

Determinación de la tenacidad a la fractura mediante indentación Vickers

Enrique Rocha Rangel

Departamento de Materiales, Universidad Autónoma Metropolitana
rre@correo.azc.uam.mx

Sebastián Díaz de la Torre

Centro de Investigación e Innovación Tecnológica CIITEC. IPN
Isediazt@yahoo.com.mx

RESUMEN

La determinación de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) de materiales frágiles, tales como los cerámicos y algunos materiales compuestos, a través de métodos convencionales resulta muy laboriosa. De algunos años a la fecha se ha venido utilizando un método alternativo conocido como fractura por indentación. Diversos autores han propuesto ecuaciones basadas en la teoría mecánica de la fractura lineal para determinar K_{IC} por medio de este método. En este trabajo se presenta el método de fractura por indentación tomando en cuenta sus procedimientos y analizando los principales problemas que se presentan al aplicarlo, para lo cual se utiliza como material de estudio un compuesto cerámico de mullita-zirconia fabricado por medio de sinterización asistida con plasma.

PALABRAS CLAVE

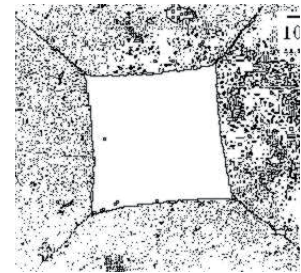
Tenacidad a la fractura, indentación, compuesto, mullita, zirconia.

ABSTRACT

The assessment of fracture toughness (K_{IC}) on fragile materials such as ceramics or composites through conventional methods can be arduous. Recently, an alternative route known as the Indentation Fracture technique has been applied to this purpose. Several authors have proposed math equations based on the lineal mechanical fracture theory for determining K_{IC} . The indentation fracture method and its application procedure are described in this work, whereas typical problems involved in the test are shown. A mullite-zirconia ceramic composite fabricated by the spark plasma sintering method was used as studied material.

KEYWORDS

Fracture toughness, indentation, composite, mullite, zirconia.



INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos presentan propiedades de gran interés en diversas aplicaciones estructurales, específicamente aquellas en que se aprovecha su alta dureza, estabilidad química y térmica, además de su elevada rigidez. Sin embargo, su gran fragilidad ha limitado considerablemente sus aplicaciones, a pesar de que se han desarrollado cerámicos con materiales de refuerzo precisamente para incrementar la tenacidad de los mismos. Una de las propiedades macroscópicas que caracteriza la fragilidad de un cerámico es la tenacidad a la fractura (K_{IC}).

La tenacidad a la fractura describe la facilidad con la cual se propaga una grieta o defecto en un material. Esta propiedad se puede evaluar a través de diversos métodos como lo son: Solución analítica, solución por métodos numéricos (elemento finito, integral de límite, etc.), métodos experimentales (compliance, fotoelasticidad, extensometría, etc.), y métodos indirectos (propagación de grietas por fatiga, indentación, fractográficos, etc.). La selección del método de determinación de la tenacidad a la fractura depende de la disponibilidad de tiempo, recursos y nivel requerido de precisión para la aplicación.

En la práctica, las mediciones de K_{IC} requieren de ciertas condiciones microestructurales en el material que permitan la propagación de las grietas a través del mismo de una manera homogénea. La resistencia de materiales está gobernada por la conocida teoría de Griffith, la cual relaciona la resistencia (S) con el tamaño del defecto o grieta (c) mediante $S = YK_{IC}/c^{1/2}$.

Esta expresión sugiere la necesidad de reducir el tamaño de grano y cualquier defecto de procesamiento en la microestructura final para optimizar la resistencia mecánica del material. Aún más, conforme aumenta la tenacidad K_{IC} , la resistencia se vuelve menos dependiente del tamaño del defecto, produciendo con ello un material más tolerante al agrietamiento. Debido a los altos módulos elásticos y los bajos valores de K_{IC} en los materiales frágiles, conseguir un crecimiento de grietas estables en ellos es complicado y en ocasiones se necesitan tanto equipos de medición como geometrías de muestras complejos.¹⁻²

En conclusión el problema de aplicar estos métodos para evaluar K_{IC} es que se requieren procedimientos muy laboriosos y sólo se obtiene un resultado por muestra, siendo necesario hacer varias mediciones para obtener resultados estadísticos confiables. Se han propuesto muchos métodos simples para evitar estas dificultades. Un método particularmente atractivo por su sencillez para evaluaciones rutinarias de ingeniería de materiales es la técnica de fractura por indentación IF (indentation fracture). Sin embargo, este método ha sido algo cuestionado debido a que las ecuaciones producto del modelamiento involucra constantes de calibración que introducen errores sistemáticos y también errores que surgen de las imprecisiones en las mediciones necesarias en el ensayo. A pesar de esto y de que el método no ha sido normalizado, sigue siendo ampliamente utilizado dada su relativa facilidad de aplicación.³⁻⁴

Aunque, el método IF sólo puede medir aproximaciones de los valores de K_{IC} , es una técnica conveniente para evaluaciones de muchos materiales frágiles de ingeniería. Esta técnica está basada en ensayos estándares de dureza. La medida de esta propiedad está regulada por las normas ASTM C 1327-99,⁵ lo que hace más confiable el resultado obtenido. El ensayo es relativamente simple de llevar a cabo y requiere únicamente de un durómetro estándar y un microscopio óptico. Una pieza pequeña de material con una superficie libre de esfuerzos y grietas es suficiente como muestra de ensayo. El método, sin embargo, no es apropiado para materiales con valores de K_{IC} , por debajo de $1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, significativa ductilidad, tamaño de grano grande y microestructuras heterogéneas.

El objetivo de este trabajo es mostrar el procedimiento usado para medir el K_{IC} a través del método IF para lo cual se fabricaron cerámicos mullita-zirconia por medio de sinterización asistida con plasma. La sinterización por plasma es un método ampliamente probado para la obtención de cuerpos cerámicos densos, con microestructuras finas y homogéneas, como lo reportan Munir,⁶ Tokita⁷ y Scheider⁸ en sus trabajos, situación que en este estudio ayudará a realizar mediciones de K_{IC} más confiables.

EL MÉTODO IF

El método de fractura por indentación, derivado del procedimiento experimental que comúnmente se sigue en las pruebas de dureza consiste en relacionar las longitudes de las grietas mostradas en la figura 1, que crecen en las esquinas de la indentación Vickers cuando se aplica una carga (P), con la tenacidad del material.

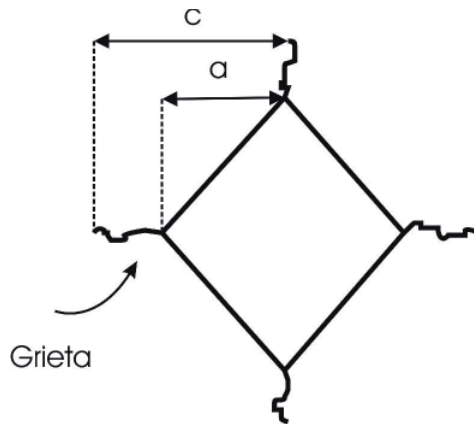


Fig. 1. Huella de indentación Vickers.

Para calcular K_{IC} por este método se han desarrollado un sinnúmero de ecuaciones, algunas de las cuales requieren los valores de los módulos de Young y Poisson para su utilización, además de los resultados del ensayo de dureza. Las ecuaciones se dividen en dos grupos: empíricas y experimentales. Una de las más usadas entre las empíricas es la ecuación (1) propuesta por Evans.⁹ Mientras que la ecuación (2) propuesta por Niihara.¹⁰ es de las experimentales más utilizadas.

$$K_{IC} = 0.16 (c/a)^{-1.5} (Ha^{1/2}) \quad (1)$$

$$K_{IC} = 0.0298 H \sqrt{a} (E/H)^{1/2} (c/a)^{-1.38} \quad (2)$$

Además:

$$H = 1.8P/a^2 \quad (3)$$

Donde:

K_{IC} = Tenacidad a la fractura ($MPa \cdot m^{1/2}$)

H = Dureza Vickers (MPa)

E = Módulo de Young (MPa)

P = Carga de prueba en durómetro Vickers (MPa)

c = Longitud media de las grietas obtenidas en las puntas de la huella Vickers (micras)

a = Longitud media de la mitad de la diagonal de la huella Vickers (micras)

En este trabajo, se utilizan ambas ecuaciones, la propuesta por Evans y la propuesta por Niihara para la evaluación del K_{IC} , y se analiza la diferencia de los resultados entre ellas.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

La experimentación consistió en producir piezas mullita-zirconia a partir de mezclas de Al, Al_2O_3 y $ZrSiO_4$ mediante molienda, compactación isostática en frío y sinterización asistida por plasma. Detalles de la experimentación con respecto a la molienda y compactación se encuentran ampliamente descritos por Rocha.¹¹

Para la sinterización de las muestras mediante el uso de plasma, estas fueron calentadas primeramente en un horno convencional hasta una temperatura de $1100^\circ C$ a una velocidad de $1^\circ C/min$ con el fin de oxidar todo el aluminio. A continuación, las piezas se trituraron en un mortero de ágata y posteriormente se molieron en un molino del tipo planetario durante 35 min a 300 rpm.

Para la sinterización 3 g de polvo fueron colocados en un dado de grafito de 2 y 5 cm de diámetro interno y externo respectivamente y fueron sinterizados con asistencia de plasma a diferentes temperaturas entre 1460 y $1620^\circ C$. La temperatura de sinterización se varía con el propósito de obtener distintos grados de densificación en las pastillas y con ello variación en sus propiedades mecánicas, en este caso la tenacidad a la fractura. Las condiciones de operación de la máquina sinterizadora fueron 60 Hz, con atmósfera de vacío, 40 MPa de presión se



Pastilla de mullita-zirconia utilizada en los experimentos.



Equipo de difracción de rayos-x, Philips 5500 usado para evaluar las muestras.

aplicaron constantemente sobre el polvo durante su sinterización, la velocidad de calentamiento fue de 500°C/min. El tiempo de sinterizado fue de 3 min.

Con ayuda de difracción de rayos-X se determinaron las fases presentes en las muestras y mediante microscopía electrónica de barrido se realizó una caracterización microestructural de las mismas. La densidad de las muestras sinterizadas se midió haciendo uso del principio de Arquímedes.

La dureza de las piezas se evaluó usando un durómetro Vickers marca Mitutoyo empleando cargas de 50 MPa durante 15 segundos de penetración. Antes de la indentación, las muestras fueron pulidas a espejo y tratadas térmicamente a 1000°C durante 1 h para relevar esfuerzos residuales. En total se realizaron 12 indentaciones por muestra, desechando al final los valores menor y mayor y practicando un promedio estadístico de los valores restantes para obtener el valor reportado. De la misma prueba de indentación, se determinó la tenacidad a la fractura del material por el método IF de fractura por indentación antes descrito. El módulo Elástico o de Young fue estimado haciendo uso de técnicas de ultrasonido.

RESULTADOS

Caracterización microestructural

La figura 2 presenta el patrón de difracción de rayos-X obtenido para la muestra sinterizada a 1560°C. En este patrón se aprecia que la muestra está constituida por mullita y zirconia en sus fases tetragonal y monoclinica. A partir de estos

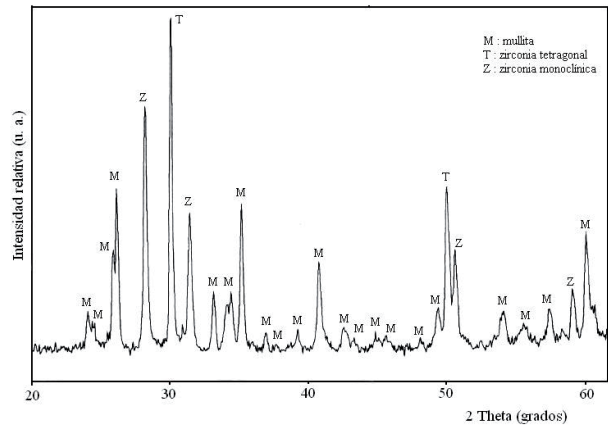


Fig. 2. Patrón de difracción de rayos-X de la muestra sinterizada a 1560 °C.

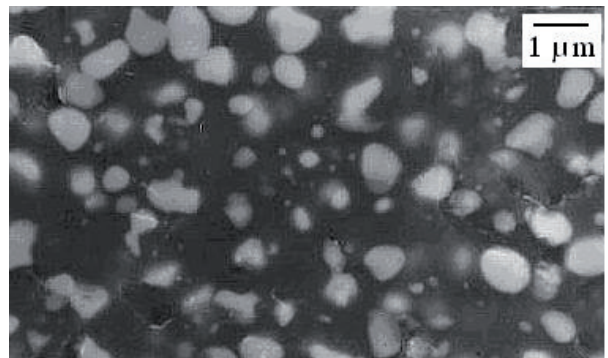


Fig. 3. Microestructura de la muestra sinterizada a 1560 °C. (zirconia fase blanca y mullita fase negra).

resultados se realizó un análisis semi-cuantitativo propuesto por Boch¹² y el mismo permitió concluir que la muestra está constituida por 61.1% de mullita, 15.5% de zirconia monoclinica y 23.4% de zirconia tetragonal.

En la figura 3 se observa una microestructura típica de la muestra sinterizada a 1560°C, esta microestructura está constituida por granos redondeados de zirconia (blancos) dispersados uniformemente en una matriz de mullita (negra). La microestructura es fina y homogénea, el tamaño promedio de los granos de mullita es de ~ 2 a 3 µm mientras que el tamaño de la zirconia es de ~ 1 µm. También se alcanzan a apreciar zonas de porosidad abierta en la microestructura.

La figura 4 muestra una huella Vickers típica de las aquí observadas. Nótese el tamaño de las grietas generadas en los vértices de la huella, así como una huella bien definida y uniforme.

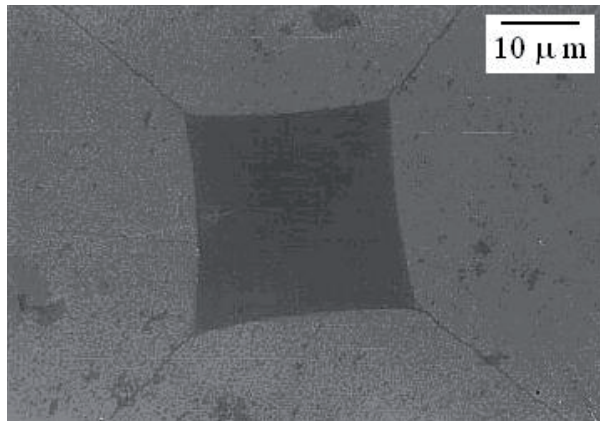


Fig. 4. Micrografía típica de las indentaciones Vickers (50 MPa).

que sugiere que los valores de densidad, dureza, módulo de Young y tenacidad a la fractura aquí medidos son confiables. Otra observación importante de estos resultados es que los valores de tenacidad a la fractura calculados mediante la ecuación de Evans siempre son mayores en comparación de los valores obtenidos por la ecuación de Niihara. De aquí se comenta que la ecuación de Niihara por ser una ecuación derivada experimentalmente se sabe que produce valores con una precisión menor al 10% de error en comparación con valores obtenidos mediante ensayos normalizados como es el caso de la ecuación de Evans,⁹ por lo mismo resulta más confiable el dato obtenido mediante la aplicación de la ecuación obtenida experimentalmente.

PROPIEDADES MECÁNICAS

La tabla I muestra las propiedades mecánicas y densidad relativa obtenidas en las muestras sinterizadas con asistencia de plasma como una función de la temperatura de sinterización. Aquí se tiene que la tenacidad del material se incrementa de manera proporcional con la densidad relativa del mismo y con la temperatura hasta alcanzar un máximo en la muestra sinterizada a 1560°C. El módulo de Young teórico para un cerámico con composición 65% mullita y 35% zirconio (similar a los aquí obtenidos) es de 220 GPa. Para la muestra tratada a 1560°C se alcanzó el 95% del módulo teórico, lo

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El método IF es fácil y sencillo de realizar, sin embargo requiere de una cuidadosa ejecución de cada una de las etapas que lo conforman, situación que en ocasiones no es sencillo de conseguir, ya que esto depende de la habilidad de la persona para preparar las muestras y más que nada para determinar las lecturas de las magnitudes implicadas en el método. Cabe mencionar que los defectos remanentes en la superficie de los materiales frágiles como grietas o rayas, o aquellos defectos generados durante su prueba y/o en servicio pueden degradar considerablemente su resistencia mecánica.

Tabla I. Propiedades mecánicas y densidad relativa de cerámicos mullita-zirconia fabricados por asistencia con plasma.

Temperatura de sinterización (°C)	Densidad relativa (%)	Dureza (GPa)	Modulo de Young (GPa)	Tenacidad a la fractura (MPa•m ^{1/2}) (Evans)	Tenacidad a la fractura (MPa•m ^{1/2}) (Niihara)
1460	98.1	1530	193	3.14	2.93
1480	98.3	1506	183	3.36	3.00
1500	99.1	1515	207	3.53	3.20
1520	99.4	1640	174	4.13	3.44
1540	99.5	1183	214	6.01	5.38
1560	99.8	1558	207	6.97	5.97
1580	99.7	1353	187	6.71	5.93
1620	99.6	749	141	5.69	5.23

Lo primero que se debe hacer para la evaluación de K_{IC} es un estudio acerca de cómo varía la dureza con la carga aplicada y la observación minuciosa en microscopio de la evolución del agrietamiento producido a diferentes cargas. Esto se debe efectuar ya que el agrietamiento producido puede ser excesivo o se pueden formar huellas no uniformes, debido a una preparación deficiente de las muestras y fallas en la calibración del equipo de indentación. Cuando la dureza de un material varía de acuerdo con la carga aplicada, genera un problema adicional en cuanto a la carga que se debe aplicar para obtener un valor de K_{IC} confiable ya que la ecuación de Niihara aquí utilizada se dedujo para muestras en donde la dureza no variaba con la carga. La manera en que se debe proceder es seleccionar la carga que produzca una huella de acuerdo a lo que publicó G. Quinn en su trabajo,¹³ y que además produzca un valor de dureza cercano o igual a la dureza constante.

En lo que respecta a la tenacidad a la fractura de los materiales fabricados se observa en la tabla I que esta propiedad se incrementa con la temperatura hasta alcanzar un máximo de $5.97 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ en la muestra sinterizada a 1560°C . El mejoramiento en la tenacidad a la fractura es interesante si se comparan los valores aquí obtenidos con otros reportados en la literatura ($2\text{-}4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) para materiales similares a los aquí estudiados. La mejora en la tenacidad a la fractura se atribuye a la rápida y buena consolidación del material lo que permite obtener materiales con microestructuras finas y con buena retención de zirconio en su fase tetragonal. Rocha¹¹ en su trabajo reporta que el mecanismo de reforzamiento que actúa en estos materiales es debido a la reacción de transformación de la zirconia.

Finalmente, es importante considerar que las altas densidades alcanzadas en un material implican módulos elásticos mayores y por consiguiente una fragilidad mayor, pero no necesariamente será menor la tenacidad a la fractura ya que como se comentó antes, esta propiedad además de depender de la microestructura del material también depende de la composición química de éste e incluso del método de procesamiento del mismo. Por lo que no siempre se pueden comparar las propiedades de un material y otro aunque estos presenten la misma composición química.

CONCLUSIONES

La velocidad de calentamiento en el proceso SPS es tan alta que el tiempo de tratamiento no tiene una influencia notable como la temperatura en la obtención de cuerpos densos. Esta velocidad de calentamiento también ocasiona que el engrosamiento de la microestructura no sea muy grande, lo que a su vez permite obtener cuerpos con altos contenidos de zirconia tetragonal.

Las microestructuras obtenidas en las muestras aquí procesadas presentan una matriz constituida por mullita, con partículas de zirconia homogéneamente distribuidas en la matriz y ubicadas principalmente en zonas intergranulares.

La tenacidad a la fractura de los composites obtenidos es mayor a la de la mullita pura en todos los casos aquí estudiados. El reforzamiento por transformación de la zirconia es el mecanismo responsable de esta mejora en la tenacidad.

Los requisitos principales que deben cumplir las muestras para que les sea aplicado el método IF son:

- Porosidad fina y bien distribuida
- Microestructura homogénea
- Buen acabado superficial, libre de esfuerzos residuales, poros y grietas
- Paralelismo de las superficies

REFERENCIAS

1. ASTM C 1327-99, Standard Test Method for Fracture Toughness at Room Temperature of Advanced Ceramics, Annual Book of ASTM Standards, 1999, 14-02.
2. Weisbrod g. and Rittel D., A Method for Dynamic Fracture Toughness Determination Using Short Beams, International Journal of Fracture, 2000, 104, p. 1-5.
3. Orloskava N., Mechanical Properties of LaCoO_3 Based Ceramics, J. Eur. Ceram. Soc., 2000, 20, p. 51-56.
4. Plaza L.M., Determination of Uncertainties in Plane Toughness (K_{IC}) Testing, Seminario Sobre la Evaluación de la Incertidumbre en Ebsayos Mecánicos, Universidad de la Rioja, España, 2003.

5. ASTM C 1161, Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics, Annual Book of ASTM Standards, 1997, 14.
6. Munir.Z.A., Anselmi-Tamburini and Ohyanagi M., The Effect of Electric Field and Pressure on the Synthesis and Consolidation of Materials: A Review of The Spark Plasma Sintering Method, J. Mater. Sci., 2006, 41, p. 763-777.
7. Tokita M., Mechanisms of Spark Plasma Sintering and Its Applications for Ceramics, New Ceramics, 1997, 10, p. 43-48.
8. Scheider V, Risbud S.H. and Mukherjee A.K., Rapid Consolidation Processing of Silicon Nitride Powders, J. Mater. Research, 1996, 2, p. 258-262.
9. Evans A.G. and Charles E.A., Fracture Toughness Determination by Indentation, J. Am. Ceram. Soc., 1976, 59, p. 371-372.
10. Niihara K., Morena R and Hasselman D.P.H., Evaluation of K_{IC} of Brittle Solids by The Indentation Method with Low Crack-To-Indentation Ratios, J. Mater. Sci. Lett., 1982, 1, p. 13-16.
11. Rocha E., Producción de Mullita Reforzada con Zirconia por Oxidación-Sinterización, Tesis Doctoral, ESQIE-IPN, 1999.
12. Boch P., Chartier T. and Giry J.P., Zirconio Toughened Mullite / The Role of Circón Dissociation, Ceram. Trans., Mullite and Mullite Matrix Composites, editado por S. Somiya, R.F. Davies and J.A. Pak, 1990, 6, p. 473-494.
13. Quinn, G., Indentation Hardening Testing of Ceramics, Annual Book of ASTM Standards, 1999, 8, p. 244-251.



**El Instituto de Ingenieros en Electricidad y en Electrónica (IEEE) Sección Morelos
y el Instituto de Investigaciones Eléctricas (IIE) de México**

INVITAN AL

**6° CONGRESO INTERNACIONAL SOBRE INNOVACIÓN
Y DESARROLLO TECNOLÓGICO, CIINDET 2008**

Centro Vacacional de Oaxtepec, Morelos, México
8 al 10 de Octubre de 2008

TEMAS

- Sistemas computacionales
- Ingeniería eléctrica
- Ingeniería mecánica
- Electrónica e instrumentación

TEMAS

- Mecatrónica
- Comunicaciones
- Energías alternas
- Medio ambiente

TEMAS

- Nuevas tecnologías
- Gestión de la tecnología y educación
- Sistemas de control

INFORMES

Lic. Matilde Mier Torres
Coordinador Administrativo
Tel. (777)3623811 ext. 7192
mmier@ieee.org

INFORMES

M.C. Julio Hernández Galicia
Apoyo técnico
Tel. (777)3623811 ext. 7450
hgalicia@ieee.org

INFORMES

SOBRE ARTÍCULOS TÉCNICOS
M.C. Humberto Hernández García
Presidente del Comité Técnico
Tel. (777)3623811 ext. 7445
ciindet2008@ieee.org

www.ciindet.org