

## EFFECTO DE LA TEMPERATURA Y LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN LAS PROPIEDADES DE LA INTERCARA DE UN CMC

I. Puente, M.R. Elizalde, A. Martín-Meizoso, J.M. Martínez-Esnaola, M. Fuentes

Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT), Dpto. Materiales,  
Paseo de Manuel Lardizábal, 15, 20009 San Sebastián y  
Escuela Superior de Ingenieros Industriales de San Sebastián, Universidad de Navarra  
Apartado 1674, 20080 San Sebastián

**Resumen.** La tensión de deslizamiento fibra-matriz es un parámetro clave del comportamiento a fractura de los CMCs. En este trabajo se ha estimado su valor para un compuesto laminado CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>, utilizando el modelo ACK, a partir de medidas experimentales del espaciado entre grietas. Esta evaluación se ha realizado para probetas ensayadas en aire, en un amplio rango de temperaturas (desde 20 hasta 900° C) y velocidades de deformación (desde 10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> hasta 2 s<sup>-1</sup>). A la luz de los resultados obtenidos, se discute la evolución del comportamiento mecánico del material en estas condiciones. Se concluye que las variaciones en la tensión de deslizamiento, debidas a la oxidación y degradación de la intercara, pueden explicar el comportamiento del material en todas las condiciones de temperatura y velocidad de deformación estudiadas.

**Abstract.** The interfacial sliding stress is a key parameter of the fracture behaviour of CMCs. In this work, this value has been estimated for a laminated CAS/SiC with architecture [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub> using the ACK prediction, based on experimental measures of the matrix crack spacing. This evaluation has been done for specimens tested in air, in a wide range of temperatures (from 20 to 900° C) and strain rates (from 10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> to 2 s<sup>-1</sup>). In the light of the obtained results, the evolution of the mechanical behaviour of the material in these conditions is discussed. It is concluded that the variations in the interfacial sliding stress, due to oxidation and degradation of the interface, can explain the behaviour of the material in all the studied conditions of temperature and strain rate.

### 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.

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. Sin embargo, no es suficiente con conocer su comportamiento desde un punto de vista fenomenológico, sino profundizar hasta las causas últimas de dicho comportamiento. En este contexto, resulta particularmente interesante conocer las variaciones que experimenta la tensión de deslizamiento de la intercara fibra-matriz, que es un parámetro clave para poder interpretar la respuesta del material frente a las diversas condiciones que pueden presentarse en su utilización.

### 2. OBTENCIÓN DE LOS VALORES DE $\tau$ A PARTIR DEL MODELO ACK

El modelo ACK [1] es un análisis sencillo, basado en consideraciones energéticas, que predice el espaciado entre grietas para materiales compuestos unidireccionales reforzados con fibras largas.

Según el modelo ACK, el espaciado mínimo entre grietas en la saturación,  $X$ , viene dado por la siguiente expresión:

$$X = \frac{V_m \sigma_{mu} r}{V_f 2\tau} \quad (1)$$

donde  $\sigma_{mu}$  es la tensión de rotura de la matriz;  $V_m$  y  $V_f$  son las fracciones volumétricas de matriz y de fibras en la dirección de aplicación de la carga, respectivamente;  $r$  es el radio de las fibras y  $\tau$  es la tensión de deslizamiento de la intercara entre la fibra y la matriz.

Kimber y Keer [2], basándose en la predicción ACK, propusieron la siguiente expresión para el valor medio del espaciado de grietas,  $l_{mcs}$ :

$$l_{mcs} = 1.34 \cdot \left( \frac{V_m}{V_f} \right) \frac{\sigma_{mu} \cdot r}{2 \cdot \tau} \quad (2)$$

La tensión de rotura de la matriz se puede obtener a partir de la tensión de agrietamiento  $\sigma_{mc}$  [3], teniendo en cuenta que en el material compuesto, y debido a efectos térmicos durante el proceso de fabricación, la matriz está sometida a una tensión residual  $q$  que debe sumarse a la tensión externa aplicada, de forma que:

$$\sigma_{mu} = \sigma_{mc} \frac{E_m}{E_c} + q \quad (3)$$

donde  $\sigma_{mc}$  es el valor de la tensión de agrietamiento de la matriz, obtenida de los ensayos de tracción a partir de la pérdida de linealidad [4] y  $E_m$  y  $E_c$  son los módulos elásticos de matriz y compuesto, respectivamente.

El valor de la tensión residual,  $q$ , se puede obtener analíticamente, en función de la deformación de desajuste térmico,  $\varepsilon$ , mediante la expresión propuesta por [3]:

$$q = E_m \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \left( \frac{E_f}{E_c} \right) \left( \frac{V_f}{1 - \nu_m} \right) \varepsilon \quad (4)$$

donde  $E_f$  es el módulo elástico de las fibras y  $\nu_m$  es el coeficiente de Poisson de la matriz. Los coeficientes  $\lambda_1$  y  $\lambda_2$  se obtienen a partir de las siguientes expresiones:

$$\lambda_1 = \frac{1 - \left( 1 - \frac{E_c}{E_f} \right) \frac{1 - \nu_f}{2} + (1 - \nu_f) \frac{\nu_m - \nu_f}{2} - \frac{E_c}{E_f} \left[ \nu_f + (\nu_m - \nu_f) \frac{V_f E_f}{E_c} \right]}{(1 - \nu_m) \left[ 1 + \nu_f + (\nu_m - \nu_f) \frac{V_f E_f}{E_c} \right]}$$

$$\lambda_2 = \frac{1 - \frac{E_c}{E_f} + \frac{1 - \frac{E_c}{E_f}}{2(1 - \nu_f)} + (1 + \nu_f) \frac{\nu_m - \nu_f}{2}}{1 + \nu_f + (\nu_m - \nu_f) \frac{V_f E_f}{E_c}} \quad (5)$$

y la deformación de desajuste térmico,  $\varepsilon$ , vale:

$$\varepsilon = (\alpha_m - \alpha_f) \Delta T \quad (6)$$

donde  $\alpha_m$  y  $\alpha_f$  son los coeficientes de dilatación térmica de matriz y fibras, respectivamente, y  $\Delta T$  es la diferencia de temperatura entre la temperatura de transición vítrea de la matriz vitrocerámica (en este caso CAS) y la de cada ensayo.

Algunos de los parámetros que se deben utilizar en el cálculo son de índole geométrico ( $V_m$ ,  $V_f$  y  $r$ ), y por tanto invariantes con la temperatura y la velocidad de deformación. Lo mismo ocurre con los coeficientes de dilatación térmica y la temperatura de transición vítrea de la matriz ( $\alpha_m$ ,  $\alpha_f$  y  $T_{gt}$ ). Por otro lado, las constantes elásticas de las fibras ( $E_f$  y  $\nu_f$ ) no varían hasta temperaturas superiores a los 1000° C [5]. Finalmente, el módulo de Poisson de la matriz ( $\nu_m$ ) también se ha considerado constante. Los valores numéricos adoptados en este trabajo se recogen en la Tabla 1.

Tabla 1. CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Valores de las constantes elásticas y parámetros geométricos utilizados.

Constante	Valor	Unidades	Fuente
$V_m$	0'825	-	Observ. microest.
$V_f$	0'175	-	Observ. microest.
$r$	6'9	μm	Observ. microest.
$E_f$	200	GPa	[6]
$\nu_m$	0'3	-	[7]
$\nu_f$	0'2	-	[7]
$T_{gt}$	750	°C	[7]
$\alpha_m$	5'00E-06	°C <sup>-1</sup>	[6]
$\alpha_f$	4'00E-06	°C <sup>-1</sup>	[6]

Por otro lado, se ha debido obtener una estimación del valor del módulo elástico de la matriz; para lo cual se ha partido del módulo elástico del compuesto en las condiciones correspondientes, obtenido a partir de ensayos de tracción, y se ha aplicado una ley de mezclas:

$$E_m = \frac{E_c - E_f V_f}{V_m} \quad (7)$$

Finalmente, el espaciado de saturación de grietas en las capas a 0° se ha obtenido a partir del estudio fractográfico de las probetas ensayadas. Este espaciado se ha medido en las capas exteriores de las

probetas, sin realizar ningún proceso de pulido, para evitar la inducción de daño durante dicho proceso. Las medidas se han realizado en un microscopio óptico Leinz, a lo largo de dos centímetros de la zona entallada de la probeta.

Por lo tanto, el valor de la tensión de deslizamiento fibra-matriz se despejará de la Eq. (2), en función de los valores de las constantes presentados en la Tabla 1 y de los resultados de los ensayos de tracción que se exponen a continuación.

### 3. RESULTADOS

Para aplicar el método presentado anteriormente, se ha seleccionado un composite 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>]<sub>s</sub>. Su mesoestructura consiste en doce láminas orientadas alternativamente a 0 y 90°, con las dos capas centrales a 90° unidas entre sí [8].

#### 3.1. Ensayos de tracción

Se han realizado ensayos de tracción en 10 condiciones diferentes de temperatura y velocidad de deformación. A temperatura ambiente (25° C) y a 900° C, se realizaron ensayos a tres velocidades de deformación (0'0005, 0'01 y 1 s<sup>-1</sup>); mientras que a 500 y 700° C se realizaron tan sólo a dos velocidades (0'0005 y 1 s<sup>-1</sup>). La Tabla 2 presenta los valores medios del módulo elástico del compuesto ( $E_c$ ), la tensión de agrietamiento de la matriz ( $\sigma_{mc}$ ) y la densidad de energía absorbida (SED) obtenidos en estos ensayos.

Tabla 2. CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Valores medios obtenidos en los ensayos de tracción.

T ° C	$\dot{\epsilon}$ s <sup>-1</sup>	$E_c$ GPa	$\sigma_{mc}$ MPa	SED MJ/m <sup>3</sup>
25	0'0005	119	62'2	1'43
25	0'01	119	52'0	1'84
25	2	138	56'2	2'18
500	0'0005	105	41'6	3'45
500	2	110	42'4	1'59
700	0'0005	109	43'6	1'31
700	2	103	48'6	1'38
900	0'0005	110	52'0	0'57
900	0'01	108	61'2	0'59
900	2	113	81'0	0'89

#### 3.2. Fractografía

El espaciado de grietas de saturación en las capas a 0° se ha medido, para cada condición de temperatura y velocidad de deformación, en la probeta que absorbió una energía más cercana a la media de las ensayadas en esas condiciones.

La Tabla 3 presenta las medidas obtenidas para el espaciado de grietas de saturación en cada una de las condiciones estudiadas.

Tabla 3. CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Espaciados entre grietas en la condición de saturación en las capas a 0°.

T ° C	$\dot{\epsilon}$ s <sup>-1</sup>	$l_{mcs}$	
		Media ( $\mu$ m)	Desv. típica
25	0'0005	214	78
25	0'01	200	70
25	2	176	57
500	0'0005	107	25
500	2	176	57
700	0'0005	250	101
700	2	300	138
900	0'0005	3030	3030
900	0'01	333	167
900	2	429	260

#### 3.3. Valores de $\tau$

Los resultados obtenidos mediante el método descrito, se presentan en la Tabla 4.

Tabla 4. CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Tensión de deslizamiento de la matriz en función de la temperatura y la velocidad de deformación.

T ° C	$\dot{\epsilon}$ s <sup>-1</sup>	$\tau$ MPa
25	0'0005	7'75 ± 2'07
25	0'01	7'35 ± 1'91
25	2	9'29 ± 2'27
500	0'0005	8'34 ± 1'58
500	2	5'27 ± 1'29
700	0'0005	3'26 ± 0'94
700	2	2'93 ± 0'92
900	0'0005	0'31 ± 0'15
900	0'01	3'28 ± 1'09
900	2	3'44 ± 1'30

#### 4. DISCUSIÓN

El análisis del comportamiento de un material compuesto resulta extremadamente complejo debido a los múltiples factores que influyen en él, así como a la gran variabilidad observada [9]. En este contexto, resulta interesante como aproximación al problema, establecer correlaciones entre distintas variables, para analizar las tendencias independientemente de las condiciones en las que se hayan realizado los ensayos. La Fig. 1 presenta la relación entre la densidad de energía absorbida en los ensayos y el valor de la tensión de deslizamiento fibra-matriz obtenida. Como se observa, parece existir un acoplamiento entre ambas, independientemente de la temperatura y la velocidad de deformación.

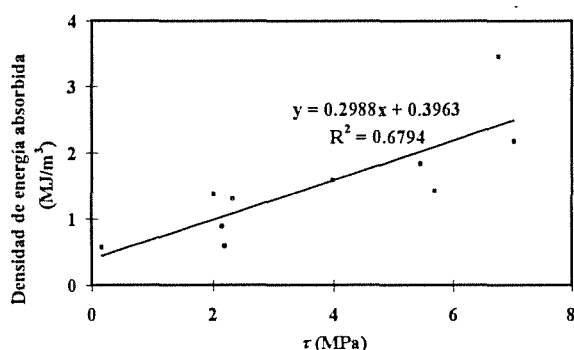


Fig. 1. CAS/SiC [(0/90)<sub>3</sub>]<sub>s</sub>. Relación entre la densidad de energía absorbida y la tensión de deslizamiento.

Por otro lado, es indispensable un análisis pormenorizado de la influencia de la tensión de deslizamiento de la intercara fibra-matriz en cada condición de temperatura y velocidad de deformación. Para ello, deben tenerse en cuenta dos factores fundamentales: la temperatura a la que se ha realizado el ensayo y el tiempo durante el que la intercara ha estado en contacto directo con el aire a lo largo del ensayo.

El valor de la tensión de deslizamiento fibra-matriz depende, en primer lugar, de las tensiones residuales, que provienen de la diferencia de coeficientes de dilatación térmica entre la fibra y la matriz (mayor en esta última). En el proceso de fabricación (la matriz se infiltra en estado líquido), el material se procesa a temperaturas superiores a la temperatura de transición vítrea de la matriz, con lo que, al enfriarse, ésta tiende a contraerse más que las fibras, produciéndose unas tensiones residuales que comprimen a la fibra. Así, al incrementarse la temperatura de ensayo, disminuyen las tensiones residuales y, por tanto, la intercara está menos comprimida por la matriz. Por tanto, es lógico

suponer que el valor de la tensión de deslizamiento debe disminuir con la temperatura.

Por otro lado, es también importante considerar que la intercara del CAS/SiC está compuesta fundamentalmente por carbono, que proviene de una reacción química espontánea, producida durante el proceso de fabricación [7]. Esta capa de carbono ejerce de lubricante entre la fibra y la matriz, de forma que disminuye el valor de la tensión de deslizamiento. Sin embargo, el carbono de la intercara, al entrar en contacto con el oxígeno a alta temperatura, reacciona y se convierte en CO ó CO<sub>2</sub>, quedando la intercara sin el elemento lubricante. En estas condiciones, se puede esperar que se produzca un incremento en el valor de la tensión de deslizamiento. Pero, al incrementarse la velocidad de deformación, el oxígeno está menos tiempo en contacto con el carbono, con lo que este fenómeno puede no producirse.

A temperatura ambiente, la tensión de deslizamiento permanece prácticamente constante hasta los 0'01 s<sup>-1</sup> de velocidad de deformación (en torno a 7'5 MPa); sin embargo, a 2 s<sup>-1</sup>, su valor se incrementa de forma significativa (hasta más de 9 MPa). Este fenómeno puede ser debido a la transición de un rozamiento estático a uno dinámico.

A 500° C, la relajación de tensiones residuales debería producir una reducción en los valores observados; sin embargo, a velocidad cuasi-estática, 0'0005 s<sup>-1</sup>, se observa que el valor (8'3 MPa) no sólo no ha disminuido sino que, incluso, aumenta respecto al observado a temperatura ambiente. Como ya se ha mencionado anteriormente, la causa de este aumento parece estar ligada a la oxidación del carbono presente en la intercara, que ejercía una función lubricante. Sin embargo, al aumentar la velocidad de deformación hasta 1 s<sup>-1</sup>, esta oxidación no tiene lugar por falta de tiempo (el ensayo dura unos 10 milisegundos), con lo que el valor de la tensión de deslizamiento cae hasta unos 5 MPa. Por tanto, a esta temperatura, influye más la presencia de la intercara de carbono que la aparición del rozamiento dinámico.

A 700° C no existen prácticamente tensiones residuales, con lo que la tensión de deslizamiento cae de forma importante (en torno a 3 MPa) para las dos condiciones de velocidad de deformación estudiadas. En este caso, al ser muy pequeñas las tensiones residuales, el efecto de la desaparición de la intercara de carbono es parecido al del rozamiento dinámico.

Finalmente, a 900° C, los mecanismos se complican de forma importante, debido a varios efectos. Por un lado,

a velocidad cuasi-estática ( $0'0005 \text{ s}^{-1}$ ), no llega a producirse deslizamiento en la intercara, debido a que ésta no se despega. En otros trabajos anteriores [10-11], se observó que la degradación de las fibras a esta temperatura da lugar a la formación de óxido de silicio en la intercara, que pega las fibras a la matriz, e impide la deflexión de la grieta. De hecho, en estas condiciones, el material presentó un comportamiento similar al de las cerámicas monolíticas. En este contexto, no tiene sentido hablar de deslizamiento fibra-matriz, con lo que los valores presentados para la tensión de deslizamiento ( $0'3 \text{ MPa}$ ) no tienen sentido físico.

Sin embargo, al incrementarse la velocidad de deformación, las fibras no llegan a degradarse por contacto con el oxígeno del aire, con lo que vuelve a tener sentido el hablar de deslizamiento en la intercara. En estas condiciones se han obtenido valores en torno a los  $3'3\text{-}3'4 \text{ MPa}$  para dos velocidades de deformación diferentes ( $0'01$  y  $2 \text{ s}^{-1}$ ). Estos valores se hallan en el orden de magnitud de los obtenidos a  $700^\circ \text{ C}$ , lo cual parece lógico, al hallarse ambas temperaturas cercanas a la temperatura de transición vítrea de la matriz ( $750\text{-}780^\circ \text{ C}$ ).

## 5. CONCLUSIONES

Se ha comprobado que existe una cierta correlación entre los valores de la tensión de deslizamiento de la intercara fibra-matriz y la densidad de energía absorbida en un ensayo. Esta relación es debida al espaciado de grietas de saturación de la matriz, directamente dependiente de la tensión de deslizamiento, y que además es uno de los principales contribuyentes al total de energía absorbida en un ensayo [12].

En los casos en los que el comportamiento del material no resulta pseudo-tenaz, éste no se ve afectado por la tensión de deslizamiento. Esto es debido a que, al no producirse la deflexión de la grieta en la intercara, no se produce el despegue de la misma y, por tanto, no tiene lugar el deslizamiento entre la fibra y la matriz.

## 6. 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.

## 7. REFERENCIAS

- [1] Aveston, J. et al.; "Single and multiple fracture", Proceedings of the National Physical Laboratory (IPC Science and Technology Press Ltd), pp. 15-25, 1971.
- [2] Kimber, A.C. y Keer, J.G., "On the Theoretical Average Crack Spacing in Brittle Matrix Composites Containing Continuous Aligned Fibres", *J. Mater. Sci. Lett*, 1, pp. 353-354, 1982.
- [3] Cao, H.C. y Thouless, M.D., "Tensile Tests of Ceramic Matrix Composites: Theory and Experiments", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 73, pp. 2091-2094, (1990).
- [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] Bunsell, A.R. y Berger, M.H., "Ceramic Fibre Development and Characterisation", *Key Engineering Materials*, 127-131, pp. 15-26, 1997.
- [6] Beyerle, D.S. et al., "Damage Mechanisms and the Mechanical Properties of a Laminated 0/90 Ceramic Matrix Composite". *J. Am. Ceram. Soc.*, 75(12) pp. 3321-3330, (1992).
- [7] Daniel, A.M., "Interfacial Properties of Fibre Reinforced Ceramic Matrix Composites", Tesis Doctoral, Centre for Advanced Materials Technology, Physics Department, University of Warwick, UK, 1994.
- [8] Puente, I. et al., "Mecanismos de fallo en CAS/SiC en función de la velocidad de deformación". *Anales de Mecánica de la Fractura*, 11, 1994, pp.354-359.
- [9] Puente, I. et al., "Variabilidad del CAS/SiC en ensayos de tracción", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 12, pp. 314-319, 1995.
- [10] Allen, R.F. et al., "Effect 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.
- [11] Puente, I., "Efecto de la temperatura y la velocidad de deformación en el comportamiento mecánico a tracción de un composite de matriz cerámica CAS/SiC", Tesis Doctoral, ESII de San Sebastián, Universidad de Navarra, 1997.
- [12] Puente, I. et al., "Energy Absorption in CAS/SiC Glass Ceramic Matrix Composite Tensile Tests", *Mat. Sci. & Tech.*, 1998, in press.