a elevada temperatura.

Por este motivo, es fundamental conocer bien las características de estos nuevos materiales si se pretende que puedan reemplazar a los materiales metálicos.

En este trabajo se describen los equipos que se han desarrollado o bien modificado para permitir la caracterización a elevadas temperaturas de los materiales avanzados, CMC. También se presenta una comparación de los resultados obtenidos entre estos materiales y una superaleación base Ni a la que pueden sustituir en aplicaciones aeronáuticas.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se han diseñado y puesto a punto dispositivos específicos de choque térmico, fluencia y desgaste para las elevadas temperaturas de ensayo que requieren los materiales CMC.

2.1. Materiales

Se ha ensayado un material cerámico compuesto que consiste en una matriz de alúmina (Al₂O₃), reforzada en un 37% en volumen con un tejido bidireccional de fibras de SiC apilado en 8 capas (0-90°). El material es suministrado en forma de placa plana de 2,8mm de espesor. Su porosidad media oscilaba entre 8% y 10% y su densidad es de 2,66 gr/cm³.

Con objeto de establecer una comparación de comportamientos con un material metálico de referencia, se ha seleccionado una superaleación base Ni con 47 % de Ni, y 8,25 gr/cm³ de densidad.

2.2. Ensayo de fatiga / choque térmico.

En la actualidad se están haciendo esfuerzos para desarrollar dispositivos capaces de simular

las extremas condiciones de choque térmico que pueden sufrir los CMC en servicio⁽³⁻⁷⁾.

El ensayo aquí presentado ha sido concebido y desarrollado⁽⁸⁾ para evaluar el comportamiento mecánico del material ante sollicitaciones derivadas de fuertes variaciones de su temperatura (velocidades medias de 3000 °C/min).

Consiste en someter al material a una serie de ciclos térmicos repetidos entre 1200°C y 400°C, en atmósfera oxidante y con una duración total de cada ciclo de 30 segundos. De forma simultánea, se aplica sobre la probeta de ensayo una carga de tracción constante en el tiempo.

La figura 1 muestra un esquema del ensayo. El material se sitúa bajo una carga que asegura la aplicación de la tensión elegida de forma constante a lo largo de todo el ensayo, absorbiendo dilataciones y contracciones de la probeta. Una llama incide en la zona central de una de las caras planas de la probeta de ensayo, propiciando su calentamiento. Alcanzada la temperatura máxima nominal del ensayo, se interpone una pantalla térmica que aísla la probeta. De esta manera comienza su enfriamiento que puede ser tan violento como se quiera, mediante la acción de un fluido frío que incide sobre la probeta aislada.

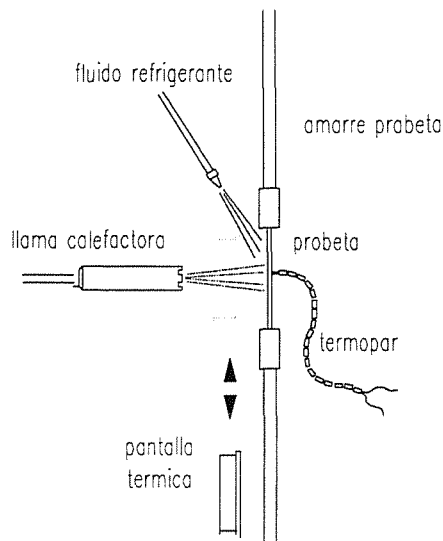


Fig.1. Esquema general del ensayo de choque / fatiga térmica.

El control de la temperatura es instantáneo en todo momento a lo largo del ensayo, empleando un sistema de medida indirecto pero muy fiable. Se realiza con un termopar alojado en el interior de una probeta denominada "auxiliar" situada

junto a la probeta de ensayo, del mismo material que ella y con idénticas dimensiones en la zona de ensayo. Esta probeta está siempre sometida a las mismas acciones de origen térmico que la probeta de ensayo, lo que asegura la fiabilidad del sistema.

El dispositivo diseñado permite un amplio abanico de posibilidades en cuanto a los parámetros del proceso (temperaturas máxima y mínima del ciclo, duraciones de las fases de calentamiento y enfriamiento, tensión externa aplicada y número de ciclos), disponiendo de un adecuado control sobre dichas variables. En este sentido los ensayos realizados han mostrado una dispersión inferior al 5% en los valores de las temperaturas máxima y mínima a lo largo del ensayo (respecto a las nominales). Respecto a la duración de las fases (calentamiento + enfriamiento) de cada ciclo, no existe dispersión puesto que son los parámetros de control del automatismo (temporizador).

El material puede ser sometido a dos clases de ensayos:

a/ *A rotura*: midiendo el número de ciclos que resiste en el momento de rotura de la probeta. El control sobre los parámetros de ensayo permite someter al material a unas sollicitaciones de agresividad superior incluso a las de servicio, de manera que pueden realizarse ensayos acelerados hasta rotura, para un posterior estudio de extrapolación.

b/ *Estudio de la vida residual* que le queda al material después de ser sometido a un número de ciclos determinado (siempre inferior al que puede resistir hasta romperse). Después del ensayo de choque / fatiga térmica las probetas se examinan o se les realiza otros tipos de ensayos (típicamente un ensayo de flexión).

2.3 Ensayo de fluencia.

El objetivo consiste en realizar ensayos de fluencia con el material sometido a una tensión de tracción uniaxial, método habitual en la caracterización de materiales metálicos. Para poder realizar estos ensayos a temperaturas superiores a 1000°C, se ha modificado una máquina MAYES diseñada originalmente para ensayar por debajo de 1000°C. Para ello ha sido necesario, en primer lugar, sustituir el horno original por uno con resistencias de MoSi₂ capaz de alcanzar 1400°C. Por otro lado, se ha diseñado una solución para el amarre de la

probeta mediante “mordazas calientes”, es decir, con la totalidad de la probeta y sus sujeciones en el interior del horno. Por ello han debido de sustituirse las barras de descarga originales de Nimonic 105 por otras de alúmina, diseñadas específicamente para estos ensayos. La transmisión de la carga a la probeta se realiza mediante pasadores de Nitruro de Silicio (Hot pressed Si_3N_4). Este material mantiene mejores propiedades mecánicas que la alúmina en temperaturas superiores a los 1150°C . En las zonas de apoyo del pasador en la barra de descarga se emplean casquillos de alúmina desechables en caso de una posible interacción $\text{Si}_3\text{N}_4 / \text{Al}_2\text{O}_3$ debido a la prolongada exposición a elevadas temperaturas. La figura 2 muestra un esquema del sistema de transmisión de carga en el ensayo de fluencia.

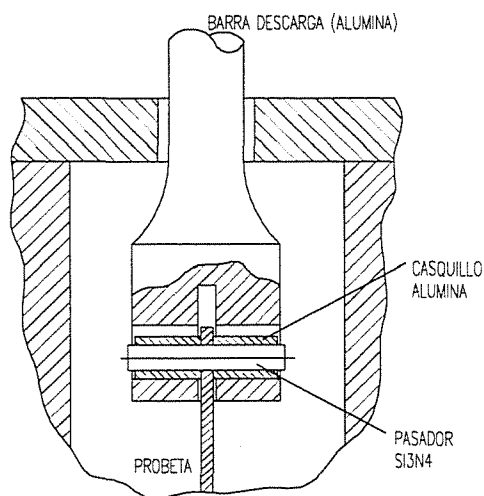


Fig. 2. Componentes del sistema de transmisión de carga en el ensayo de fluencia.

Con la ayuda de un programa informático de elementos finitos, se ha realizado el diseño de la probeta para el ensayo de fluencia. Se ha tenido en cuenta el carácter cerámico del material a ensayar, y por tanto su escasa ductilidad, que no permite relajar fácilmente las tensiones en aquellas zonas donde se concentran (radios de acuerdo y agujeros para los pasadores), al contrario de lo que ocurre con los materiales metálicos⁽⁹⁾. Por ello ha de dimensionarse la probeta de manera que en ningún punto de la misma existan esfuerzos superiores a los existentes en la zona de ensayo. De esta manera se asegura la rotura de la probeta por algún punto de dicha zona de ensayo. Otra de las premisas en el diseño de la probeta es el buen aprovechamiento del material debido a su elevado precio. Se ha buscado establecer una

probeta de dimensiones reducidas, siempre sin perder representatividad en los resultados de los ensayos.

Para el control de la temperatura se emplea un termopar situado en la mitad de la zona de ensayo de la probeta

2.4. Ensayo de desgaste a elevada temperatura.

Constituye el tercer tipo de ensayos a elevada temperatura estudiados. Partiendo de un equipo universal para ensayos de desgaste de BICERI, y en su configuración para ensayos de reciprocado (“pin on plate”), se han modificado los dispositivos necesarios para posibilitar la ejecución de ensayos a elevadas temperaturas. Se ha diseñado un carro portaplaca calefactado por medio de resistencias, capaz de amarrar la placa, desplazarla longitudinalmente para el ensayo de reciprocado, y mantener en dicha placa una temperatura de hasta 750°C durante el ensayo (El equipo original permite alcanzar tan sólo 350°C).

El control de temperaturas se realiza mediante un termopar situado en contacto con uno de los extremos de la placa del ensayo.

La figura 3 muestra un esquema de este carro portaplaca diseñado especialmente para estos ensayos a elevadas temperaturas.

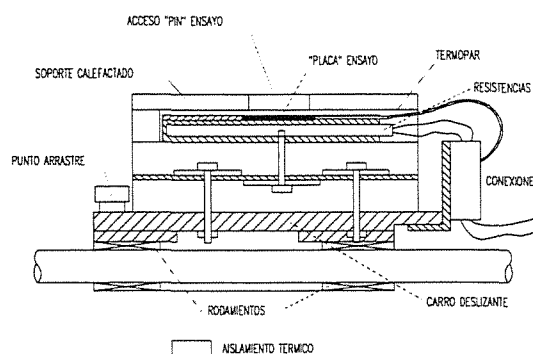


Fig. 3. “Carro portaplaca” para los ensayos de desgaste a elevada temperatura (hasta 700°C)

Por otro lado, ha debido de rediseñarse el amarre del “pin” para permitir su correcto aislamiento térmico del brazo de carga. Se hace necesario debido a las elevadas temperaturas que alcanza dicho “pin” por conducción, al estar en contacto con la placa durante el ensayo.

La figura 4 muestra las geometrías los elementos de ensayo, y la posición relativa de los mismos para estos ensayos. La geometría escogida para el "pin" es plana debido a las características de suministro del material CMC.

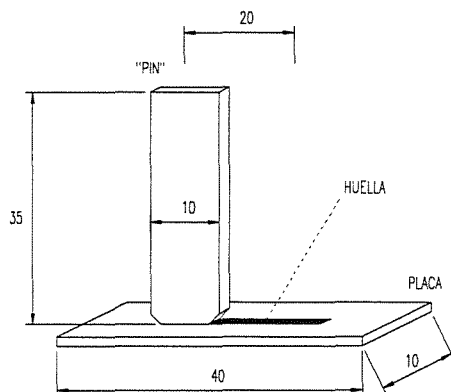


Fig. 4. Ensayo de desgaste de reciprocado a elevada temperatura (700°C). Muestras en su posición relativa durante el ensayo

3. RESULTADOS Y COMENTARIOS

3.1. Ensayos de Choque Térmico

La tabla 1 recopila los datos de los ensayos de choque térmico realizados con el dispositivo diseñado al efecto.

Sobre el material CMC se ha realizado una serie de ensayos con una temperatura mínima de ciclo de 400 °C y con una duración total del mismo de 30 segundos. Se han tomado como variables de ensayo la temperatura máxima del ciclo térmico y la carga de tracción aplicada, realizando ensayos con 1200 y 1100°C de temperatura máxima y 20 y 30 MPa de carga.

Los resultados indican en primer lugar un aceptable comportamiento del material CMC ante las severas sollicitaciones termomecánicas

de este ensayo, soportando incluso varios miles de ciclos.

Por otro lado se observa cómo el material es altamente sensible a la modificación de los parámetros del ensayo, ya que su duración aumenta considerablemente al disminuir la temperatura máxima del ensayo o la carga aplicada. Se aprecia cómo la reducción de 1200°C a 1100°C en la temperatura máxima aumenta espectacularmente la vida del material (de 1600 a más de 8000 ciclos), bastante más que la reducción de 30 a 20 MPa.

Respecto a la comparación del CMC con la superaleación base níquel, bajo este tipo de condiciones de ensayo el CMC es claramente superior dado que se involucran niveles de temperatura a los cuales la superaleación carece de resistencia mecánica alguna. Este resultado queda patente en la tabla 1, donde puede observarse cómo los únicos ensayos posibles con la superaleación se realizaron a 1100°C de temperatura máxima y su duración apenas superó los 100 ciclos en el mejor de los casos, dos órdenes de magnitud inferior al CMC.

Por último, resulta interesante comentar el resultado del último ensayo realizado sobre material CMC. Se efectuaron 8000 ciclos (1100°C/400°C) bajo una carga de 30 MPa, desmontando posteriormente la probeta de su amarre para realizar una inspección visual de la misma. Posteriormente se trató de continuar el ensayo reposicionando la probeta en su amarre. Sin embargo, en el momento de aplicar la carga de ensayo (30MPa) en frío, la probeta se rompió con una fractura claramente frágil. Este fenómeno da una idea de la fuerte fragilización que sufre el material durante el ensayo, ya que unas ligeras modificaciones en las condiciones de apoyo son suficientes para alcanzar la rotura del mismo.

Material	Condiciones de			Resultado	Observaciones
	Ciclo térmico		Carga	Duración ensayo	
	Temperaturas (°C)	Duración (seg)	(MPa)	(N° ciclos)	
CMC	1200 / 400	30	30	1600	Media de tres ensayos
CMC	1200 / 400	30	20	5400	
CMC	1100 / 400	30	30	8000	Se rompe al intentar
Superaleación	1100 / 400	30	30	75	
Superaleación	1100 / 400	30	20	110	

Tabla 1. Resultados de los ensayos de choque térmico con el dispositivo diseñado

3.2. Ensayos de Fluencia

En el momento de redactar el presente artículo, se han iniciado los ensayos de fluencia con el dispositivo modificado. Por el momento no se dispone de resultados, ya que el primero de los ensayos realizados aún no ha finalizado. Lo que sí puede comentarse es que el dispositivo está respondiendo a lo que se requiere de él, ya que el ensayo lleva más de 2000 horas sin problemas.

3.3. Ensayos de Desgaste

Se ha realizado una serie de ensayos de desgaste a 700°C con objeto de observar diferencias de comportamiento entre el material CMC y la superaleación base níquel.

La tabla 2 recoge los datos y resultados de estos ensayos. Se han estudiado diferentes combinaciones en los materiales "pin"/placa (metal/metal, metal/CMC, CMC/CMC), todas ellas bajo dos niveles de carga (50 y 200 N).

Los resultados de los ensayos muestran un mejor comportamiento al desgaste de la pareja Superaleación /CMC frente a las otras dos combinaciones. Para dicha combinación, la oxidación de la superaleación a 700°C produce una capa superficial dura que presenta buenas propiedades tribológicas en contacto con la superficie del material CMC.

En las otras dos combinaciones, se observa la influencia de la carga de ensayo sobre el grado de desgaste. Dicha influencia es debida al efecto del material desgastado que actúa como medio abrasivo, efecto que es tanto mayor con: a).- Presencia de mayor cantidad de material abrasivo, que depende de la carga. b).- Naturaleza de dicho material, siendo más abrasivo el CMC por su mayor dureza. c).- Tiempo de ensayo. De hecho, en la combinación CMC/CMC se observa una transición brusca en el grado de desgaste, creciendo dicho grado en varios ordenes de magnitud, debido al efecto de la acumulación del material desgastado que actúa como medio erosivo.

Material "Pin"	Material Placa	Tª ensayo (° C)	Carga (N)	Velocidad (rpm)	Duración ensayo (min)	V masa perdido (mm ³)
Superaleación	Superaleación	700	50	150	120	10,57220
Superaleación	Superaleación	700	200	50	20	4,07070
Superaleación	CMC	700	50	150	120	0,37340
Superaleación	CMC	700	200	50	120	0,20480
CMC	CMC	700	50	50	108	1,61470
CMC	CMC	700	200	150	10	4,46200

Tabla 2. Resultados de los ensayos de desgaste con material CMC y Superaleación 41

4. CONCLUSIONES.

Los dispositivos diseñados y/o modificados para posibilitar la realización de ensayos de caracterización a elevadas temperaturas se han mostrado altamente eficaces como herramienta para la caracterización de materiales compuestos de matriz cerámica (CMC).

Los ensayos han mostrado con claridad las diferencias de comportamiento de los materiales ensayados en sus condiciones habituales de trabajo como materiales termoestructurales. El material CMC se presenta como un firme candidato para sustituir a las superaleaciones base níquel. Por encima de 1000°C el CMC

mantiene aún unas buenas propiedades mecánicas, llegando incluso a soportar solicitaciones considerables en condiciones que involucran la participación de temperaturas de hasta 1200°C. Estos niveles de temperatura quedan claramente fuera del radio de acción de las superaleaciones.

Para consumir la aplicación de estos materiales CMC es necesario mejorar sus procesos de fabricación para asegurar una buena homogeneidad y fiabilidad del producto, así como controlar los procesos de fragilización que sufren estos materiales en servicio.

5. BIBLIOGRAFÍA.

- (1) R.D. Lohr and M. Steen - "*Ultra high temperature mechanical testing*". Woodhead publishing limited
- (2) R. Morrell - "*Mechanical Test methods for ceramic matrix composites*". British Ceramic Transactions 1995 vol.94 No.1
- (3) N. Arnon, P.H. Havstad, W. Trela (Ford Motor Company) - "*2500°F Testing - Rig development and ceramic gas turbine components test results*". Proceedings of the fifth army materials technology conference, 1977.
- (4) H. Wang, Raj N. Singh, S. C. Beecher, R. B. Dinwiddie - "*Thermal Shock behaviour of fiber-reinforced composites*". Advances in Ceramic Matrix Composites II (Ceramic Transactions vol. 46) - Am. Ceram. Soc.
- (5) W. A. Cutler, F. W. Zok, F. F. Lange - "*Mechanical Behaviour of Several Hybrid Ceramic Matrix Composite Laminates*" -. J. Am. Ceram. Soc., 79 (7) 1825-33 (1996)
- (6) D.L. Harstock, R.R. Baker, P.H. Havstad, J.H. Buechel (Ford Motor Company) - "*Test and development of ceramic combustors, stators, nose cones and rotor tip shrouds*" - Proceedings of the fifth army materials technology conference, 1977.
- (7) T. Ertürck - "*Burner Rig Thermal Fatigue of SiC Continuous Fiber Silicon Nitride Composites Under Constant Applied Stress*" - Advanced CMC. Design Approaches, Testing and Life Prediction Methods. Edited by E. R. Generazio (Technomic Publishing Co. Inc.) chapter 4 (65-81).
- (8) A. Odriozola, M. Gutiérrez y E. Erauzkin "*Desarrollo de materiales compuestos de matriz cerámica para aplicaciones aeronáuticas*" XXXVI Congreso Nacional de Cerámica y Vidrio, San Sebastián 1996.
- (9) R.W. Evans and B. Wilshire - "*Creep of metals and alloys*", appendix A (257-265). The Institute of Metals
- (10) H. E. Boyer - "*Atlas of Creep and Stress-Rupture Curves*" - ASM International.

6. AGRADECIMIENTOS.

El presente trabajo se ha realizado en el marco de un proyecto promovido por ITP. Los resultados presentados son propiedad de ITP y no podrán ser utilizados sin su autorización previa.

Los autores desean hacer constancia de su agradecimiento a Cristina Guraya por su trabajo en el equipo de ensayos de desgaste.