



INSTITUTO TECNOLÓGICO de saltillo



CARTEL 10

DUREZA Y MÓDULO ELÁSTICO TRANSVERSAL POR NANOINDENTACIÓN ESFÉRICA Y CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE FIBRAS CERÁMICAS DE SiC

*J.A. Bencomo-Cisneros, J.E. Ledezma-Sillas, A. Hurtado-Macias,
R. Martínez-Sánchez, A. Díaz-Díaz, J.M. Herrera-Ramírez*

CENTRO DE INVESTIGACION EN MATERIALES AVANZADOS (CIMAV),
LABORATORIO NACIONAL DE NANOTECNOLOGIA

SALTILLO, COAHUILA 23, 24 Y 25 DE OCTUBRE DEL 2013.

Dureza y Módulo elástico transversal por nanoindentación esférica y caracterización microestructural de fibras cerámicas de SiC

J.A. Bencomo-Cisneros^a, J.E. Ledezma-Sillas^a, A. Hurtado-Macias^a, R. Martínez-Sánchez^a, A. Díaz-Díaz^a, J.M. Herrera-Ramírez^a

^a*Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), Laboratorio Nacional de Nanotecnología, Miguel de Cervantes No.120, 31109 Chihuahua, Chih., México.*

Resumen

Las fibras Hi-Nicalon son materiales cerámicos que pueden ser utilizados satisfactoriamente para reforzar materiales compuestos, su función es proporcionar las propiedades mecánicas del material compuesto. En este estudio, las fibras cerámicas se ensayaron para conocer su módulo de elasticidad y dureza en la dirección radial. Se llevaron a cabo ensayos de nanoindentación para obtener las propiedades mecánicas anteriormente descritas, el indentador utilizado fue una punta de diamante esférica con un radio de 1 μm . Se propuso un método para montar la fibra, el cual consiste en la colocación de la fibra sobre un sustrato de silicio, fijada horizontalmente con resina epóxica. Los resultados mostraron que el módulo de elasticidad tiene un valor de 115.2 GPa y una dureza de 18.1 GPa. Las fibras fueron caracterizadas microestructuralmente mediante difracción de rayos X, los resultados son presentados.

Abstract

Hi-Nicalon fibers are ceramic materials that can be successfully used to reinforce composite materials; their function is providing the mechanical properties to the composite. In this study, the ceramic fibers were tested to know their elastic modulus and hardness in the radial direction. Nanoindentation tests were conducted to obtain those mechanical properties, the indenter used was a spherical diamond tip with radius of 1 μm . A method of fiber mounting was proposed, which consists in placing the fiber on a silicon substrate, horizontally fixed with epoxy resin. Results showed that the elastic modulus has a value of 115.2 GPa and a hardness of 18.1 GPa. Fibers were characterized by X-ray diffraction, the results are presented.

Palabras clave: Dureza. Módulo de elasticidad. Nanoindentación.

Introducción

Actualmente es bien sabido que las fibras cerámicas continuas presentan un atractivo paquete de propiedades. Ellas combinan una alta resistencia y módulo elástico con una gran capacidad de resistencia a altas temperaturas. Estas características hacen de las fibras un material atractivo principalmente como refuerzo en materiales estructurales para ser utilizados en ambientes con elevadas temperaturas [1]. En consecuencia, las fibras cerámicas policristalinas de carburo de silicio (SiC) en forma de filamentos continuos se han producido y comercializado ampliamente durante más de 30 años [2]. Su principal aplicación es como material de refuerzo en materiales compuestos, que están destinados a ser utilizados en temperaturas superiores a los 1000°C. Las propiedades sobresalientes de las fibras de SiC son su alto módulo elástico, su resistencia a la termofluencia, su estabilidad térmica, su alta resistencia a la oxidación y a los ataques térmicos. Los materiales compuestos obtenidos mediante el refuerzo con fibras de SiC presentan excelentes propiedades termomecánicas, lo que los hace altamente eficientes para ser utilizados como materiales estructurales. La característica que hace que los compuestos sean más atractivos que otros materiales, es su capacidad de proporcionar alta resistencia y rigidez con pesos más bajos que el de los materiales convencionales, la reducción en peso permite mejoras significativas en aplicaciones militares y civiles. En este estudio se llevaron a cabo ensayos de nanoindentación en la dirección radial de las fibras, con el fin de conocer las propiedades mecánicas descritas anteriormente; previo a esto, las fibras fueron caracterizadas microestructuralmente por medio de difracción de rayos X (DRX), para conocer su estructura cristalina y compararla con la reportada en la literatura. Nanoindentación es una técnica de caracterización mecánica que ha emergido como un método importante para la evaluación de la respuesta mecánica de pequeños volúmenes de material y películas delgadas sometidas a carga. Esta técnica está basada en el registro continuo de la fuerza aplicada y el desplazamiento resultante de un indentador durante todo un ciclo completo de carga y descarga, mediante el control de la fuerza aplicada o bien del desplazamiento obtenido [3].

Materiales y procedimiento experimental

Las fibras utilizadas en este estudio fueron fibras cerámicas de SiC, específicamente fibras Hi-Nicalon, producidas por Nippon Carbon Co., Ltd. (NCK) de Japón. Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos son función de las propiedades mecánicas del material de

refuerzo, por tal razón, es necesario llevar a cabo estudios de caracterización mecánica de las fibras antes de utilizarlas como material de refuerzo. Para obtener imágenes superficiales de las fibras como son recibidas, la preparación de muestras consistió en cortar fibras de un carrete en tramos de 4 cm de longitud, colocarlas sobre una placa metálica de 4 x 5 cm y sujetarlas mediante cinta de cobre que sirve de sujeción y además para hacer conductora la muestra (figura 1a), a continuación estas muestras fueron analizadas en un microscopio electrónico de barrido (MEB) JEOL JSM 7401 F donde se obtuvieron las imágenes, así como la medición de su diámetro (figura 1b), esto con el fin de conocer su variación a lo largo de la fibra, y obtener información acerca de su geometría transversal. Para la caracterización estructural, las fibras fueron preparadas montándolas paralelamente unas con otras entre dos tramos de papel Bristol. La caracterización fue llevada a cabo mediante la técnica de difracción de rayos X en un difractómetro marca PANalytical modelo X'Pert PRO MPD, donde las fibras fueron analizadas bajo tres condiciones: haciendo incidir el haz paralelamente a ellas, perpendicular a ellas y haciéndolas girar. Para llevar a cabo los ensayos de nanoindentación, se cortaron tramos de fibras de 1 cm de longitud y se colocaron sobre un sustrato rígido de silicio, fijándolas horizontalmente al silicio mediante resina epóxica, con el fin de evitar movimientos laterales de las fibras (figura 2). El paso siguiente consistió en hacer la calibración del equipo de acuerdo a lo descrito en los estándares ISO 14577. Las indentaciones fueron llevadas a cabo a temperatura ambiente en un nanoindentador G200 de Agilent Technologies, usando el modo de indentación G-Series XP cycles, con un indentador esférico de 1 μm de radio. Tomando la información de la curva P-h obtenida en un ciclo completo de carga y descarga, el método de Oliver y Pharr [4] fue utilizado para determinar la dureza y el módulo elástico. Las curvas P-h fueron obtenidas mediante indentaciones donde la carga máxima aplicada fue de 10 mN. Los parámetros experimentales que pueden ser extraídos de las curvas P-h son: la carga máxima aplicada ($P_{\text{máx.}}$), el desplazamiento máximo obtenido ($h_{\text{máx.}}$) y la rigidez elástica de contacto (S), definida como la pendiente de la etapa inicial de la descarga (figura 3).

Resultados

La figura 1b muestra una micrografía MEB de las fibras como son recibidas, las cuales aparentan ser cilindros esencialmente lisos, sin embargo se observan algunos defectos en la superficie, las cuales parecen provenir del proceso de fabricación de la fibra. En esa misma figura se muestran algunas mediciones del diámetro en la superficie, el diámetro fue variable a lo largo de la longitud de la fibra, esto coincide con lo reportado en [5]; el diámetro promedio

obtenido fue de 15.8 micras. La figura 4 muestra los difractogramas de rayos X obtenidos, donde las intensidades y los ángulos de difracción son graficados; los picos característicos de los tres ensayos no presentan diferencias significativas entre ellos, lo cual sugiere que se trata de un material isotrópico. Los patrones de difracción fueron relacionados con la ficha 01-075-0254 del Joint Committee on Powder Diffraction Standards en el software de análisis **HighScore Plus**. Los picos de difracción son representativos de una estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC), lo cual corresponde con lo reportado en la literatura [6]. Empleando la fórmula de Scherrer se obtuvo un valor de parámetro de red de alrededor de 0.4356 nm.

La figura 5 corresponde a una curva P-h obtenida en los ensayos realizados, a partir de ella fueron obtenidas la dureza (H) y el módulo elástico (E_s) mediante la aplicación del método de Oliver y Pharr. El cálculo consistió en emplear las ecuaciones 1 a 7.

$$P = \beta (h - h_f)^m \quad (1)$$

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = \beta m (h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (2)$$

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (3)$$

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (4)$$

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (5)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (6)$$

$$E_s = (1 - \nu_s^2) \left(\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \right)^{-1} \quad (7)$$

En donde:

P : carga de indentación

$P_{m\acute{a}x}$: máxima profundidad de indentación

A : área proyectada de contacto

β : constante del indentador

- m : exponente de la ley de potencias
 h : profundidad de penetración
 h_f : profundidad residual
 $h_{m\acute{a}x}$: máxima profundidad de penetración alcanzada durante el ensayo
 h_f : profundidad residual
 h_c : profundidad de contacto
 \mathcal{E} : constante geométrica del indentador
 S : rigidez de contacto (calculada en la descarga)
 E_r : módulo elástico reducido
 ν_s : relación de Poisson de la muestra ensayada (fibra)
 E_s : módulo elástico de la muestra
 ν_i : relación de Poisson del indentador
 E_i : módulo elástico del indentador

La tabla 1 resume los valores de las propiedades, los cuales corresponden a un promedio de 30 indentaciones realizadas a lo largo de la parte central de las fibras, según se muestra en la figura 2.

Conclusiones

En este estudio fueron caracterizadas microestructural y mecánicamente fibras de SiC Hi-Nicalon. La estructura cristalina obtenida mediante DRX corresponde a una estructura FCC. Las propiedades mecánicas fueron medidas en la dirección transversal de las fibras mediante nanoindentación esférica. Para llevar a cabo las indentaciones, se propuso un método de montaje de una fibra unitaria, el cual consiste en emplear un sustrato rígido de silicio, así como una resina epóxica como material de soporte de la fibra. Los valores de las propiedades mecánicas son muy similares a lo largo de toda la longitud de las fibras. Nanoindentación es una técnica de caracterización útil para obtener las propiedades mecánicas en la dirección transversal de fibras cerámicas, donde no es posible aplicar las técnicas convencionales debido a la escala de longitud del material.

Referencias

- [1] K.K. Chawla, Composite Materials, Science and Engineering, 3rd edition, Springer, New York, 2012.
- [2] A.R. Bunsell, P. Schwartz, Handbook of tensile properties of textile and technical fibres, Woodhead Publishing, 2009.
- [3] D.A. Lucca, K. Herrmann, M.J. Klopstein, CIRP Annals - Manufacturing Technology, 59 (2010) 803-819.
- [4] W.C. Oliver, G.M. Pharr, J. Mater. Res. 7, (1992) 1564-1583.
- [5] T. Morimoto, T. Ogasawara, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 37 (2006) 405-412.
- [6] G. Gouadec, P. Colomban, Journal of the European Ceramic Society, 21 (2001) 1249-1259.

Figuras

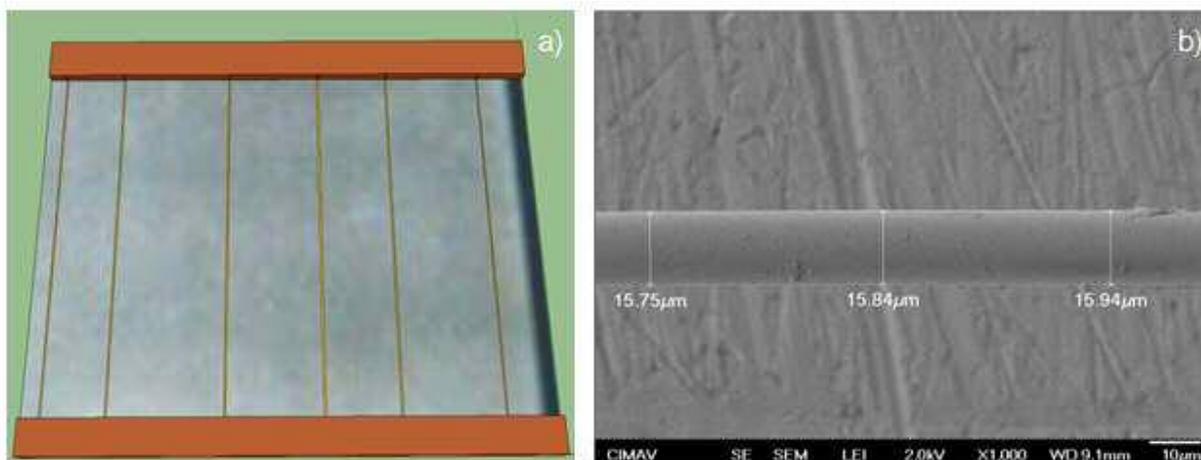


Figura 1. a) Fibras montadas sobre una placa metálica y b) Micrografía MEB mostrando la superficie de la fibra y medición el diámetro.

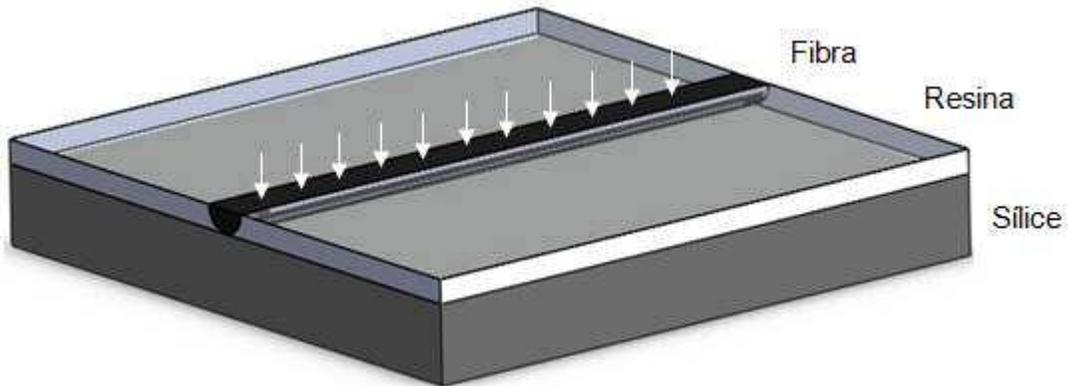


Figura 2. Modelo virtual que representa a una fibra montada sobre sustrato de silicio, lateralmente soportada con resina epóxica. Las flechas indican la ubicación de las indentaciones.

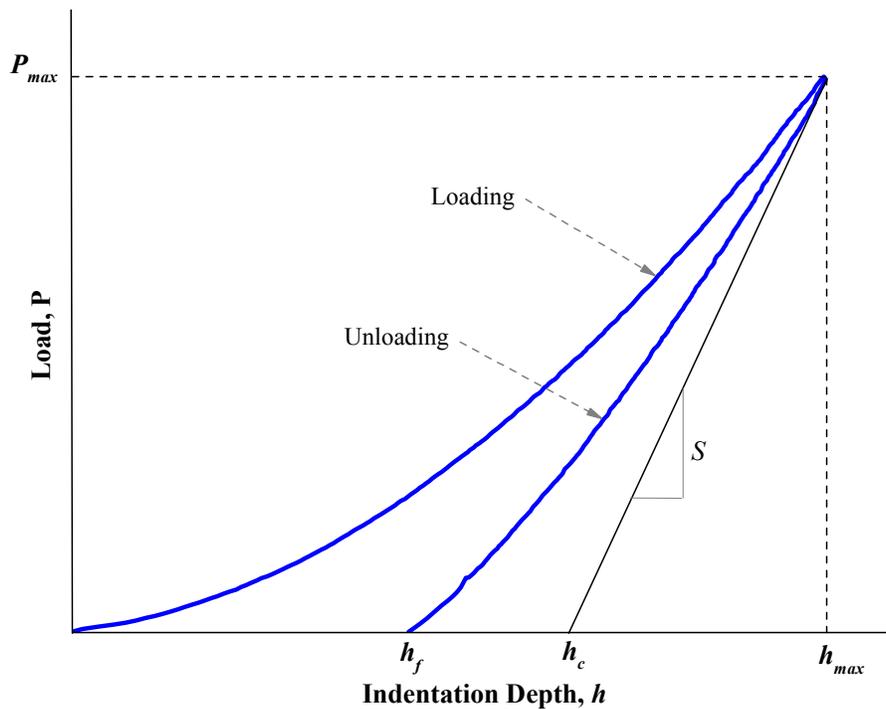


Figura 3. Parámetros obtenidos de una curva carga-desplazamiento de un ensayo de nanoindentación.

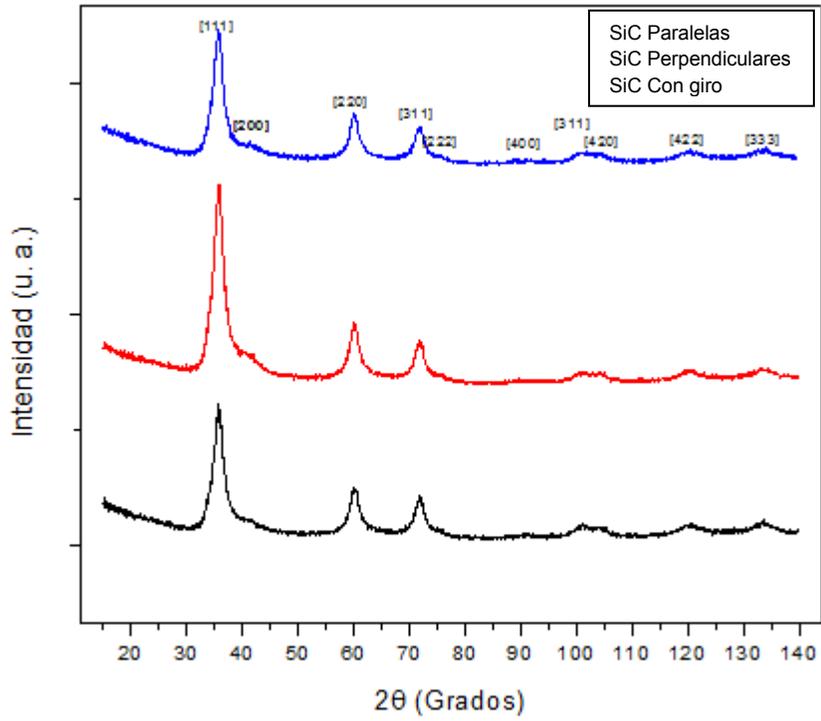


Figura 4. Patrones de difracción de rayos X.

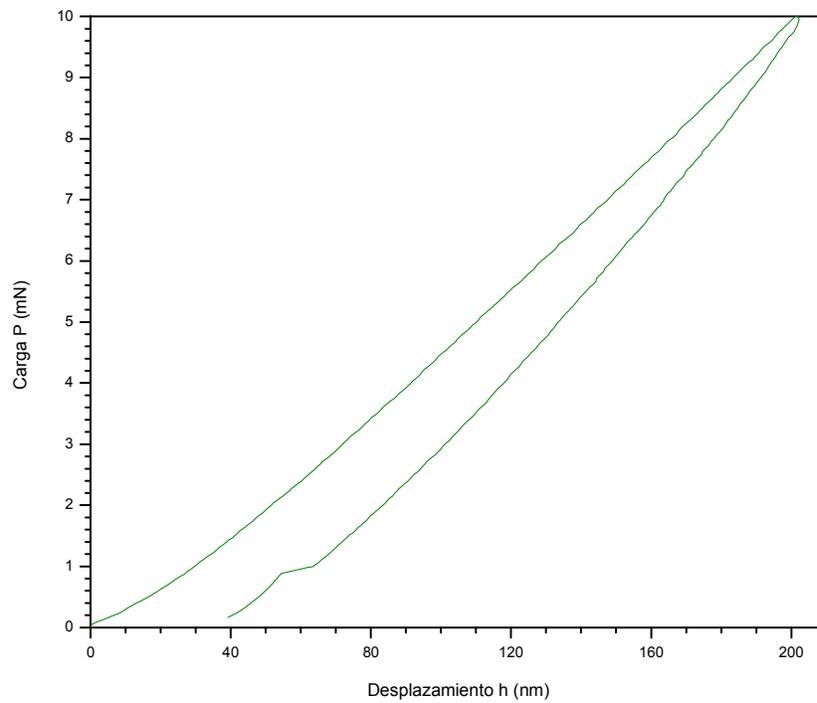


Figura 5. Curva carga-desplazamiento obtenida en un ensayo de nanoindentación.

Tablas

H (GPa)	E_s (GPa)
18.1 ± 0.7	115.2 ± 2.9

Tabla 1. Propiedades mecánicas obtenidas en dirección transversal.