

Microestructura y comportamiento mecánico a altas temperaturas de cerámicas biomorficas de carburo de silicio

J. Martínez-Fernández*, F.M. Valera-Feria*, A. Domínguez-Rodríguez* y M. Singh**

Resumen

Las cerámicas respetuosas con el medio ambiente (ecocerámicas) son una nueva clase de materiales cerámicos fabricados a partir de madera natural (un recurso renovable). Estas cerámicas se fabrican mediante la pirólisis de la preforma de madera e infiltración de silicio líquido en esta, proceso de bajo coste y con poco cambio de forma. El material resultante tiene una microestructura compleja y propiedades multifuncionales. La microestructura antes y después de la deformación plástica a alta temperatura se estudió mediante microscopía electrónica de barrido. Estas cerámicas presentan regiones de silicio y de carburo de silicio que mantienen la microestructura fibrosa de la madera seleccionada, similar a la de un material compuesto de fibra continua. Esta estructura ha resultado poseer unas muy buenas propiedades mecánicas a la compresión en caliente, en la dirección de las fibras, ya que el proceso evolutivo la ha perfeccionado.

Palabras clave

Carburo de silicio. Biomórfico. Altas temperaturas. Microestructura.

Microstructure and high temperature compressive mechanical behavior of biomorphic silicon carbide-based ceramics

Abstract

Environment conscious ceramics (ecoceramics) are a new class of ceramic materials fabricated from natural wood (a renewable source). The affordable, net shape ceramics are fabricated by pyrolysis and molten silicon infiltration of wood preforms. The resulting materials have complex microstructure and multifunctional properties. The microstructure before and after high temperature plastic deformation was studied by scanning electron microscopy. These ceramics present regions of silicon and silicon carbide that follow the fibrous microstructure of the wood selected, resulting in a structure that resembles a continuous fiber composite. This structure results in very good mechanical properties as the evolutionary process has perfected it.

Keywords

Silicon carbide. Biomorphic. High temperature. Microstructure.

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años ha surgido un gran interés en el desarrollo de cerámicas y materiales compuestos basadas en carburo de silicio para una gran variedad de aplicaciones a altas temperaturas. Estos materiales tienen muy buena resistencia a alta temperatura, alta conductividad térmica, alta resistencia a choques térmicos y buena resistencia a la oxidación y corrosión. Una amplia variedad de procesos han sido desarrollados y utilizados para la fabricación de estos materiales, entre ellos los basados en infiltración. En estos procesos una preforma de carbón se infiltra con silicio líquido o aleacio-

nes de silicio^[1 y 2]. Las preformas de carbón con poros abiertos se han fabricado a partir de una mezcla de resina de alcohol y agentes formadores de poros. Estas cerámicas tienen propiedades interesantes para un gran número de aplicaciones. Los productos finales son materiales con buenas propiedades termomecánicas, microestructura controlable y bajo contenido de silicio residual^[3 y 4].

En este estudio la preforma de carbón de los estudios que se hace referencia en el párrafo anterior^[1 y 2] es sustituida por una preforma de carbón generada mediante pirólisis de madera. El uso de estructuras biológicas en el desarrollo de materiales ha sido de interés reciente^[5-10]. Este procedimiento

(*) Dpto. de Física de la Materia Condensada, Universidad de Sevilla, Apdo. 1065, 41080 Sevilla (España).

(**) MS 106-5, Ceramics Branch, NASA Glenn Research Center, Cleveland, OH 44135-3191, (EE.UU).

permitirá el uso de los métodos de procesado, bien establecidos, para desarrollar carburo de silicio biomórfico con un bajo contenido en silicio^[1 y 2]. Esta innovación introduce dos beneficios: primero la versatilidad para la fabricación de formas complejas, porque solo requerirá el modelado de la madera original; y en segundo lugar la alta resistencia y alta tenacidad asociada con la naturaleza fibrosa de la madera. Los canales interiores naturales de la madera permiten la infiltración de silicio dando lugar a un entramado de fibras de carburo de silicio después de la reacción con el carbón. La microestructura antes y después de la deformación plástica de estas cerámicas se presenta en este artículo.

2. PARTE EXPERIMENTAL

El carburo de silicio biomórfico fue fabricado por infiltración reactiva de silicio líquido en una preforma porosa de madera carbonizada (roble americano). La infiltración se hizo en vacío siguiendo el procedimiento convencional para el carburo de silicio formado mediante reacción^[1 y 2]. El producto final fue una estructura celular de carburo de silicio con "canales" elongados (Fig. 1) en la dirección axial de la madera original. Estos canales estaban bien vacíos o llenos con el silicio residual. Tras la infiltración, se cortaron y pulieron muestras para estudios metalográficos. Las observaciones de la microestructura fueron realizadas mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) usando un microscopio electrónico Philips XL-30 (Servicio de Microscopía, Universidad de Sevilla) en muestras brutas de fabricación y deformadas. Las muestras fueron deformadas en compresión a una velocidad de deformación constante de $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, a 1250 °C en aire. La deformación fue realizada usando una máquina Instron modelo 1185 con un horno montado en su estructura.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La densidad media del material bruto de fabricación, medida por el método de Arquímedes, fue de $2,05 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$. La cantidad de poros estimada mediante análisis de imagen, fue de un $29 \pm 6 \%$ del volumen. La cantidad de silicio residual y carburo de silicio se estimó ser de $26 \pm 6 \%$ y $45 \pm 6 \%$ respectivamente, a través de los valores previos y la densidad teórica del carburo de silicio y silicio ($3,211 \text{ g/cm}^3$ y $2,329 \text{ g/cm}^3$ respectivamente).

En la figura 1 se muestra la microestructura del material tal como se fabricó. La observación de las

secciones transversal y perpendicular del material permite determinar la estructura tridimensionalmente. Hay una distribución bimodal de poros que se corresponde con la distribución de canales en la madera original. Tanto los poros grandes como los pequeños se elongan en la misma dirección (la dirección axial). El alineamiento de estos poros/canales es muy bueno, tal como indican las secciones transversales perpendiculares (figura 1a) y paralelas a ellos (figura 1b).

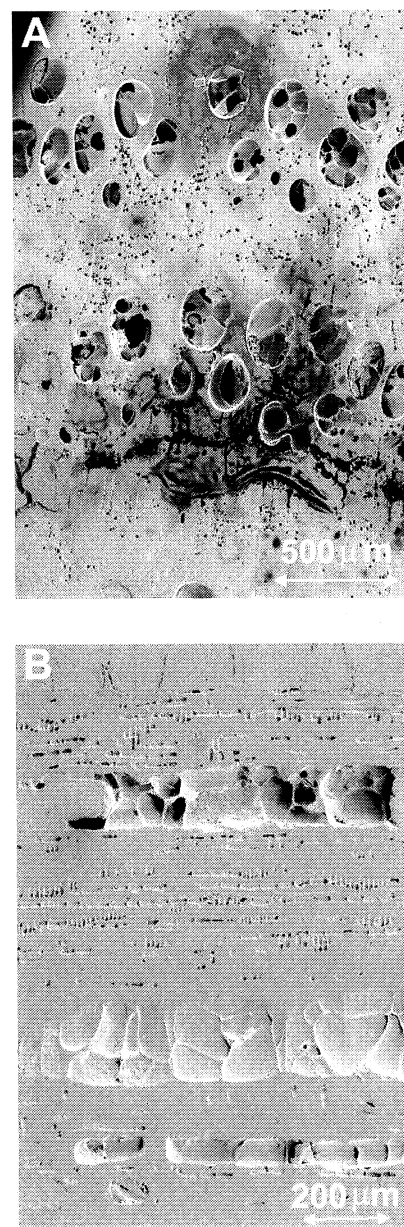


Figura 1. Micrografía realizada mediante MEB del material bruto de fabricación. A) Sección transversal perpendicular a la dirección axial, B) Sección transversal paralela a la dirección axial.

Figure 1. SEM micrographs of the as-fabricated material. A) Cross section perpendicular to the axial direction, B) cross section parallel to the axial direction.

La figura 2 muestra una región sin silicio de una muestra que fue llevada por encima del punto de fusión de silicio después de la fabricación. Es claro que el silicio líquido fue capaz de penetrar a través de los canales de carbón y reaccionar con el carbono formando una estructura de carburo de silicio. Debe notarse que las áreas del carburo de silicio están interconetadas formando una red.

Debido a su particular microestructura, esta cerámica presenta un comportamiento mecánico muy anisotrópico. Esta anisotropía puede apreciarse en la microestructura de las muestras tras la deformación. La figura 3a muestra una micrografía de bajo aumento de una muestra deformada axialmente, y en 3b se muestra un detalle de la propagación de una grieta. En estas micrografías puede verse que el carburo de silicio tiene una estructura en forma de fibras que no estaba clara en la observación de los materiales tal como se fabricaron (figura 1). El origen de esta estructura está relacionado con la formación del carburo de silicio alrededor de los capilares de la madera original, resultando en una unión muy fuerte de carburo de silicio a lo largo de estos canales y en una unión débil de regiones de carburo de silicio formadas en distintos canales. La microestructura puede verse entonces como formada por núcleos cilíndricos de carburo de silicio interconectados, llenos eventualmente con silicio sin reaccionar.

La deformación plástica produce la desunión de estas áreas cilíndricas de carburo de silicio dando lugar a la microestructura en forma de fibras observada. Estas estructuras de carburo de silicio en forma de fibra aumentan la tenacidad y carga que puede soportar el material. La figura 3b muestra

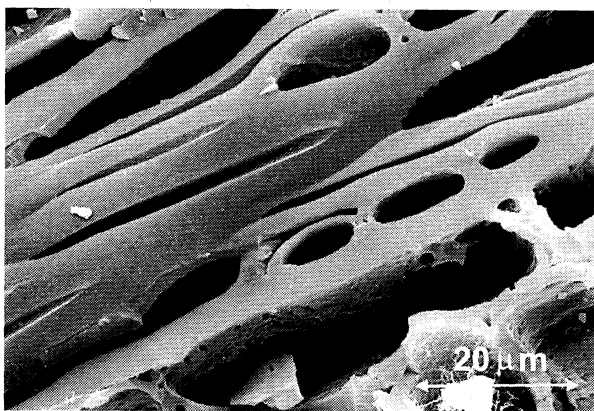


Figura 2. Detalle de un área libre de silicio donde la estructura de carburo de silicio puede observarse.

Figure 2. Detail of an area free of silicon where the silicon carbide structure can be observed.

Rev. Metal. Madrid 37 (2001)

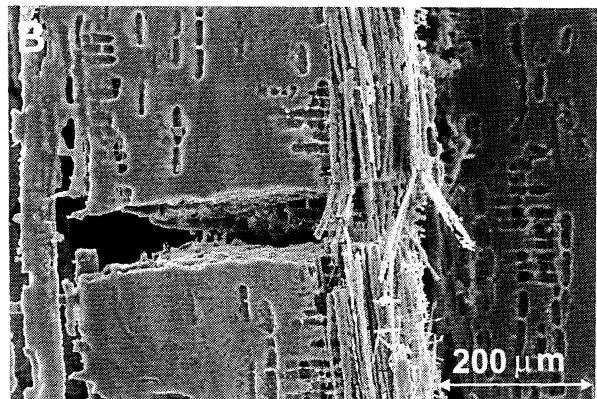
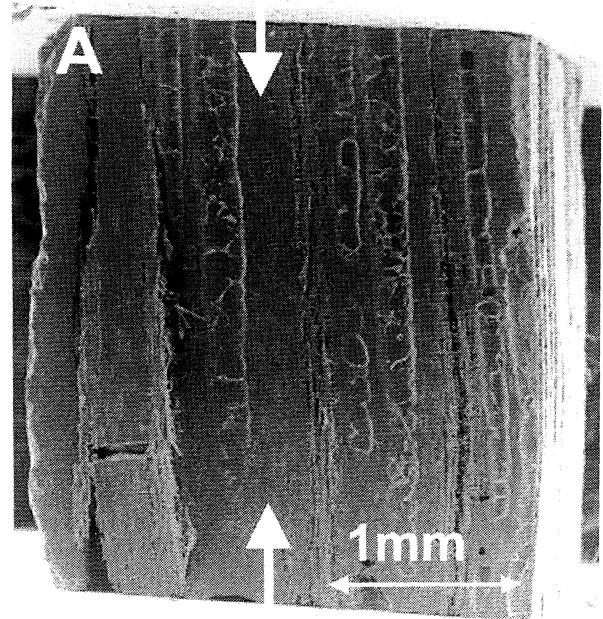


Figura 3. Micrografías de MEB del material tras la deformación plástica: A) Compresión a 1250 °C paralela a la dirección axial, y B) detalle de A mostrando como las estructuras de carburo de silicio en forma de fibra pueden producir puentado entre grietas.

Figure 3. SEM micrographs of the material after plastic deformation: A) Compression at 1250 °C parallel to the axial direction, and B) detail of A showing how the fiber-like silicon carbide structures can produce crack bridging.

como estas estructuras pueden producir puentes entre las grietas. Cuando la tensión se aplica perpendicularmente a la dirección axial, la microestructura resultante está formada por bandas deslizantes (figura 4, indicadas con flechas) que contienen las fibras de carburo de silicio. La resistencia es considerablemente menor (aproximadamente un cuarto como se indica en la figura 5) porque la tensión se aplica básicamente a la unión entre los distintos filamentos de carburo de silicio, siendo estas uniones mucho más débiles que los filamentos individuales.

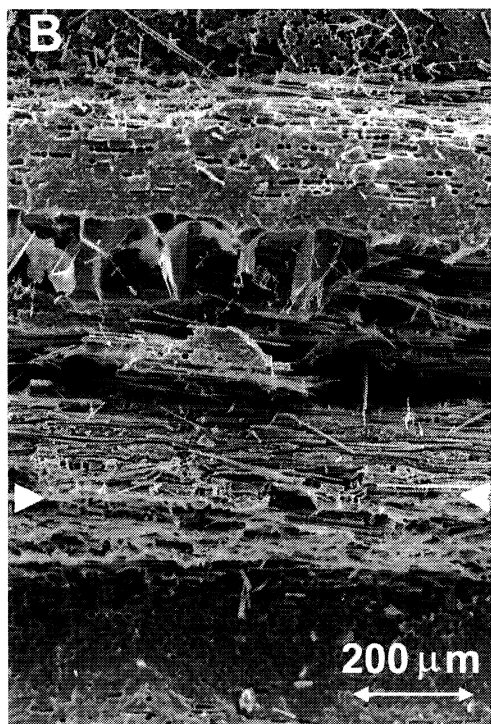
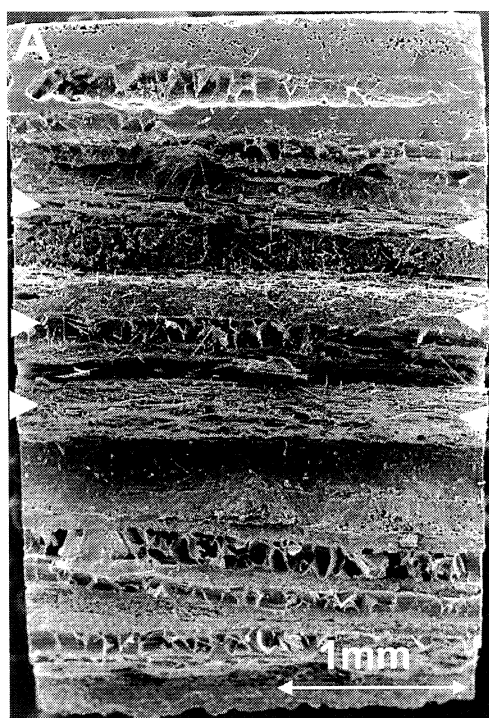


Figura 4. Micrografías de MEB del material tras la deformación plástica: A) Compresión a 1250 °C perpendicular a la dirección axial, y B) detalle de A mostrando como las estructuras de carburo de silicio en forma de fibra no crean ningún impedimento a la deformación plástica.

Figure 4. SEM micrographs of the material after plastic deformation: A) Compression at 1250 °C perpendicular to the axial direction, and B) detail of A showing how the fiber-like silicon carbide structures do not create any impediment to plastic deformation.

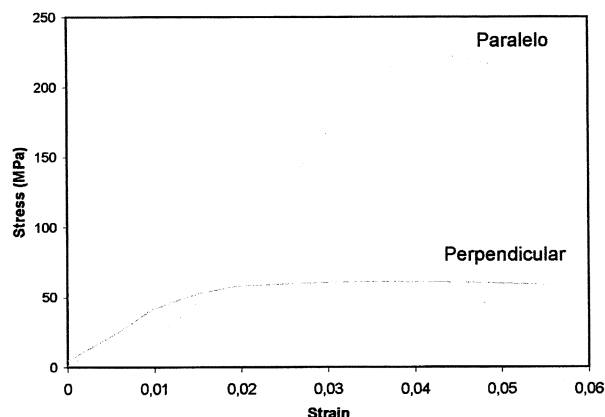


Figura 5. Gráfica carga-deformación de los ensayos de compresión a 1.250 °C paralela y perpendicular a la dirección axial.

Figure 5. Stress-strain plot of the compression tests at 1250 °C parallel and perpendicular to the axial direction.

4. CONCLUSIONES

La fabricación de carburo de silicio mediante la infiltración de carbón produce cerámicos biomórficos con una microestructura uniforme que se asemeja a la microestructura del precursor de madera. Esta microestructura es similar a la microestructura de los materiales compuestos de fibra continua y pueden dar lugar a una alta tenacidad y resistencia combinado con una rotura no catastrófica.

Agradecimientos

La investigación fue subvencionada por el proyecto FEDER 1FD97-2332.

REFERENCIAS

- [1] M. SINGH y D.R. BEHRENDT, *J. Mater. Res.* Vol. 9 (1994) 1701-708.
- [2] M. SINGH y D.R. BEHRENDT, *Mater. Sci. Eng. A* 194 (1995) 193-200.
- [3] M. SINGH y D.R. BEHRENDT, *Mater. Sci. Eng. Vol. A* 187 (1994) 183-187.
- [4] A. MUÑOZ, J. MARTÍNEZ FERNÁNDEZ, A. DOMÍNGUEZ-RODRÍGUEZ y M. SINGH, *J. Eur. Ceram. Soc.* Vol. 18 (1998) 65.
- [5] J.E. MARK y P.D. CALVERT, *Mater. Sci. Eng. Vol. C1* (1994) 159.
- [6] M. ALPER, *Mater. Res. Bull.* Vol. 17 (1992) 53.
- [7] T. OTA, M. TAKAHASHI, T. HIBI, M. OZAWA y H. SUZUKI, *J. Am. Ceram. Soc.* Vol. 78 (1995) 3409.
- [8] P. GREIL, T. LIFKA y A. KAINDL, *J. Eur. Ceram. Soc.* Vol. 18 (1998) 1961-1973.
- [9] J. MARTÍNEZ FERNÁNDEZ, F.M. VALERA-FERIA y M. SINGH, enviado a *Scr. Mater.*
- [10] M. SINGH, enviado a *Cocoa Beach proceedings* (2000).