

# MODELIZACION DE TENSIONES RESIDUALES EN EL COMPUESTO CERÁMICO $Al_2O_3/SiC$ : INFLUENCIA DE LA ESTRUCTURA CRISTALOGRAFICA DE LAS FIBRAS DE SiC

M. A. Bertinetti, J. Signorelli, R.E. Bolmaro y P.A. Turner

Instituto de Física Rosario - Fac. Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura. CONICET - UNR. Bv. 27 de febrero 210 bis. 2000. Rosario. Argentina.  
e-mail: mageli@ifir.ifir.edu.ar

El análisis de mediciones de tensiones residuales por difracción de neutrones en un compuesto cerámico  $Al_2O_3/SiC$  presenta cierta incertidumbre debido a la dificultad de determinar con exactitud la estructura cristalográfica del SiC. Diferentes politipos de SiC han sido observados experimentalmente y dos estructuras pueden ser distinguidas: cúbica ( $\beta$ ) y hexagonal o romboédrica ( $\alpha$ ). La dificultad de determinar claramente la estructura radica en la superposición de determinados picos de difracción pertenecientes a diferentes estructuras cristalinas.

La evidencia experimental es ambigua, ya que se observa la presencia de picos {311} (correspondientes a la variedad cúbica) que no tienen analogía en la estructura hexagonal. En consecuencia una hipótesis realista del problema es considerar la presencia simultánea de ambos politipos de fibras en el compuesto.

Las tensiones residuales son calculadas haciendo uso del esquema de la inhomogeneidad elástica de Eshelby<sup>(1)</sup>, y la interacción entre fibras se resuelve bajo una aproximación directa<sup>(2,3)</sup>. Utilizando el modelo de cálculo mencionado se calcula la dependencia del nivel de tensiones residuales en alúmina reforzada con fibras de SiC en función de la presencia relativa de los distintos politipos de SiC, y para una determinada distribución de fibras. Con la presente aproximación se muestra que, para una correcta interpretación y comparación de tensiones residuales con valores obtenidos experimentalmente, es necesario tener en cuenta en la modelización simultáneamente el corrimiento y ensanchamiento de los picos de difracción como resultado de las tensiones presentes.

Residual stress analysis by neutron diffraction in  $Al_2O_3/SiC$  composites poses uncertainties due to the difficulties in accurate determination of SiC crystal structure. Different polytypes of SiC have been experimentally observed and two main structures can be distinguished: cubic ( $\beta$ ) and hexagonal or rhombohedral ( $\alpha$ ). The experimental difficulty stems from the almost perfect overlapping of many diffraction peaks belonging to different structures.

The experimental evidence is ambiguous because some {311} peaks, belonging to the cubic variety and not having counterpart in hexagonal structure, are observed. A realistic hypothesis of the problem is to consider the simultaneous presence of both fiber polytypes in the composite.

The residual stresses are calculated by using the elastic inhomogeneity Eshelby model<sup>(1)</sup>, and the interaction problem among fibers is solved by direct approach<sup>(2,3)</sup>. The residual stresses in SiC fiber reinforced alumina are calculated depending on the relative presence of both polytypes and for different fiber distributions. We show that, for a correct interpretation and comparison with the experimental residual stresses, it is necessary to simultaneously take in account the peak shift and broadening produced as a result of the existent stresses.

## I Introducción

El cerámico SiC es utilizado en el endurecimiento de cerámicos y aleaciones metálicas livianas por ser considerado un material con gran potencial en aplicaciones a altas temperaturas. En consecuencia, es de interés tecnológico tener un conocimiento completo de la microestructura y de las propiedades anisótropas del mismo.

El SiC existe en diferentes politipos, los cuales están estructuralmente relacionados, y consisten en una mezcla de secuencias de apilamiento cúbica y hexagonal. En la secuencia de capas de apilamiento cúbico, C, la tercer capa no está directamente encima de la primera, mientras que en la hexagonal, H, las capas alternadas están una sobre la otra. Debido a que existe un número casi infinito de combinaciones de las secuencias C y H, aproximadamente cien politipos han sido identificados, ya que cada uno tiene una única combinación de las mismas. La estructura cúbica, 3C, es conocida como  $\beta$ -SiC, y varias estructuras hexagonales o romboédricas,

2H, 4H, 6H, 15R, son conocidas como  $\alpha$ -SiC. Experimentalmente se ha observado que cuando el  $\beta$ -SiC es expuesto a elevadas temperaturas (del orden de 2000°C), en el mismo aparecen estructuras correspondientes al politipo<sup>(5)</sup>  $\alpha$ . Esta falta de uniformidad en la estructura cristalina complica la interpretación de datos sobre textura de compuestos reforzados con fibras de SiC, obtenidos tanto por la técnica de difracción de neutrones como por rayos X.

En trabajos previos se calcularon las propiedades térmicas efectivas y las tensiones residuales en el compuesto cerámico-cerámico SiC/ $Al_2O_3$ , y la implementación de los mismos se llevó a cabo asignando simetría hexagonal o cúbica a las fibras de refuerzo<sup>(6,8)</sup>. Sin embargo, debido a las particularidades de este cerámico, es necesario considerar la presencia de ambos politipos en la predicción de las propiedades termoelásticas efectivas y tensiones de origen térmico en las fibras. Tomé et al.<sup>(9)</sup> muestran la influencia de considerar una indexación cúbica o hexagonal de los

planos. Trabajos previos de los autores<sup>(7,8)</sup> mostraron que, bajo el modelo utilizado, no es posible establecer una correlación clara entre los valores experimentales y simulados, aún cuando se considere el caso de la presencia simultánea de ambos politipos.

En el presente trabajo se muestra que la interpretación y modelización de las tensiones residuales en este compuesto no sólo deben tener en cuenta la fracción de volumen del material en condiciones de difracción, el factor de estructura relativo de los planos que presentan un casi idéntico  $d_0$  y la presencia de más de una variedad cristalina, sino también debe considerarse

SiC<sup>(4)</sup>

	$\alpha_{11,22} \text{ } ^\circ\text{K}^{-1}$	$\alpha_{33} \text{ } ^\circ\text{K}^{-1}$	$C_{11}$	$C_{33}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{44} \text{ (GPa)}$
6H	$4.45 \cdot 10^{-6}$	$4.06 \cdot 10^{-6}$	479	521	98	55	148
3C	$4.45 \cdot 10^{-6}$	$4.45 \cdot 10^{-6}$					

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>(4)</sup>

Módulo de Young	Poisson	$\alpha_{11} \text{ } ^\circ\text{K}^{-1}$
391(GPa)	0.24	$8.8 \cdot 10^{-6}$

### III. Textura

Como se discute en un trabajo previo<sup>(8)</sup>, en el compuesto cerámico SiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> existe superposición entre diferentes picos de difracción correspondientes a un mismo politipo o entre picos que presentan un mismo espaciamento interplanar ligados a diferentes politipos. La determinación experimental de la distribución de fibras en el compuesto es realizada a través de la medición de la figura de polos asociada a una reflexión alrededor de 2.51 Å. La variedad cúbica 3C presenta la dirección cristalográfica (111) como dirección de crecimiento, es decir que esta dirección coincide con el eje mayor de la fibra, mientras que en

la dispersión de los valores de espaciamento  $d_{hkl}$  (ancho y de altura de pico) obtenidos una vez deformado el material.

### II Formulación

Las tensiones residuales son calculadas haciendo uso del esquema de la inhomogeneidad elástica de Eshelby<sup>(1)</sup>, y el problema de interacción entre fibras se resuelve bajo una aproximación directa<sup>(2,3)</sup>. La distribución de orientaciones de fibras es descrita a través de una función gaussiana  $\rho(\phi, \varphi, \omega)$ . Las propiedades térmicas y elásticas de fibras y matriz utilizadas son las siguientes:

el caso de la variedad hexagonal la normal al plano basal (0006) es paralela al eje de la fibra. Para este valor de espaciamento el compuesto SiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> presenta los siguientes planos cristalográficos: planos {111} si la indexación es cúbica y los planos (0006) y {1012} ( $\Delta d_0$  0.0006Å) en caso de indexación hexagonal. Este último plano en general no es tenido en cuenta en la interpretación de los datos experimentales, si bien, debido a su multiplicidad su contribución, a priori, no debería ser despreciada.

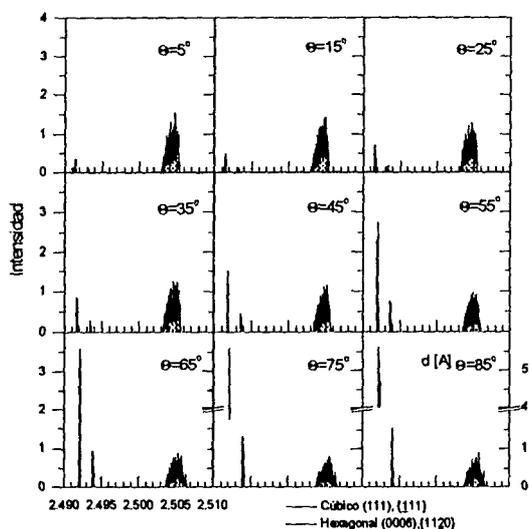


Figura 1: Evolución de la intensidad en función de la dirección de observación para un espaciamento en torno a 2.50Å después de un enfriamiento hasta temperatura ambiente. La escala fue seleccionada de modo de poner de manifiesto los efectos de ancho de pico.

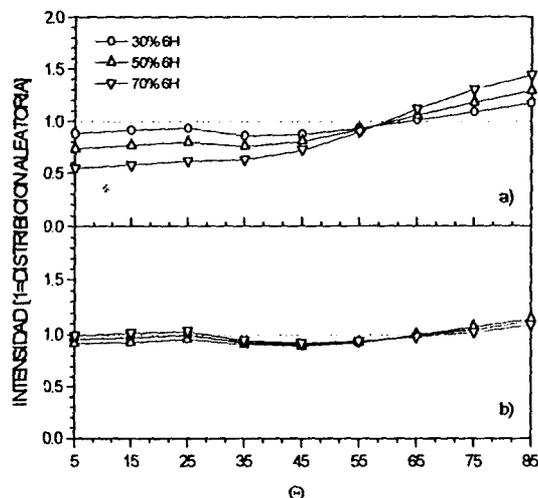


Figura 2: Figura de polos de intensidad integrada de los planos:

- a) cúbicos (111), (111) y hexagonal (0006)
- b) cúbicos (111), (111) y hexagonales (0006), (1012) para distintas fracciones volumétricas de politipo.

A efectos de comprender la influencia de los diversos planos que contribuyen a la intensidad medida, se simuló el espectro de difracción asociado a los planos:  $\{111\}$ ,  $\{1\bar{1}1\}$  cúbicos y  $\{0006\}$ ,  $\{10\bar{1}2\}$  hexagonal. La figura 1 muestra la evolución de las intensidades que presenta cada pico en manera individual en función de la posición de observación ( $\Theta=0^\circ$  se corresponde con la dirección de compresión y  $\Theta=90^\circ$  es perpendicular a ésta). A los fines ilustrativos se supuso una distribución gaussiana para las orientaciones de fibras, la cual presenta simetría de revolución y un desvío  $\sigma$  de aproximadamente  $50^\circ$  en torno a  $\Theta=90^\circ$ . La temperatura a la cual el material se supone libre de tensiones internas fue fijada en  $1600^\circ\text{C}$  y es resultado de una extrapolación no lineal de los datos de tensiones residuales informados por Majundar et al.<sup>(4)</sup>

En la figura 2 se presentan las intensidades integradas correspondientes a los picos anteriormente mencionados, en la parte a) no son considerados los planos  $\{10\bar{1}2\}$ , mientras en la b) se incluye la contribución de esta familia de planos. En la misma puede observarse que en materiales sometidos a 'hot-pressing' la textura de las fibras no necesariamente se corresponde con una distribución planar aleatoria.

De las figuras anteriores es claro que los modelos que describen los efectos de orientación y propiedades anisótropas de las fibras de SiC deben necesariamente

considerar un cierto grado de irregularidad en la estructura cristalina del mismo (politipos).

#### IV. Tensiones residuales

La falta de uniformidad en la estructura cristalina complica la interpretación de las mediciones realizadas en compuestos reforzados con fibras de SiC. En un trabajo previo<sup>(2)</sup> se presentaron predicciones de tensiones residuales de origen térmico, y se analizaron las razones de la falta de acuerdo entre los valores calculados y medidos en función de las propiedades elásticas de la fibra. Este desacuerdo entre ambos llevó a realizar una simulación de los espectros de difracción con la finalidad de obtener mayor información sobre la naturaleza de los mismos, ya que de los datos medidos no es posible inferir qué planos dentro de cada familia (para cada politipo) contribuyen a la formación de los picos característicos de cada espectro. En cada uno de ellos se analizaron las siguientes características: intensidad (altura del pico) y resolución (separación). El estudio se implementó considerando distintas fracciones de politipos hexagonal y cúbico, para una distribución de orientaciones de fibras aleatoria en el plano de compresión y un desvío estándar en la dirección normal a dicho plano caracterizado por  $\sigma = 0.6$  (aprox.  $50^\circ$ ).

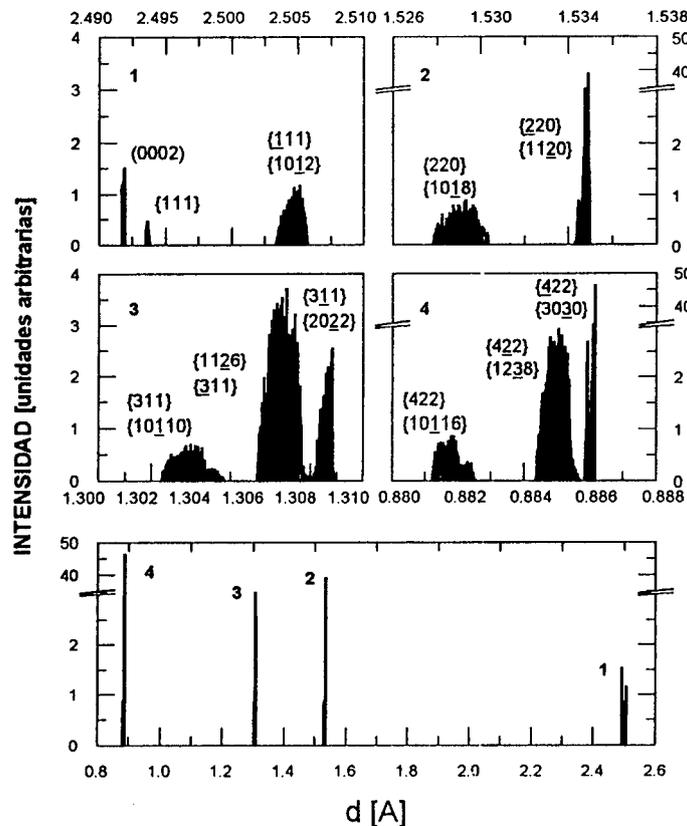


Figura 3: Espectro de difracción para una combinación de politipo cúbico y hexagonal (70%)

**TABLA**

h	k	l	$d_0$ [Å]	h	k	i	l	$d_0$ [Å]
1	1	1	2.5092	0	0	0	6	2.5092
-1	1	1	2.5092	1	0	-1	2	2.5098
2	2	0	1.5365	1	0	-1	8	1.5367
-2	2	0	1.5365	1	1	-2	0	1.5370
3	1	1	1.3104	1	0	-1	10	1.3105
-3	1	1	1.3104	1	1	-2	6	1.3107
3	-1	1	1.3104	2	0	-2	2	1.3107
4	2	2	0.8871	3	0	-3	0	0.8874
-4	2	2	0.8871	1	0	-1	16	0.8872
4	-2	2	0.8871	1	2	-3	8	0.8873

La figura 3 muestra el espectro de difracción correspondiente a la distribución de fibras mencionada, para el caso particular de una fracción volumétrica de 30% para el politipo cúbico y 70% para el hexagonal. La simulación se efectuó considerando conjuntos de familias de planos cuyos espaciamentos interplanares  $d_0$  son similares, como se muestra en la tabla. De la representación conjunta de los cuatro grupos, puede inferirse que la intensidad característica de cada conjunto puede ser interpretada claramente como aquella del pico de mayor intensidad, excepto en el caso 1 donde la misma puede ser interpretada como un promedio de ambos picos.

**V. Conclusiones**

La interpretación de las tensiones residuales debe especialmente tener en cuenta la dispersión de los valores de espaciamiento  $d$  (altura y ancho de cada pico), además de los factores analizados anteriormente: distribución de orientaciones de las fibras, anisotropía elástica y térmica de las fibras, presencia de distinta fracción de volumen de politipos.

Los datos experimentales usualmente adolecen de una descripción tan detallada como para tener en cuenta el fenómeno de "split" de orientaciones. Un difractograma completo para cada zona del espectro ayudaría a resolver los datos experimentales con el método de cálculo.

**Referencias**

1. J.D.Eshelby, *Proc.R.Soc.London*, **A 241**, 376-96 (1957)
2. Y.Benveniste, *Mechanics of Materials*, **6** 147-157 (1987)
3. M.Bertinetti, A.Roatta, P.Turner y R.Bolmaro, *Actas 80° AFA* (1995)
4. S.Majundar, D.Kupperman and J.Singh, *J.Am. Ceram. Soc.*, **71** [10] 858-63 (1988)
5. Z.Li and R.Bradt, *J.Am. Ceram. Soc.*, **70** [7] 445-48 (1987)
6. M.Bertinetti, P.Turner, R.Bolmaro and C.Tomé, *J.Am. Ceram. Soc.*, **79** 1466-72 (1996)
7. J.Signorelli, M.Bertinetti y P.Turner, *Notimat/Materia* 96 (1996)
8. J.Signorelli, M.Bertinetti y P.Turner, **81° AFA** (1996)  
C.Tomé, M. Bertinetti and S. MacEwen, *J.Am. Ceram. Soc.*, **73** [11] 3428-32 (1990)

CEILAP  
CITEFA · CONICET  
ZUFRIATEGUI Y VARELA  
1603 · VILLA MARTELLI  
REPUBLICA ARGENTINA