

Comportamiento en fractura de un eutéctico $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ crecido por solidificación direccional

P. POZA ^(A), J. Y. PASTOR ^(B), J. LLORCA ^(B) Y Y. WAKU ^{(C)*}

(a) Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales. Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos. C/ Tulipán, s/n. 28933 Móstoles. Madrid

(b) Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid. Escuela Técnica S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. c/ Profesor Aranguren, s.n. 28040 Madrid.

(c) Japan Ultra-High Temperature Materials Research Institute. 573-3, Okiube, Ube City, Yamaguchi. 755-0001 Japan.

Esta investigación se ha centrado en el estudio de un eutéctico cerámico $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ fabricado por solidificación direccional mediante el método de Bridgman. Se han realizado ensayos de tenacidad de fractura por flexión en tres puntos y se ha medido el módulo de elasticidad entre temperatura ambiente y 1650 °C. Así mismo se han utilizado dos velocidades de ensayo para analizar la influencia de la velocidad de deformación en el comportamiento en fractura. El comportamiento ha sido frágil hasta 1400 °C, temperatura a partir de la cual comienzan a aparecer fenómenos plásticos. Estos se reducen o desaparecen cuando se aumenta la velocidad de deformación del material. Finalmente, el estudio se ha completado con el análisis de los mecanismos de deformación y rotura en el frente de la grieta.

Palabras clave: Eutécticos cerámicos, solidificación direccional, propiedades mecánicas, fractura, microscopía electrónica de barrido, microscopía electrónica de transmisión.

Fracture behaviour of a directionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic

This investigation was aimed to analyse the mechanical behaviour of an eutectic ceramic $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ processed by directional solidification in a Bridgman furnace. Fracture toughness and young modulus were measured through three point bend tests from room temperature up to 1650 °C. These tests were performed under stroke control using two different cross-head speeds to analyse the influence of strain rate on the fracture behaviour. The material was brittle up to 1400 °C and plastic deformation was found at higher temperature. Plastic deformation was reduced, or even disappeared, when the strain rate was increased. Finally, the investigation was completed with the analysis of the deformation and fracture micromechanisms in the crack tip.

Keywords: Eutectic ceramics, directional solidification, mechanical behaviour, fracture, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy.

1. INTRODUCCIÓN

El segundo principio de la termodinámica predice un aumento del rendimiento de las máquinas térmicas al aumentar su temperatura de trabajo. Por tanto, la eficiencia de los motores térmicos, utilizados en sectores industriales como el aeronáutico o el energético, aumentaría significativamente si pudieran operar a temperaturas superiores a las actuales. Sin embargo, esto requiere materiales capaces de soportar estas temperaturas elevadas. Actualmente, las superaleaciones base Ni son los materiales más utilizados en las turbinas de gas de los motores aeronáuticos y de las plantas de generación de energía. Las temperaturas de fusión de estos materiales son inferiores a 1400 °C y sus propiedades se deterioran rápidamente a temperaturas del orden de 1000 °C. Estas

necesidades tecnológicas han impulsado el desarrollo de nuevos materiales cerámicos que combinen su estabilidad a alta temperatura con la tolerancia al daño que requiere el diseño estructural. La mayoría de las investigaciones de las últimas décadas se han centrado en el desarrollo de cerámicos monolíticos no oxidicos, como SiC o Si_3N_4 , y de materiales compuestos reforzados con fibras, como los sistemas SiC/SiC o C/C. No obstante, los materiales cerámicos no oxidicos se deterioran por oxidación en aire a temperaturas superiores a 1400 °C y no son estables a largo plazo. Por razones similares, los materiales compuestos de matriz cerámica necesitan recubrimientos que protejan a las fibras de refuerzo de la acción del oxígeno a alta temperatura.

Las cerámicas oxídicas, como Al_2O_3 o mullita, son más estables a alta temperatura, debido a su gran resistencia a la oxidación. A pesar de esto, estos materiales no se han considerado como materiales estructurales para alta temperatura debido a la alta deformación por fluencia que presentan a temperaturas elevadas. El mecanismo de fluencia dominante en las cerámicas oxídicas es el deslizamiento de las fronteras de grano. Normalmente estas cerámicas se sinterizan en presencia de una fase líquida, que facilita su procesado, y como consecuencia aparece una fase vítrea asociada a las fronteras de grano que fluye a alta temperatura facilitando la deformación plástica del material (1). Si las propiedades mecánicas de estas cerámicas se mejoraran en estas condiciones, encontrarían una amplia variedad de aplicaciones como materiales estructurales a alta temperatura. Desde un punto de vista microestructural, el comportamiento de las cerámicas oxídicas mejorará al mejorar la estructura de las intercaras y por ello es necesario desarrollar nuevos métodos de procesado.

En los últimos años se ha vuelto la mirada hacia los óxidos cerámicos eutécticos, procesados por solidificación direccional, que constituyen una nueva familia de materiales con una resistencia mecánica superior a alta temperatura y una gran estabilidad térmica (2-15). Estos materiales, al tener la composición eutéctica, solidifican como compuestos in-situ con una microestructura ordenada que puede variar desde organizaciones fibrosas o laminares a estructuras de colonias o redes interpenetradas. Por otra parte el proceso de solidificación direccional da lugar a intercaras libres de fases amorfas y a estructuras altamente texturadas, con orientaciones cristalográficas bien definidas para los diferentes constituyentes (3 y 8). Estas características microestructurales mejoran significativamente el comportamiento mecánico a alta temperatura de estos materiales comparados con los óxidos cerámicos procesados por sinterización convencional. Sin embargo, mientras en algunos sistemas la tenacidad de fractura alcanza valores de 7-8 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, otros presentan valores mucho más bajos, y hay escasa información sobre el comportamiento en fractura de estos materiales a alta temperatura.

El eutéctico cerámico $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) procesado por solidificación direccional ha despertado especial interés (2-4, 8, 14 y 15) por su estabilidad térmica y elevada resistencia mecánica. La microestructura de este material es estable incluso a temperaturas cercanas a las del punto eutéctico, situado en torno a 1800 °C, y no se ha observado crecimiento de granos ni ganancia en peso, tal como se observa en materiales no oxídicos, incluso tras 1000 horas de tratamiento térmico en aire a 1700 °C. Por otra parte, la resistencia a flexión de este material alcanza valores comprendidos entre 350 y 400 MPa y se mantiene desde temperatura ambiente hasta 1800 °C, cuando se ensaya a altas velocidades de deformación (2-4). Incluso a las temperaturas más elevadas no se observó deformación plástica por movimiento de dislocaciones. La velocidad de fluencia a compresión, medida en este material a 1600 °C, fue del orden de diez veces menor que la encontrada en un material de composición similar procesado por sinterización convencional (2-4).

Por las razones expuestas este óxido eutéctico es un candidato prometedor como material estructural para aplicaciones en condiciones de ultra-alta temperatura. No obstante, para poder realizar diseños para aplicaciones industriales es necesario tener una amplia caracterización de su

comportamiento mecánico y sus mecanismos de deformación y rotura en función de la temperatura. El objetivo de este trabajo es evaluar la evolución de la tenacidad de fractura y el módulo elástico de un eutéctico cerámico $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ procesado por solidificación direccional desde temperatura ambiente hasta 1650 °C, a dos velocidades de deformación. Para entender el comportamiento mecánico de este material se analizó su microestructura, mediante microscopía electrónica de barrido y transmisión, prestando especial atención a las relaciones cristalográficas entre los dos constituyentes y al estado de las intercaras. Finalmente, se estudiaron los micromecanismos de deformación y rotura dominantes mediante microscopía electrónica de barrido.

2. PROCESADO DEL MATERIAL

El eutéctico $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) se procesó por el método de Bridgman. Para ello se mezclaron polvos de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ e Y_2O_3 , del 99.9% de pureza, en relación eutéctica de 82/18, expresada en moles, en un molino de bolas con etanol, para alcanzar la máxima homogeneidad posible. La pasta obtenida se secó y profundió por arco de fundido (arc-melting). De este modo se obtuvieron placas con la composición eutéctica que se machacaron para obtener polvos con esa composición. Los polvos resultantes se fundieron en un crisol de molibdeno (50 mm de diámetro exterior, 200 mm de longitud y 5 mm de pared) en un horno de inducción de alta frecuencia a una presión de $1,3 \cdot 10^{-3}$ Pa, en atmósfera de argón. Tras el fundido la mezcla se mantuvo a 1950 °C durante 1,5 horas, y el material se solidificó unidireccionalmente haciendo descender el crisol de molibdeno desde el interior del horno a una velocidad de 5 mm/h. A partir de estos bloques se mecanizaron probetas prismáticas de dimensiones nominales 36 mm de longitud (dimensión paralela al eje de solidificación unidireccional), 4 mm de canto y 3 mm de espesor para su caracterización.

3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES DE CARACTERIZACIÓN

Se cortaron secciones longitudinales de las probetas mecanizadas, empleando un disco diamantado, y se desbastaron utilizando diamante de 30 μm de diámetro como abrasivo. A continuación, estas secciones se pulieron con pasta de diamante de grano decreciente hasta 1 μm . Las muestras pulidas se limpiaron en un baño de ultrasonidos con butanona y propanol. Finalmente, las superficies pulidas de estas muestras se recubrieron con una fina capa de Au-Pd para estudiarlas en un microscopio electrónico de barrido (SEM) JEOL-6300 provisto de un sistema de microanálisis de rayos X (EDX). Se utilizaron el detector de electrones secundarios (SE) y el detector de electrones retrodispersados (BSE). Este último detector proporcionó imágenes en contraste de composición que permitieron analizar la distribución de los constituyentes del material. Se prepararon tres muestras, de diferentes probetas mecanizadas, para asegurar que las observaciones realizadas fueran representativas del material. El tamaño medio de la zona interpenetrada se midió, sobre las imágenes obtenidas en el SEM, empleando un sistema de análisis de imagen Image Pro Plus y el método de intercepción.

Las relaciones cristalográficas entre los dos constituyentes del material y el estado de las intercaras se analizaron mediante

técnicas de microscopía electrónica de transmisión (TEM). Para ello, se cortaron láminas orientadas perpendicularmente a la dirección de crecimiento utilizando una sierra de hilo de diamante, con objeto de minimizar el daño introducido en las muestras. Estas láminas se adelgazaron mecánicamente usando diamante de $30\ \mu m$ como abrasivo y a continuación se pulieron con pasta de diamante de $6\ \mu m$. De este modo se obtuvieron láminas con un espesor inferior a $80\ \mu m$, y a partir de ellas se cortaron discos de $3\ mm$ de diámetro. El espesor del centro de los discos se redujo hasta valores inferiores a $30\ \mu m$ utilizando una pulidora cóncava con pasta de diamante de $3\ \mu m$. El proceso final de adelgazamiento se realizó por bombardeo de iones argón en un dispositivo BAL-TEC Model Res 100 operando inicialmente con una diferencia de potencial de $7\ kV$ y una corriente de $2\ mA$. La última hora de bombardeo iónico se realizó en condiciones más suaves empleando una tensión de $2\ kV$ y una corriente de $1\ mA$ para minimizar el daño introducido en las muestras. Finalmente, las muestras se estudiaron en un microscopio electrónico de transmisión Philips Tecnai 20, provisto de un sistema de microanálisis de rayos X (EDX), combinando el estudio de imágenes de campo claro (BF) y campo oscuro centrado (CDF), así como el análisis de diagramas de difracción por selección de área (SADP). El estudio de las intercaras se completó mediante microscopía electrónica de alta resolución (HRTEM). Se analizó un número de zonas transparentes al haz de electrones suficiente para asegurar que las observaciones realizadas eran representativas del material, en tres muestras obtenidas de distintas probetas prismáticas.

Las propiedades mecánicas se midieron utilizando las probetas prismáticas mecanizadas de los bloques producidos por el método de Bridgman. Todos los ensayos se realizaron en una máquina servomecánica, Instron 4505. La carga y el desplazamiento se midieron continuamente con una resolución de $\pm 0.1\ N$ y $\pm 1\ \mu m$ respectivamente. A esta máquina se la acopló un horno de ensayos especialmente diseñado para poder realizar ensayos mecánicos en su interior, disponiendo de un par de ventanas de cuarzo que permiten la observación y medida de deformaciones durante el ensayo. La velocidad de calentamiento fue de $10\ ^\circ C/min$ hasta $1000\ ^\circ C$, $5\ ^\circ C/min$ hasta $1200\ ^\circ C$, y $3\ ^\circ C/min$ hasta $1650\ ^\circ C$. Antes de realizar cualquier ensayo se dejó estabilizar y homogeneizar la temperatura durante $30\ min$, con una precarga sobre la probeta de $3\ N$. Se ensayaron entre 3 y 6 probetas para determinar cada propiedad.

Se realizaron ensayos de medida de la tenacidad de fractura, K_{Ic} , desde temperatura ambiente hasta $1650\ ^\circ C$ utilizando un dispositivo de flexión en tres puntos (Figura 1) con $16\ mm$ de distancia entre apoyos. Se introdujeron entallas

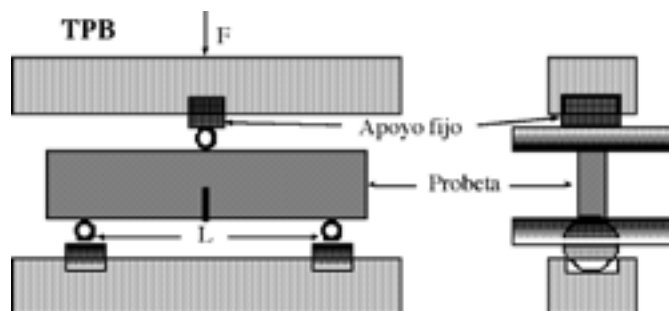


Fig. 1- Dispositivo de flexión en tres puntos empleado en los ensayos mecánicos de medida de la tenacidad de fractura y del módulo elástico.

con una longitud nominal del 50% del canto de la probeta mediante el método single edge V notched beam (SEVNB) (16). La tenacidad de fractura se calculó a partir de la carga máxima de la curva fuerza desplazamiento y la longitud inicial de entalla utilizando la ecuación para el factor de intensidad de tensiones propuesta por Guinea et al. (17). Los ensayos de fractura se realizaron en control de posición a dos velocidades de cruceta, 50 y $500\ \mu m/min$. Se ensayaron al menos tres probetas para cada condición experimental.

Para la medida del módulo de elasticidad, E , se utilizó el mismo dispositivo presentado en la Figura 1 pero en este caso se utilizaron probetas sin entallar y la distancia entre apoyos fue de $32\ mm$ (para reducir el error relativo en la medida de la flecha). La medida del desplazamiento del punto de carga se realizó mediante un sistema de extensometría láser (2100 Zygo, USA) con una resolución de trabajo mejor que $\pm 0.1\ \mu m$ (18). El módulo de elasticidad a alta temperatura se calculó a partir de la pendiente de la zona lineal de los registros fuerza desplazamiento. El valor de E se determinó utilizando las ecuaciones para vigas prismáticas en flexión en tres puntos dadas por la teoría de Resistencia de Materiales (19). La medida del módulo de elasticidad a temperatura ambiente se realizó determinando la frecuencia de vibración resonante empleando un equipo GrindoSonic, LEMMES (Bélgica).

Finalmente, las superficies de fractura de las probetas ensayadas para determinar K_{Ic} se analizaron en un microscopio electrónico de barrido ambiental (ESEM) Philips XL30 provisto de un sistema de microanálisis de rayos X (EDX). Se utilizaron el detector de electrones secundarios gaseosos (GSE) y el detector de electrones retrodispersados (BSE) en condiciones ambientales, introduciendo vapor de agua (presión parcial del orden de $0,4\ Torr$) para evitar efectos de carga. De este modo se pudieron analizar los micromecanismos de rotura de este material en función de la temperatura y la velocidad de deformación.

4. MICROESTRUCTURA

La microestructura de este óxido eutéctico está formada por una red interpenetrada de Al_2O_3 y YAG (Figura 2a), estas fases aparecen ligeramente alargadas en la dirección de crecimiento. El itrio se encontró distribuido homogéneamente en el YAG sin ningún tipo de agregación según el microanálisis EDX. La anchura media de la zona interpenetrada tuvo un valor medio del orden de $20\ \mu m$. Por otra parte, apenas se detectó porosidad residual, y los escasos poros aparecieron localizados mayoritariamente en las intercaras Al_2O_3/YAG (Figura 2b). Estos resultados están de acuerdo con el valor de la densidad medida por el método de Arquímedes, por inmersión en etanol, que fue de $4.217 \pm 0.002\ g/cm^3$. Esta densidad es el 99.8% de la teórica, que resultó ser $4.297\ g/cm^3$ al calcularla según la regla de las mezclas, considerando la composición del eutéctico: 55% Al_2O_3 y 45% YAG. Por tanto, la densidad medida indica la práctica ausencia de poros.

El estudio de este material mediante microscopía electrónica de transmisión mostró que los constituyentes, Al_2O_3 (grupo espacial $R\bar{3}c$) y YAG (grupo espacial $Ia\bar{3}d$), eran fases monocristalinas (Figura 3a). El proceso de solidificación direccional da lugar a estructuras muy texturadas, con relaciones de orientación cristalográfica bien definidas entre las dos fases. Se han encontrado varias relaciones de orientación posibles en el sistema Al_2O_3/YAG dependiendo

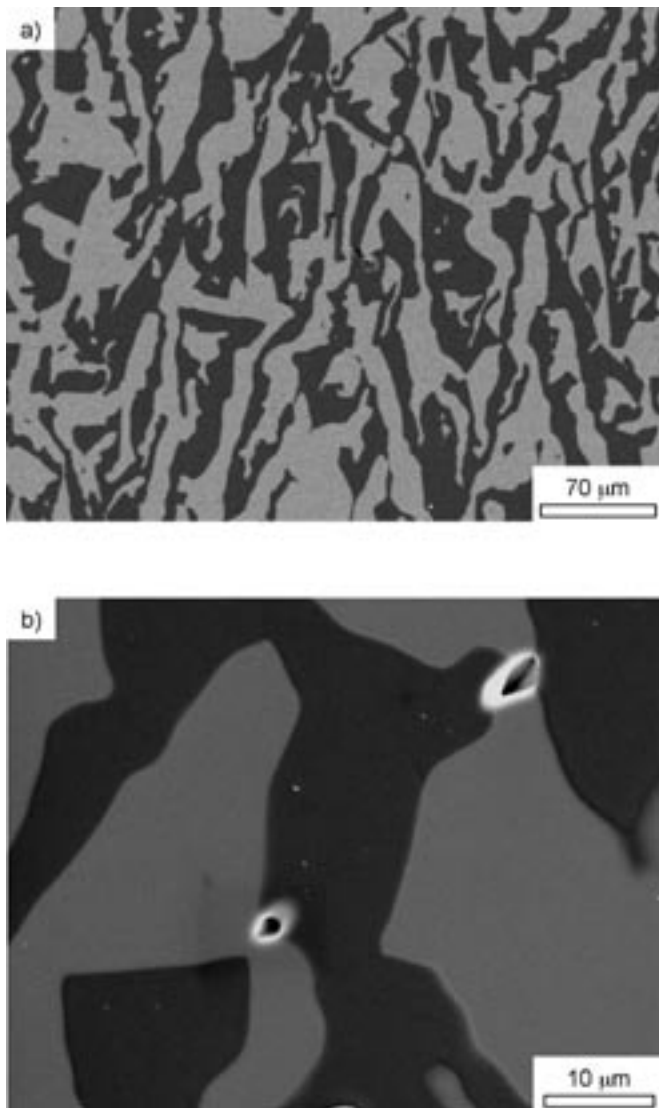


Fig. 2- Imágenes de las secciones longitudinales pulidas, la dirección de crecimiento es la vertical. a) Microestructura formada por una red interpenetrada de monocristales de Al_2O_3 , en tono oscuro, y YAG, en tono claro, observada en contraste de electrones retardispersados. b) Detalle mostrando la escasa presencia de porosidad ligada a las intercaras Al_2O_3 -YAG observada en contraste de electrones secundarios.

de las condiciones de procesado (20). La orientación de los monocristales de Al_2O_3 y YAG, estudiados en este trabajo, fueron $\langle 110 \rangle$ y $\langle 012 \rangle$, respectivamente, a lo largo del eje de solidificación con una desorientación menor de 5° (Figura 3).

El estudio de las intercaras Al_2O_3 /YAG mostró la ausencia de fases amorfas o fases cristalinas secundarias, por el contrario estas intercaras aparecían limpias y fuertes entre sus constituyentes (Figura 4). La presencia de fases amorfas en las fronteras de grano es habitual en cerámicos oxídicos, procesados por sinterización convencional, reduciendo considerablemente su comportamiento en fluencia a alta temperatura. Por tanto, el obtener intercaras limpias, como las observadas en la Figura 4, supone esperar que el comportamiento mecánico de este material sufra una degradación a alta temperatura mucho menor que la habitual en los cerámicos oxídicos procesados por rutas convencionales.

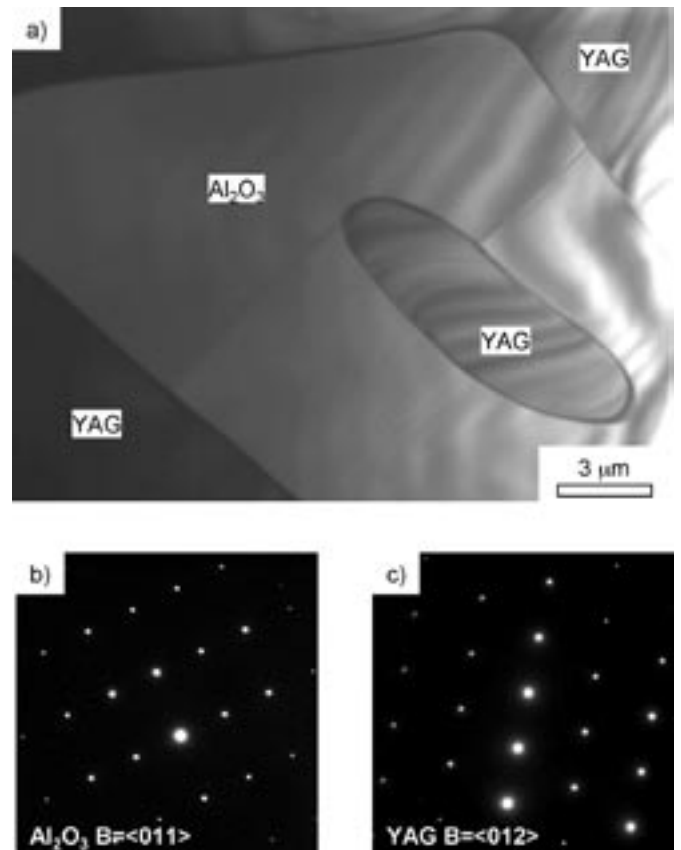


Fig. 3- a) Imagen obtenida en el microscopio electrónico de transmisión mostrando la distribución de fases en el material eutéctico Al_2O_3 /YAG y su naturaleza monocristalina. b) SADP de la Al_2O_3 en la orientación $B=\langle 110 \rangle$ paralela a la dirección de solidificación. c) SADP de YAG en la orientación $B=\langle 012 \rangle$ paralela a la dirección de solidificación. La desorientación entre ambos cristales es inferior a 5° .

5. COMPORTAMIENTO MECÁNICO

La Figura 5 muestra los resultados de tenacidad de fractura, K_{IC} , obtenidos entre temperatura ambiente y 1650°C , a 50 y $500 \mu\text{m}/\text{min}$, por flexión en tres puntos en probetas SEVNB. Se puede apreciar que conforme aumenta la temperatura y disminuye la velocidad de deformación se produce un aumento muy apreciable de la tenacidad de fractura.

Por otro lado, se observó que las curvas fuerza-desplazamiento mostraron una fractura frágil en casi todos los casos. Sólo a partir de 1300°C y para velocidad de cruceta baja ($50 \mu\text{m}/\text{min}$) aparece, en dichas curvas, una clara desviación del comportamiento lineal entre carga y desplazamiento antes de la carga máxima. Este hecho puede observarse en la Figura 6 que incluye las curvas fuerza-desplazamiento de dos probetas ensayadas a $50 \mu\text{m}/\text{min}$ de velocidad de cruceta: una a 25°C y otra 1500°C . De aquí se puede inferir que debe aparecer una microzona de fractura dúctil frente al fondo de entalla (zona en proceso de fractura), que aumenta conforme se incrementa la temperatura y se reduce la velocidad de deformación. Esta zona sería la responsable del proceso macroscópico de deformación plástica. Este tipo de comportamiento justificaría que la tenacidad de fractura pase de $2.1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ a temperatura ambiente hasta valores de $3.54 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ a 1650°C , a igual velocidad de cruceta ($50 \mu\text{m}/\text{min}$). De hecho, se ha observado este proceso de aumento

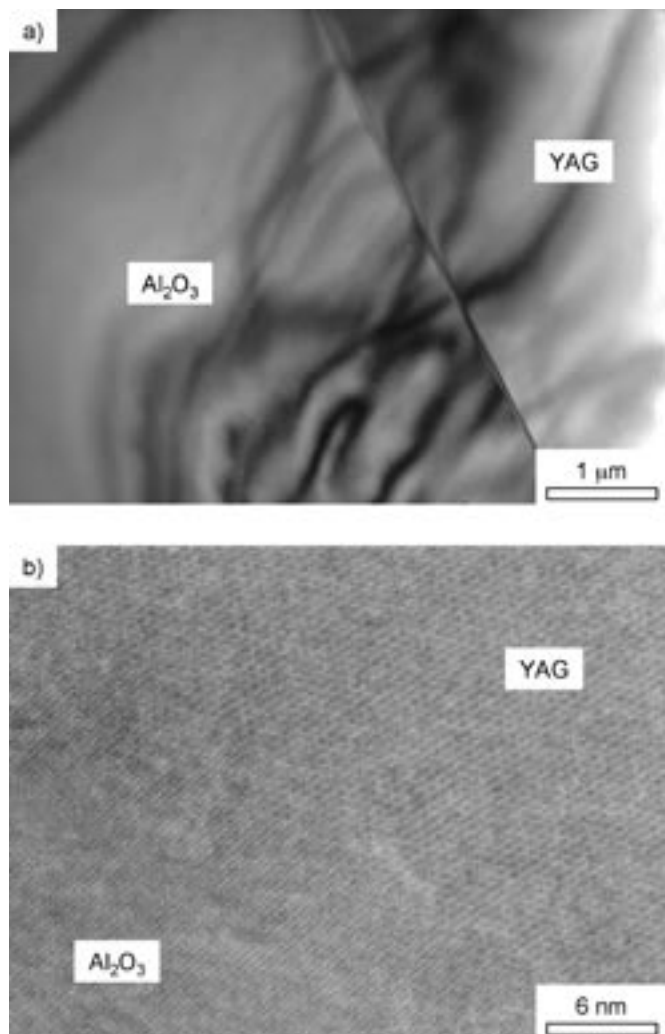


Fig. 4- a) Intercara entre los monocristales Al_2O_3 y YAG. b) Detalle observado mediante HRTEM. Es de destacar la clara ausencia de fases amorfas o fases cristalinas secundarias.

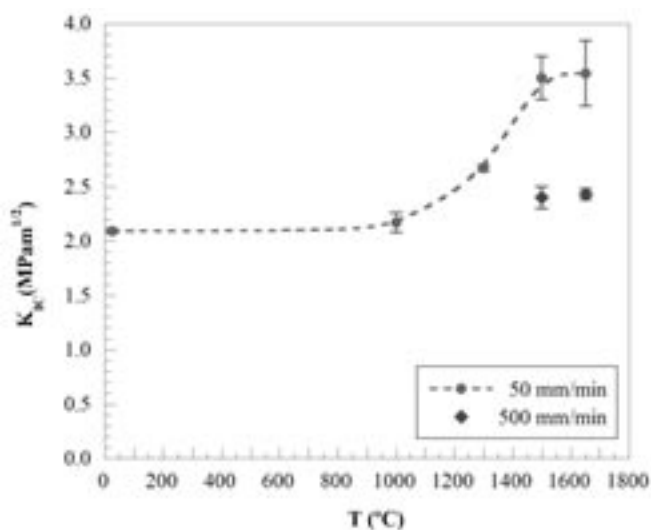


Fig. 5- Evolución de la tenacidad de fractura (K_{Ic}) en función de la temperatura y de la velocidad de cruceta. Las barras verticales muestran el error cuadrático medio.

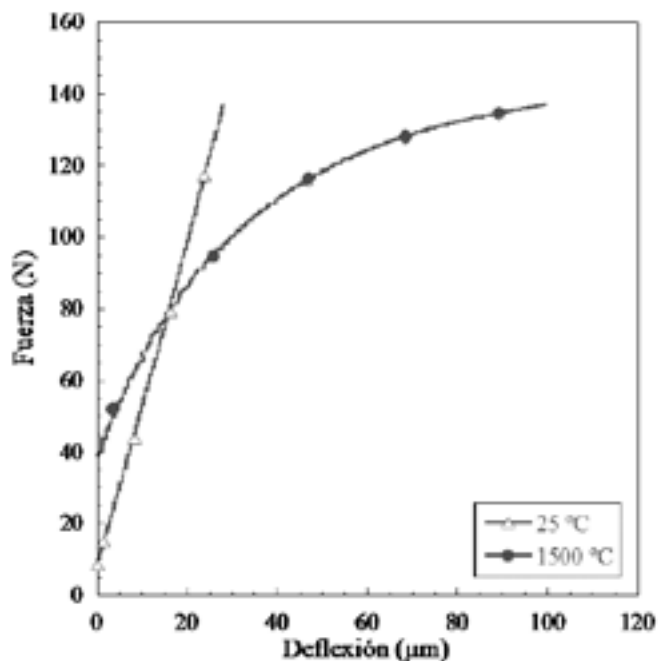


Fig. 6- Curvas fuerza-desplazamiento correspondientes a los ensayos de fractura realizados a 25 °C y 50 $\mu m/s$ y 1500 °C y 50 $\mu m/s$. El ensayo realizado a alta temperatura se desvía del comportamiento lineal.

de tenacidad inducido por movimiento de dislocaciones tanto en alúmina (21-22) como en YAG (23). El análisis de las superficies de fractura en ambos casos (Figura 7) confirma esta hipótesis. En la Figura 7a y en la Figura 7c se muestra la superficie de fractura de una probeta ensayada a 1650 °C y 500 $\mu m/min$. Puede verse que la superficie es plana y con pocas rugosidades. Esta imagen corresponde a una fractura mayoritariamente frágil, muy similar a la obtenida en los ensayos a temperatura ambiente. Sin embargo, en la Figura 7b y en la Figura 7d la superficie es significativamente más rugosa y ondulada, apreciándose zonas de descohesión en las intercaras de la alúmina y el YAG como consecuencia de la diferencia de ductilidades entre las dos fases durante un proceso de deformación plástica.

Los resultados de la evolución del módulo de elasticidad adimensionalizado (módulo de elasticidad, E , dividido entre el módulo de elasticidad a temperatura ambiente, $E_0=343\pm 1$ GPa) en función de la temperatura y de la velocidad de cruceta se muestran en la Figura 7. Puede observarse que hasta 1300 °C el módulo de elasticidad permanece prácticamente constante. Sin embargo, a 1400 °C la reducción es significativa, llegando al 25% a 1500 °C (manteniendo la velocidad de cruceta constante en 50 $\mu m/min$). Esta reducción del módulo de elasticidad se reduce al 10% si aumentamos la velocidad de ensayo en un orden de magnitud. Estos resultados están de acuerdo con los expuestos anteriormente, de forma que al aumentar la velocidad de cruceta se está limitando la deformación del material, y por tanto la degradación del módulo de elasticidad.

A la vista de todos estos resultados podemos decir que la diferencia de tenacidad, entre las probetas ensayadas a alta velocidad y las ensayadas a baja velocidad, muestra que la deformación plástica en la punta de la entalla actúa aumentando la tenacidad cuando el tamaño de la zona dúctil aumenta. De esta forma la tenacidad de este material

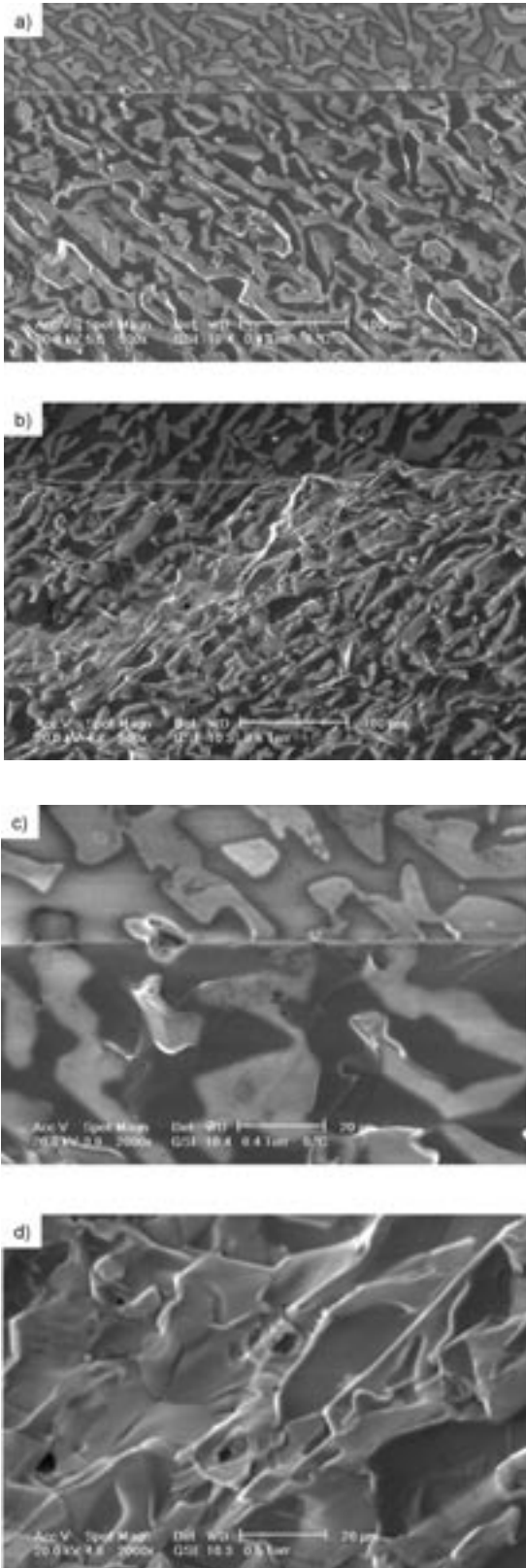


Fig. 7- Superficies de fractura de zonas cercanas al fondo de entalla (línea recta en la parte superior) ensayadas a 1650 °C y observadas mediante ESEM utilizando el detector de electrones secundarios gaseoso. Velocidad de desplazamiento de la cruceta: a) 500 $\mu\text{m}/\text{min}$. b) 50 $\mu\text{m}/\text{min}$. c) detalle de (a) en que se muestra la fractura eminentemente frágil. d) detalle de (b) en que se muestra una fractura dúctil. Nótese la diferencia que se refleja en las superficies de fractura entre el comportamiento macroscópico elástico lineal (a) y (c) y el plástico (b) y (d).

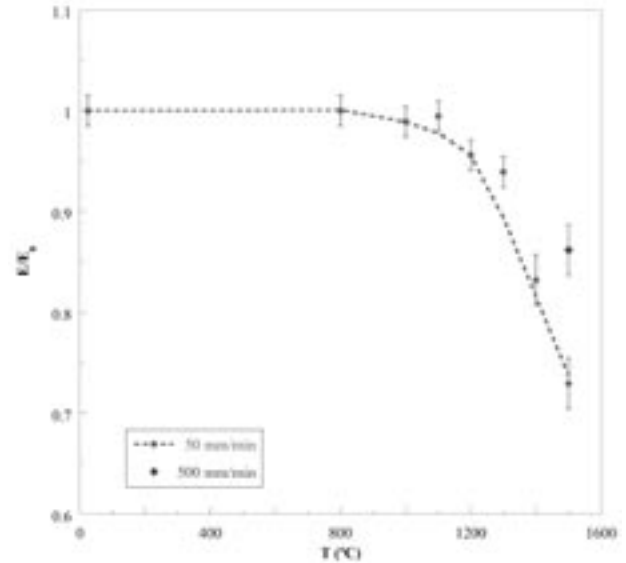


Fig. 8- Evolución del módulo de elasticidad adimensionalizado (E_0 = módulo de elasticidad a temperatura ambiente) en función de la temperatura y de la velocidad de cruceta. Las barras verticales muestran el error cuadrático medio.

resulta ser dependiente de la velocidad de deformación y de la temperatura: cuanto mayor es la temperatura y menor la velocidad de deformación mayor es la tenacidad de fractura que presenta el material.

6. CONCLUSIONES

Se ha estudiado el comportamiento en fractura, en función de la temperatura y de la velocidad de ensayo, de un eutéctico cerámico $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$, obtenido por solidificación unidireccional mediante el método de Bridgman. La microestructura de este material está formada por una red interpenetrada de dos fases monocristalinas, Al_2O_3 y YAG ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$), que se muestra alargada en la dirección de crecimiento del material y prácticamente libre de poros (sólo aparecen algunos en las interfases). El proceso de solidificación direccional dio lugar a una estructura muy texturada de tal modo que los monocristales de Al_2O_3 y YAG tienen orientaciones $\langle 110 \rangle$ y $\langle 012 \rangle$, respectivamente, a lo largo del eje de solidificación con una desorientación menor de 5° . Las intercaras de este material, estudiadas mediante HRTEM, resultaron ser limpias y fuertes sin observarse ninguna fase amorfa.

La tenacidad de fractura de este material aumenta con la temperatura y disminuye con la velocidad de deformación. Por otra parte, el módulo elástico disminuye al aumentar la temperatura, haciéndose menos importante esta reducción al aumentar la velocidad de deformación. Esta disminución del módulo de elasticidad llega a ser del 25 % a 1500 °C y 50 $\mu\text{m}/\text{min}$ de velocidad de cruceta, valor que no es explicable únicamente por la reducción que experimentan las constantes elásticas al aumentar la temperatura. Además, la variación de estas constantes elásticas no justificaría la dependencia observada con la velocidad de deformación. Otro fenómeno que podría explicar la caída del módulo elástico es la aparición de microgrietas durante la deformación a alta temperatura. Sin embargo, este hecho provocaría una reducción de la resistencia y un aumento de la dispersión en los resultados, que no se ha observado experimentalmente, y tampoco explicaría la dependencia con la velocidad de deformación. Por tanto,

este comportamiento mecánico apunta hacia la aparición de micromecanismos de fractura dúctil a temperaturas elevadas, que macroscópicamente dan lugar a un comportamiento plástico. El micromecanismo de deformación plástica más probable es el movimiento de dislocaciones, aunque esta hipótesis no se ha corroborado experimentalmente por las dificultades experimentales que entraña observar la zona de proceso de fractura en el TEM en probetas ensayadas. Las técnicas convencionales de preparación de muestras no proporcionan la resolución suficiente para asegurar que la zona observada es la zona de proceso, debido a su pequeño tamaño. Una opción podría ser emplear un equipo de haz de iones focalizados ("Field Ion Beam", FIB), pero el éxito no está asegurado.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Educación y Ciencia (Proyecto MAT2003-05202-C02-02.) y a la Comunidad de Madrid (proyecto GR/MAT/0357/2004) la financiación proporcionada para la realización de este proyecto.

BIBLIOGRAFÍA

1. Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials selection. D. Munz. Springer Verlag, Berlín, 2001.
2. Waku Y, Ohtsubo H, Nakagawa N, y Kohtoku Y., "Sapphire matrix composites reinforced with single crystal YAG. phases" *J. Mater. Sci.*, 31, 4663-70, (1996).
3. Waku Y, Nakagawa N, Wakamoto T, Ohtsubo H, Shimizu K, y Kohtoku Y., "High temperature strength and thermal stability of unidirectionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite", *J. Mater. Sci.*, 33, 1217-24, (1998).
4. Waku Y, Nakagawa N, Ohtsubo H, Ohsora Y, y Kohtoku Y., "High temperature properties of unidirectionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ composites", *J. Jpn. Inst. Metals*, 59, 71-8, (1995).
5. Pastor, J. Y., Poza P., Llorca, J., Peña, J. I., Merino, R.I., y Orera, V. M., "Mechanical properties of directionally solidified eutectics", *Mat. Sci. and Eng.*, A308, 241-249, (2001).
6. Llorca, J., Pastor, J.Y., Poza, P., Peña, J.I., Francisco I., Larrea, A., y Orera, V.M., "Influence of the Y_2O_3 content and temperature on the mechanical properties of melt-grown $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{ZrO}_2$ eutectics", *J. Am. Ceram. Soc.*, 87, 4, 625-637, (2004).
7. Merino R. I., Orera V. M., Peña, J. I. y de la Fuente, G. F., "Materiales eutécticos de óxidos de circonio conformados por solidificación direccional con láser", *Bol. Soc. Esp. Ceram.* V. 36, 2: 336- 340 (1997).
8. Waku Y, Nakagawa N, Ohtsubo H, Shimizu K, y Kohtoku Y., "A ductile ceramic eutectic composite with high strength at 1873K", *Nature*, 389, 49-52, (1997).
9. Harlan N., Merino R. I., Peña J. I., Larrea A., Orera V., González C., Poza P., y Llorca J., "Phase distribution and Residual Stresses in Melt-Grown $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ Eutectics". *J. Am. Ceram. Soc.*, 85, 2025-2032, (2002).
10. Pastor J. Y., Llorca J., Poza P., de Francisco I., Merino R. I. y Peña J. I., "Mechanical properties of melt-grown $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ eutectics with different microstructure". *J. Europ. Ceram. Soc.*, 25, 1215-1223, (2005).
11. Pastor J. Y., Llorca J., Salazar A., Oliete P. B., de Francisco I. y Peña. J. I., "Mechanical Properties of melt-grown Alumina-YAG Eutectics up to 1900K". *J. Am. Ceram. Soc.*, 88, 1488-1495, (2005).
12. Salazar A., Pastor J. Y., Llorca J., Peña J. I., de Francisco I. y Oliete P. B., "Propiedades mecánicas de cerámicos eutécticos $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ y $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{YAG}$ procesados por solidificación direccional", *Bol. Soc. Esp. Ceram.* V. 44, 4: 193- 198 (2005).
13. Pinto Gómez A.R., López Robledo M.J., Martínez J., de Arellano López A. R., Olivete P.B., de Francisco I., Peña J. I., "Influencia de la microestructura en las propiedades mecánicas de alta temperatura de los eutécticos $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ crecidos por solidificación direccional", *Bol. Soc. Esp. Ceram.* V., 44, 5: 342- 346 (2005).
14. Ochiai S., Sakai Y., Sato K., Tanaka M., Hojo M., Okuda H., Waku Y., Nakagawa N., Sakata S., Mitani A. y Takahashi T., "Fracture characteristics of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ composite at room temperature to 2023 K". *J. Europ. Ceram. Soc.*, 25, 1241-1249, (2005).
15. Parthasarathy T A., Mah T. y Matson L. E., "Processing structure and properties of alumina-YAG eutectic composites". *Journal of Ceramic Processing Research* 5 (4), 380-390, (2004).
16. Primas, R.J., y Gstrein, R., "ESIS TC6 & Round robin on fracture toughness", *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, 20, 4, 513-532, (1997).
17. Guinea, G., Pastor, J.Y., Planas, J., y Elices, M., "Stress intensity factor, compliance and CMOD for general three-point-bend beam", *Int. J. Fracture*, 89, 103-116, (1998).
18. Pastor, J.Y., Planas, J. y Elices, M., "New technique for fracture characterization of ceramics at room and at high temperature". *Journal of Testing and Evaluation*, 23, 3, 209-216, (1995).
19. Bucci, B.J., Paris, P.C., Lanis, J.D., y Rice, J.R., ASTM Special technical publication 514, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, (1972).
20. Frazer, C. S, Dickey, E. C. y Sayir A., "Crystallographic texture and orientation variants in $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ directionally solidified eutectic crystals", *J. Cryst. Growth*, 233, 187-195, 2001.
21. Kim H. S., y Roberts S., "Brittle-ductile transition and dislocation mobility in sapphire", *J. Am. Ceram. Soc.*, 77, 3099-104, (1994).
22. Davidge RW. Mechanical behaviour of ceramics. Cambridge: Cambridge University Press, 64-74, (1979).
23. Mah T, y Parthasarathy T A., "Fracture toughness of single crystal YAG", *Scripta Metall. Mater.*, 28, 1383-5, (1993).

Recibido: 29.11.05

Aceptado: 27.08.06