

## Propiedades mecánicas a temperatura ambiente de cerámicos de $\alpha$ -SiC sinterizados con fase líquida de $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$

O. BORRERO-LÓPEZ<sup>1</sup>, A.L. ORTIZ<sup>1\*</sup>, F. GUIBERTEAU<sup>1</sup>, N.P. PADTURE<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Electrónica e Ingeniería Electromecánica, Escuela de Ingenierías Industriales, Universidad de Extremadura, 06071 Badajoz, Spain. \*alortiz@unex.es

<sup>2</sup>Department of Metallurgy and Materials Engineering, Institute of Materials Science, University of Connecticut, Storrs, CT 06269-3136, USA.

Se ha estudiado la influencia de la proporción de aditivos (5, 10 ó 30 % en peso), atmósfera (Ar o N<sub>2</sub>) y tiempo (2 ó 7 h) de sinterización en las propiedades mecánicas a temperatura ambiente de cerámicos de  $\alpha$ -SiC sinterizados con fase líquida de  $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$ . Los resultados muestran que el aumento del tiempo de sinterización conlleva una disminución de la dureza y de la resistencia al desgaste, así como un aumento de la tenacidad. El aumento de la proporción de aditivos tiene idénticas consecuencias, salvo en lo que respecta a la tenacidad que primero aumenta y luego disminuye. La sinterización en atmósferas ricas en nitrógeno conlleva un aumento de la dureza, y una reducción de la tenacidad y de la resistencia al desgaste.

*Palabras clave: propiedades mecánicas; SiC; sinterización con fase líquida*

### Room-temperature mechanical properties of liquid-phase-sintered $\alpha$ -SiC with $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$ additions

We have studied the influence of the additives concentrations (5, 10 or 30 wt%), the sintering atmosphere (Ar or N<sub>2</sub>) and the sintering duration (2 or 7 h) on the room-temperature mechanical properties of liquid-phase-sintered  $\alpha$ -SiC with  $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$  additives. Results from this work show that longer sintering durations lead to a decrease in both the hardness and the sliding-wear resistance, but an increase in the toughness. With increasing amount of sintering additives the toughness first increases then decreases. Sintering in nitrogen-rich atmospheres results in an increase in both the hardness and the toughness, but a decrease in the sliding-wear resistance

*Keywords: mechanical properties; SiC; liquid-phase sintering*

## 1. INTRODUCCIÓN

El carburo de silicio (SiC) sinterizado con fase líquida es un candidato prometedor para muchas aplicaciones estructurales, por lo que sus propiedades mecánicas están siendo objeto de estudio tanto a temperatura ambiente como a altas temperaturas. Si bien la bibliografía existente sobre el tema es abundante (ver por ejemplo referencias (1-14) y las que ahí se citan), los materiales y procedimientos empleados hasta la fecha para el procesado y caracterización mecánica de estos cerámicos avanzados han sido muy diferentes. Esa falta de plataforma experimental común dificulta la selección de directrices de procesado fiables para el diseño de materiales con propiedades mecánicas predeterminadas. Se necesitan pues estudios sistemáticos encaminados a dilucidar el papel de las diferentes variables de procesado<sup>1</sup> sobre las propiedades mecánicas de los materiales resultantes.

En este trabajo se analiza la influencia de la proporción de aditivos (5, 10 ó 30 % en peso), atmósfera (Ar o N<sub>2</sub>) y tiempo (2 ó 7 h) de sinterización sobre las propiedades mecánicas a temperatura ambiente (dureza, tenacidad, resistencia al daño por contacto, y resistencia al desgaste) de cerámicos masivos de  $\alpha$ -SiC sinterizados con fase líquida de  $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$ . A partir de los resultados experimentales se proponen unas directrices de procesado para el diseño de materiales de  $\alpha$ -SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$  con propiedades mecánicas a temperatura ambiente predeterminadas.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1. Fabricación de los materiales

Para la fabricación de los materiales se emplearon polvos comerciales de  $\alpha$ -SiC (UF-15, H.C. Starck, Estados Unidos),  $Y_2O_3$  (Fine-Grade, H.C. Starck, Estados Unidos) y  $Al_2O_3$  (AKP-30, Sumitomo Chemicals, Japón) de tamaño de partícula submicrométrico. Los polvos se mezclaron en las proporciones en peso que se indican en la tabla I, para preparar tres lotes. Las mezclas se introdujeron en botes de polietileno y se homogeneizaron en medio húmedo (300 ml de etanol y 50 bolas de  $ZrO_2$  de 1 cm de diámetro) durante 24 h, empleando un molino de rodillos (G90, E.J. Payne Ltd, Reino Unido). Las barbotinas cerámicas resultantes se secaron en recipientes de teflón, utilizando placas calefactoras con agitación magnética (AG-5, Raypa, España). Los polvos resultantes se secaron en una estufa (Conterm, J.P. Selecta S.A., España) a 100 °C durante 24 h, y seguidamente se desaglomeraron empleando un molino de bolas (S100, Retsch, Alemania) con vasija y bolas de 1 cm de diámetro de WC. De cada lote de polvos se extrajeron 10 g, que se prensaron uniaxialmente (3912, Carver, Estados Unidos) en frío a 50 MPa en el interior de matrices cilíndricas de grafito. Seguidamente, las pastillas se introdujeron en bolsas de látex, que se cerraron herméticamente y se prensaron isostáticamente (CP360, American Isostatic

Press, Estados Unidos) en frío a 350 MPa. Las muestras verdes resultantes se introdujeron en crisoles de grafito con cierre de rosca, junto con 15 g de polvos empaquetadores de SiC (13.5 g; 600 grit Crystolon, Norton, Estados Unidos) y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (1.5 g; 15  $\mu\text{m}$ , Buehler, Estados Unidos). Estos crisoles se colocaron en un horno de grafito de alta temperatura y atmósfera controlada (1000-3560-FP20, Thermal Technology Inc., Estados Unidos). La sinterización se realizó a 1950 °C (con rampas de calentamiento y enfriamiento de 600 °C/h), durante tiempos ( $t_s$ ) de 2 ó 7 h, bajo flujo continuo de gas de Ar o  $\text{N}_2$ . En la tabla I se resumen las condiciones de sinterización de los materiales fabricados.

## 2.2. Caracterización mecánica

Para evaluar la respuesta mecánica de los materiales se realizaron ensayos de indentación Vickers y Hertz, así como ensayos de desgaste. En todos los casos, los ensayos se efectuaron en aire y a temperatura ambiente sobre probetas previamente pulidas con acabado de 1  $\mu\text{m}$ .

Los ensayos Vickers se efectuaron con un durómetro (MV-1, Matsuzawa, Japón) equipado con una punta piramidal de diamante. En todos los casos se realizaron un total de 10 ensayos, a una carga máxima ( $P$ ) de 10 kg durante 20 s, siendo la velocidad de aplicación de carga de 40  $\mu\text{m/s}$ . Seguidamente, se determinó la longitud de las diagonales de las improntas residuales ( $J$ ) y de las fisuras que emanan de sus esquinas ( $c$ ) utilizando un microscopio óptico (Epiphot 300, Nikon, Japón) y un programa de análisis de imágenes. Para evaluar la dureza ( $H_V$ ) y tenacidad ( $K_{IC}$ ) se utilizaron las siguientes expresiones convencionales para materiales frágiles (15):

$$H_V = 2P/J^2 \quad \text{y} \quad K_{IC} = 0.0016(K_1/H_V)^{3/4} P/c^{3/2},$$

siendo  $E$  el módulo elástico.

Los ensayos Hertz se realizaron con una máquina de ensayos universal (5565, Instron, Reino Unido) controlada mediante ordenador, a una velocidad de travesía constante de 0.05  $\mu\text{m/mim}$ . Para la realización de estos ensayos se utilizaron impresores esféricos de WC con radios ( $r$ ) de 1.38, 2.38, 3.18, 4.76, 7.94, y 12.7 mm, y cargas máximas ( $P$ ) en el rango 15-3500 N. Para poder determinar el radio de contacto en carga máxima ( $a$ ) incluso en el régimen elástico, antes de los ensayos se depositó (Scancoat Six, Edwards, Reino Unido) una fina capa de Au (0.01  $\mu\text{m}$ ). La medida de los radios de contacto se efectuó con un microscopio óptico y un programa de análisis de imágenes. La tensión y deformación de indentación se obtuvieron como  $p_0 = P/\pi a^2$  y  $a/r$ , respectivamente (15). Los módulos elásticos ( $E$ ) se determinaron mediante un ajuste lineal a los primeros puntos de la curva tensión-deformación de indentación (15).

Los ensayos de desgaste se realizaron con un tribómetro (multispecimen, Faville-Le Vally Corp., Estados Unidos) controlado por ordenador, en la geometría de bola sobre tres discos bajo condiciones de lubricación total. Los ensayos se efectuaron empleando bolas comerciales de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (NBD 200, Cerbec, Estados Unidos) con un radio de 6.35 mm, aplicando una carga total de 200 N a una velocidad de rotación de 100 rpm durante un máximo de 10 h, y con las probetas sumergidas en aceite de parafina (Heavy Grade, Fisher Scientific, Estados Unidos). Los ensayos se interrumpieron a intervalos para poder determinar el diámetro de las huellas de desgaste ( $d$ ) mediante un microscopio óptico y un programa de análisis de imágenes. De esta manera se evaluó el tamaño de la zona desgastada en función del tiempo.

## 2.3. Caracterización microestructural

Para caracterizar la microestructura de los materiales se utilizó microscopía electrónica de barrido. Las observaciones se efectuaron con un microscopio electrónico de barrido (S-3600N, Hitachi, Japón) operado en alto vacío a 30 kV. Antes de las observaciones las probetas se atacaron (K1050X, Emitech, Reino Unido) con un plasma de  $\text{CF}_4+4\%\text{O}_2$  durante 3 h, lo que permitió distinguir los granos de SiC de la fase intergranular. La medida de la longitud ( $L$ ) y anchura ( $D$ ) promedio de los granos se realizó con un programa de análisis de imágenes, sobre más de 1000 granos.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La microestructura de los seis materiales consiste en una distribución homogénea de granos de  $\alpha$ -SiC unidos mediante una fase intergranular residual de  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  cristalino. A modo de ejemplo, en la figura 1 se muestra la microestructura de uno de los materiales fabricados ( $\alpha$ -SiC70%Ar2h). En la tabla I se presentan los valores de los tamaños ( $L$ ) y factores de aspecto ( $L/D$ ) de los granos de  $\alpha$ -SiC determinados mediante el análisis de las imágenes de microscopía electrónica de barrido. Como puede apreciarse, estas dos magnitudes dependen del tiempo y atmósfera de sinterización pero no de la cantidad de aditivos. En estos materiales el crecimiento de grano se produce siempre por el mecanismo de disolución-precipitación (disolución de los granos de  $\alpha$ -SiC más pequeños en la fase líquida, difusión de Si y C a través del líquido, y finalmente precipitación de Si y C sobre los granos de  $\alpha$ -SiC de mayor

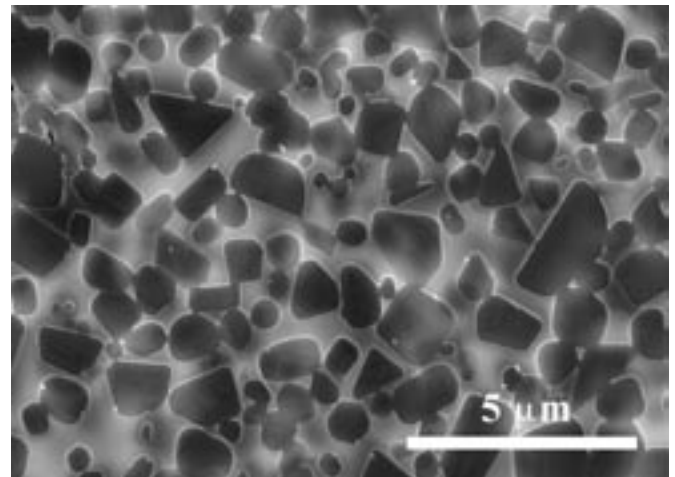


Fig. 1.- Microestructura del material sinterizado a 1950 °C, durante 2 h, bajo flujo de gas de Ar y utilizando una proporción del 30 % en peso de aditivos ( $\alpha$ -SiC70%Ar2h).

tamaño) (16-20). La fuerza motriz para el crecimiento de grano es la minimización de la energía superficial del sistema (20,21). Además, un estudio de otros autores ha demostrado que la cinética de crecimiento de grano en estos materiales está controlada por la reacción en la intercara sólido-líquido (22). Así pues, el tamaño de grano debe aumentar con el tiempo de sinterización y debe ser independiente de la cantidad de aditivos de sinterización, como efectivamente se ha observado en este estudio. Tan sólo queda por entender la inhibición parcial del crecimiento de grano durante la sinterización en

atmósfera de gas de  $N_2$ . Estudios recientes muestran que este efecto se debe principalmente a la incorporación de nitrógeno a la fase intergranular residual, lo que conlleva un aumento de la viscosidad de la fase líquida y por lo tanto una ralentización del proceso de solución-precipitación (19,20).

En cuanto a la morfología de los granos de  $\alpha$ -SiC, éstos son prácticamente equiaxiados (factor de aspecto de 1.4) para tiempos inferiores a 7 h con independencia de la atmósfera de sinterización. Al cabo de 7 h se observa un cierto alargamiento de grano, que podría estar relacionado con transformaciones de fases del tipo  $6H \rightarrow 4H$  y  $15R \rightarrow 4H$ . Conviene mencionar que el crecimiento anisotrópico de los granos de SiC es común para materiales fabricados a partir de polvo del tipo  $\beta$  (17-20). En este caso, el alargamiento se debe a la precipitación de Si y C como politipos  $\alpha$  sobre las zonas  $\alpha$  de los granos bifásicos  $\beta/\alpha$  originados tras la nucleación y crecimiento de los defectos de apilamiento del polvo  $\beta$  (17-20). De forma similar, en el caso de polvo de partida del tipo  $\alpha$  el alargamiento podría justificarse en base a la precipitación de Si y C como politipos 4H sobre las zonas 4H de los granos multifásicos de  $\alpha$ -SiC. No obstante, este aspecto deberá ser objeto de estudio en trabajos futuros.

En la tabla I se presentan los valores de dureza ( $H_V$ ) y tenacidad ( $K_{IC}$ ) de los seis materiales, determinados mediante ensayos de indentación Vickers. Como puede apreciarse, los materiales son más blandos cuando se utiliza una atmósfera de gas de Ar, y cuanto mayor es la proporción de  $Y_3Al_5O_{12}$  y el tiempo de sinterización. La disminución de la dureza con el aumento de la proporción de  $Y_3Al_5O_{12}$  se debe a que el  $\alpha$ -SiC es más duro que el  $Y_3Al_5O_{12}$  (~ 25 GPa frente a 15 GPa). Por otra parte, la disminución de la dureza con el aumento del tiempo de sinterización se debe a la degradación de los materiales de SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$  durante los tratamientos térmicos prolongados. Conviene recordar que el tamaño de grano de los seis materiales fabricados está siempre en el rango submicrométrico o micrométrico, por lo que las diferencias en los tamaños de grano no debe influir apreciablemente en la dureza de estos materiales. Finalmente, el aumento de la dureza al sinterizar bajo flujo de gas de  $N_2$  se debe tanto al endurecimiento por solución sólida al incorporarse nitrógeno a la fase intergranular residual y a los granos de  $\alpha$ -SiC, como a la formación de interfases  $\alpha$ -SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$  más rígidas que dificultan el movimiento relativo de los granos.

En la tabla I también se observa que los materiales son más tenaces cuando se utiliza una atmósfera de gas de Ar, y cuanto mayor es el tiempo de sinterización. La dependencia de la tenacidad con el aumento de la proporción de aditivos de sinterización es algo más compleja, ya que primero aumenta y luego disminuye. Observaciones preliminares mediante microscopía electrónica de barrido (no presentadas

aquí) indican que el modo de fractura de los materiales sinterizados en atmósfera de gas de Ar es predominantemente intergranular, con independencia de la proporción (en peso) de aditivos de sinterización. No obstante, se ha observado que el grado de deflexión de figuras primero aumenta y luego disminuye al aumentar la proporción de aditivos de sinterización. El pico máximo de deflexión se sitúa entorno a un 20 % en peso de aditivos; para proporciones inferiores las fisuras sufren una menor deflexión debido a la proximidad de los granos de  $\alpha$ -SiC, mientras que para proporciones mayores las figuras empiezan ya a propagarse también por el  $Y_3Al_5O_{12}$  interactuando en menor medida con los granos de  $\alpha$ -SiC (de hecho, para proporciones muy superiores al 30 % en peso la tenacidad del material compuesto puede corresponder con la del  $Y_3Al_5O_{12}$ ). Se entiende pues que la tenacidad del material aumente al pasar de un 5 % a un 10 % de aditivos debido a la mayor efectividad del mecanismo de puentado de fisuras (crack-bridging), y que disminuya al pasar de un 10 % a un 30 %. Para entender el efecto del tiempo de sinterización sobre la tenacidad de estos materiales basta considerar el correspondiente aumento en el tamaño y factor de aspecto de los granos. Efectivamente, al aumentar el tamaño de grano se hace más eficaz la deflexión de las fisuras, lo que conlleva un aumento de la tenacidad por una mayor efectividad del mecanismo de puentado de fisuras. El efecto de la atmósfera de gas de  $N_2$  se entiende considerando que la incorporación de nitrógeno al material conlleva la formación de interfases  $\alpha$ -SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$  más rígidas y granos de  $\alpha$ -SiC más pequeños, y por lo tanto a una propagación de figuras con una menor deflexión por los granos de SiC (menor efectividad del mecanismo de puentado de fisuras).

En la figura 2 se muestran las curvas tensión-deformación de indentación Hertz de los seis materiales. Como puede apreciarse, en todos los casos existe un primer tramo lineal que corresponde al régimen de deformación elástica, seguido de un segundo tramo no lineal que corresponde al régimen de deformación plástica. En la tabla I se presentan los valores de los módulos elásticos determinados mediante un ajuste lineal a los primeros puntos de cada curva. Como puede apreciarse, el módulo elástico disminuye con la proporción de  $Y_3Al_5O_{12}$  y es independiente del tiempo y atmósfera de sinterización. Conviene mencionar que esos módulos elásticos están en buen acuerdo con los calculados teóricamente según la composición de fases mediante la regla de las mezclas ( $E_{SiC} \approx 400$  GPa, y  $E_{Y_3Al_5O_{12}} \approx 282$  GPa). La comparación entre las curvas muestra además que los materiales son más cuasiplásticos cuando se utiliza una atmósfera de gas de Ar, y cuanto mayor es la proporción de  $Y_3Al_5O_{12}$  y el tiempo de sinterización. Claramente, estas tendencias son consistentes con los resultados de dureza y tenacidad obtenidos con

TABLA I. CONDICIONES DE PROCESADO-SINTERIZACIÓN UTILIZADAS PARA LA FABRICACIÓN DE LOS CERÁMICOS DE  $\alpha$ -SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$  Y PROPIEDADES MECÁNICAS A TEMPERATURA AMBIENTE DE LOS MATERIALES RESULTANTES.

Designación	Composiciones (% en peso)			Sinterización		Microestructura		Propiedades mecánicas (temperatura ambiente)			
	$\alpha$ -SiC	$Al_2O_3$	$Y_2O_3$	$t_s$ (h)	Gas	$L(\mu m)$	$L/D$	$H_V$ (GPa)	$K_{IC}$ (MPam <sup>1/2</sup> )	$E$ (GPa)	$t_i$ (min)
$\alpha$ -SiC95%Ar2h	95	2.147	2.853	2	Ar	0.8±0.2	1.4±0.2	24.0±0.6	2.4±0.1	410±3	350
$\alpha$ -SiC95%Ar7h	95	2.147	2.853	7	Ar	2.0±0.3	1.4±0.3	17.7±0.5	3.9±0.5	405±2	135
$\alpha$ -SiC90%Ar2h	90	4.294	5.706	2	Ar	0.8±0.2	1.4±0.2	21.2±0.3	2.9±0.2	390±2	70
$\alpha$ -SiC90%Ar7h	90	4.294	5.706	7	Ar	2.1±0.3	2.0±0.3	16.9±0.4	4.1±0.4	391±3	300
$\alpha$ -SiC90% $N_2$ 7h	90	4.294	5.706	7	$N_2$	0.7±0.2	1.4±0.3	21.1±0.3	2.5±0.1	389±4	90
$\alpha$ -SiC70%Ar2h	70	12.882	17.118	2	Ar	0.8±0.2	1.4±0.2	16.6±0.3	2.8±0.1	346±7	25

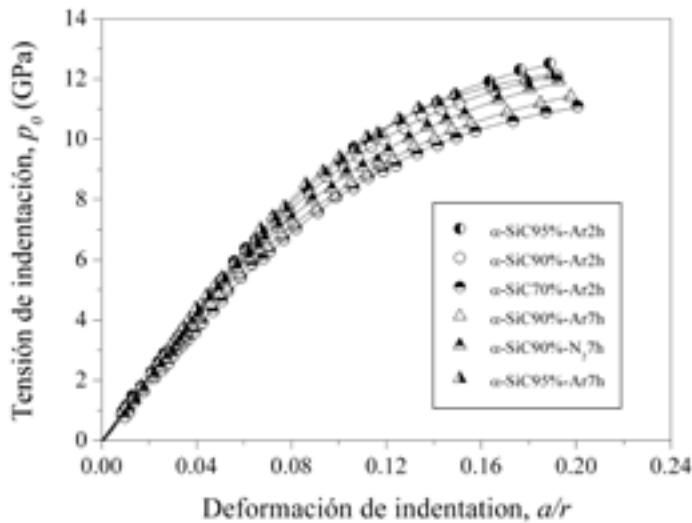


Fig. 2.- Curvas tensión-deformación de indentación a temperatura ambiente de cerámicos de  $\alpha$ -SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$ . Los puntos son los datos experimentales obtenidos mediante los ensayos Hertz, mientras que las líneas son guías para los ojos.

los ensayos de indentación Vickers. En todos los casos, la cuasiplasticidad en estos materiales se debe a la formación de microfisuras y fallas de cizalladura en las interfases  $\alpha$ -SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$  bajo la zona de contacto (2,23).

En la figura 3 se muestran las curvas de desgaste de los seis materiales fabricados. Como puede apreciarse, todos presentan el comportamiento de desgaste típico de los cerámicos policristalinos. Efectivamente, se observa un primer régimen de desgaste moderado controlado por deformación plástica, seguido de un segundo régimen de desgaste severo controlado por fractura (24). Durante el primer régimen se introduce daño plástico en forma de dislocaciones, que se van acumulando en el interior de los granos y de la fase intergranular generando

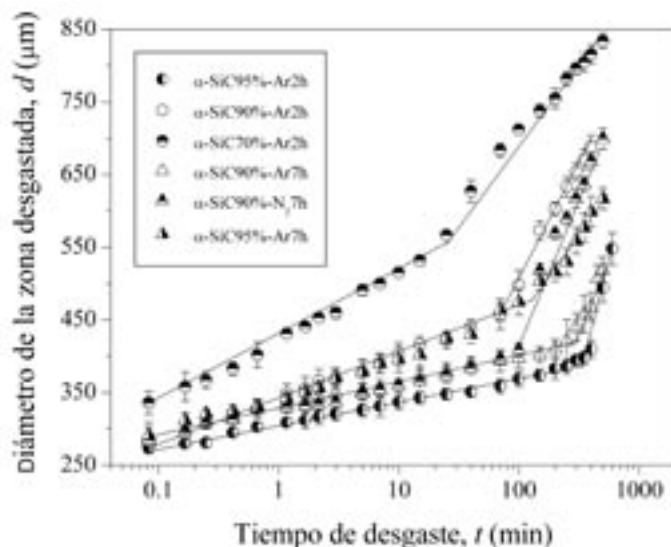


Fig. 3.- Curvas de desgaste a temperatura ambiente de cerámicos de  $\alpha$ -SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$ . Los puntos son los datos experimentales obtenidos mediante los ensayos de bola sobre tres discos, mientras que las líneas son guías para los ojos.

así tensiones de tracción en las fronteras de grano (24). La velocidad de desgaste en este régimen depende pues de la dureza del material (25), ya que cuando ésta aumenta se dificulta la generación de dislocaciones. La transición al régimen controlado por fractura ocurre cuando el factor de intensidad de tensiones alcanza el valor de la tenacidad de la interfase. Así pues, la localización del punto de transición ( $t_p$ ) depende de la dureza del material y de la tenacidad de las interfases. A partir del punto de transición empieza el arranque de los granos, y la velocidad de desgaste depende de la tenacidad del material y en menor medida de su dureza (25). Efectivamente, al aumentar la tenacidad se dificulta la propagación y coalescencia de las fisuras, lo que dificulta el arranque de los granos. La comparación entre las curvas de la figura 3 muestra que la resistencia al desgaste disminuye y la transición al régimen de fractura se adelanta cuando se utiliza una atmósfera de gas de  $N_2$ , y cuanto mayor es la proporción de  $Y_3Al_5O_{12}$  y el tiempo de sinterización. Estas tendencias son consistentes con los valores de dureza y tenacidad determinados con los ensayos de indentación Vickers (ver tabla I). Como es lógico, se necesitan estudios futuros para determinar los micromecanismos concretos de desgaste en estos materiales.

#### 4. CONCLUSIONES

Los resultados descritos permiten deducir las siguientes directrices de procesado para el diseño de cerámicos masivos de  $\alpha$ -SiC/ $Y_3Al_5O_{12}$  con propiedades mecánicas a temperatura ambiente predeterminedas:

1. El aumento del tiempo de sinterización conlleva una disminución de la dureza y de la resistencia al desgaste, así como un aumento de la tenacidad.
2. El aumento de la proporción de aditivos conlleva una disminución de la dureza y de la resistencia al desgaste. La dependencia de la tenacidad con el aumento de la proporción de aditivos de sinterización es algo más compleja, ya que primero aumenta y luego disminuye.
3. La sinterización en atmósferas ricas en nitrógeno conlleva un aumento de la dureza, y una reducción de la tenacidad y de la resistencia al desgaste.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida a través de los proyectos MAT2001-079 y MAT2004-05971 del Plan Nacional de Investigación Científica, Desarrollo e Innovación Tecnológica 2001-2004 (co-financiados con fondos FEDER).

#### BIBLIOGRAFÍA

1. N.P. Padture. "In Situ-Toughened Silicon Carbide". *J. Am. Ceram. Soc.* 77 [2] 519-523 (1994).
2. N.P. Padture and B.R. Lawn. "Toughness Properties of a Silicon Carbide with in situ-Induced Heterogeneous Grain Structure". *J. Am. Ceram. Soc.* 77 [10] 2518-2522 (1994).
3. S.K. Lee and C.H. Kim. "Effects of  $\alpha$ -SiC versus  $\beta$ -SiC Starting Powders on Microstructure and Fracture-Toughness of SiC Sintered with  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  additives". *J. Am. Ceram. Soc.* 77 [6] 1655-1658 (1994).
4. M.A. Mulla and V.D. Krstic. "Mechanical Properties of  $\beta$ -SiC Pressureless Sintered with  $Al_2O_3$  Additions". *Acta Metall. Mater.* 42 [1] 303-308 (1994).
5. V.D. Krstic. "Optimization of Mechanical Properties in SiC by Control of the Microstructure". *Mater. Res. Soc. Bull.* 20 [2] 46-48 (1995).

6. Y.-W. Kim, M. Mitomo, H. Emoto and J.G. Lee. "Effect of Initial  $\alpha$ -Phase Content on Microstructural and Mechanical Properties of Sintered Silicon Carbide". *J. Am. Ceram. Soc.* 81 [12] 3136-3140 (1998).
7. M. Nader, F. Aldinger and M.J. Hoffmann. "Influence of the  $\alpha/\beta$ -SiC Phase Transformation on Microstructural Development and Mechanical Properties of Liquid Phase Sintered Silicon Carbide". *J. Mater. Sci.* 34 [6] 1197-1204 (1999).
8. A. Gallardo-López, A. Muñoz, J. Martínez-Fernández and A. Domínguez-Rodríguez, "High-Temperature compressive Creep of Liquid Phase Sintered Silicon Carbide", *Acta Mater.* 47 [7] 2185-2195 (1999).
9. R.P. Jensen, W.E. Luecke, N.P. Padture and S.M. Wiederhorn, "High-Temperature Properties of Liquid-Phase-Sintered  $\alpha$ -SiC", *Mat. Sci. Eng.* A288 109-114 (2000).
10. G. Rixecker, I. Wiedmann, A. Roxinus and F. Aldinger. "High-Temperature Effects in the Fracture Mechanical Behaviour of Silicon Carbide Liquid-Phase Sintered with  $AlN$ - $Y_2O_3$  Additives". *J. Eur. Ceram. Soc.* 21 [8] 1013-1019 (2001).
11. Y. Zhou, K. Hirao, M. Toriyama, Y. Yamauchi and S. Kanzaki. "Effects of Intergranular Phase Chemistry on the Microstructure and Mechanical Properties of Silicon Carbide Ceramics Densified with Rare-Earth Oxide and Alumina Additions". *J. Am. Ceram. Soc.* 84 [7] 1642-1644 (2001).
12. T. Nagano, H. Gu, G.-D. Zhan and M. Mitomo. "Effect of Atmosphere on Superplastic Deformation Behaviour in Nanocrystalline Liquid-Phase-Sintered Silicon Carbide with  $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$  Additions". *J. Mat. Sci.* 37 [20] 4419-4424 (2002).
13. J.-W. Kim, K. Ando and M.C. Chu. "Crack-Healing Behavior of Liquid-Phase-Sintered Silicon Carbide Ceramics". *J. Am. Ceram. Soc.* 86 [3] 465-470 (2002).
14. T. Nagano, K. Kaneko, G.-D. Zhan, M. Mitomo and Y.-W. Kim. "Superplastic Behavior of Liquid-Phase-Sintered  $\beta$ -SiC Prepared with Oxynitride Glasses in an  $N_2$  Atmosphere". *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 [2] 263-270 (2002).
15. B.R. Lawn, "Fracture of Brittle Solids", 2ª Edición. Cambridge University Press, Cambridge (Reino Unido) 1993.
16. L.S. Sigl and H.-J. Kleebe. "Core/Rim Structure of Liquid-Phase-Sintered Silicon Carbide". *J. Am. Ceram. Soc.* 76 [3] 773-776 (1993).
17. H. Xu, T. Bhatia, S.A. Deshpande, N.P. Padture, A.L. Ortiz and F.L. Cumbreña. "Microstructural Evolution in Liquid-Phase-Sintered SiC: Part I, Effect of Starting Powder". *J. Am. Ceram. Soc.* 84 [7] 1578-1584 (2001).
18. S.A. Deshpande, T. Bhatia, H. Xu, N.P. Padture, A.L. Ortiz and F.L. Cumbreña. "Microstructural Evolution in Liquid-Phase-Sintered SiC: Part II, Effect of Planar Defects and Seeds in the Starting Powder". *J. Am. Ceram. Soc.* 84 [7] 1585-1590 (2001).
19. A.L. Ortiz, T. Bhatia, N.P. Padture and G. Pezzotti. "Microstructural Evolution in Liquid-Phase-Sintered SiC: Part III, Effect of Nitrogen-Gas Sintering Atmosphere". *J. Am. Ceram. Soc.* 85 [7] 1835-1840 (2002).
20. A.L. Ortiz. "Control Microstructural de Cerámicos Avanzados SiC Sinterizados con Fase Líquida  $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$ ". Tesis Doctoral, Universidad de Extremadura, 2002.
21. R.M. German. "Liquid Phase Sintering". Plenum Press, New York (Estados Unidos) 1985.
22. H. Ye, V.V. Pujar and N.P. Padture. "Coarsening in Liquid-Phase-Sintered  $\alpha$ -SiC". *Acta Mater.* 47 [2] 481-487 (1999).
23. B.R. Lawn, N.P. Padture, H. Cai and F. Guiberteau. "Making Ceramics "Ductile"". *Science* 263 1114-1116 (1994).
24. S.-J. Cho, B.J. Hockey, B.R. Lawn and S.J. Bennison. "Grain-Size and R-Curve Effects in the Abrasive Wear of Alumina". *J. Am. Ceram. Soc.* 72 [7] 1249-1252 (1989).
25. N.P. Padture. "Engineering Properties of Ceramics, Glasses and Composites. Section 2: Mechanical Behavior (Ambient)". Capítulo 19 en *Handbook of Ceramic Engineering* (en prensa). Ed. M.N. Rahaman, Marcel Dekker, New York, Estados Unidos.

Recibido: 09.01.05

Aceptado: 08.06.05

