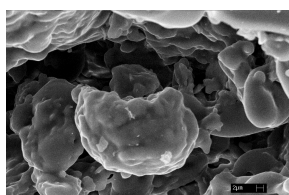


Estudio fractográfico de losetas cerámicas

Leonardo Chávez Guerrero, Moisés Hinojosa Rivera,
Lourdes Peñaloza Peña
Programa de Doctorado en Ingeniería de Materiales FIME-UANL.
hinojosa@gama.fime.uanl



ABSTRACT

This work reports the characterization of and the fractographic analysis of common ceramic tiles. Samples were fractured by three-point bend testing and the fracture surfaces were analyzed both by SEM and AFM. The heterogeneous microstructure accounts for the low Weibull Modulus of the ceramic tiles.

KEYWORDS

Weibull modulus, fractography, fractometry.

INTRODUCCIÓN

La mecánica de la fractura ha tenido un gran auge en los últimos 20 años ya que su conocimiento contribuye a la solución de un problema muy costoso tanto económicamente como en vidas humanas.

Mientras que la mecánica de la fractura se encarga de diseñar y evaluar componentes agrietados con el fin de aumentar la resistencia a la propagación de grietas que producen la fractura, la fractografía se interesa por la forma de las superficies creadas al propagarse una grieta; ya que, esta morfología de la grieta contiene la información necesaria para determinar y reproducir las condiciones bajo las cuales ocurrió la falla.¹

Los materiales cerámicos se utilizan ampliamente y sus aplicaciones van desde los objetos más sencillos de alfarería hasta los más avanzados como reemplazos de huesos, refractarios y superconductores.

Existe una amplia variedad de pruebas mecánicas para determinar las propiedades de un material, entre estas están las pruebas de tensión, compresión, flexión etc., estas pruebas se realizan simulando condiciones reales de esfuerzos en los materiales con el fin de poder predecir su comportamiento al momento de emplearse.

CERAMICOS

El término cerámicos proviene del griego “*keramos*” que se empleaba para designar los objetos hechos con arcilla quemada.² La arcilla está compuesta de silicoaluminatos con cantidades variables de impurezas.

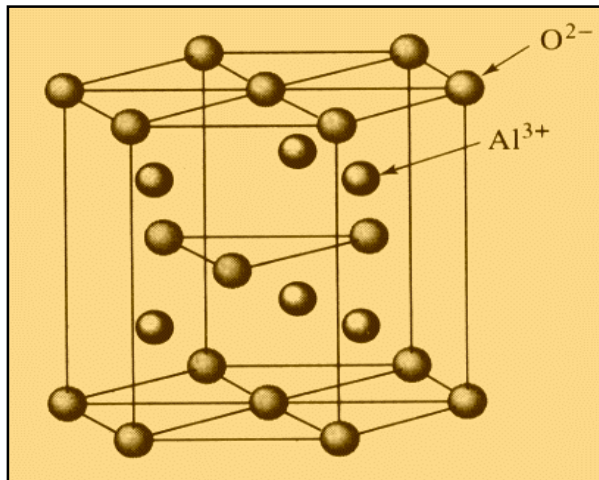


Fig. 1. Celda unitaria de la alúmina (Al₂O₃).

Los materiales cerámicos presentan una complejidad mayor que los metales y los polímeros en su estructura cristalina ya que muestran una combinación de celdas unitarias debido principalmente a la necesidad de un equilibrio de cargas eléctricas entre los distintos átomos presentes.

Un ejemplo muy conocido es la alúmina (Al₂O₃) ó corindón (figura 1), donde sólo puede haber 2 iones de Al³⁺ por cada 3 iones de O²⁻ para mantener la neutralidad eléctrica.³

La mayoría de los cerámicos de uso industrial presentan una mezcla de fases (cristales) unidas con material amorfo (liga).

En los materiales cerámicos se forman soluciones sólidas sustitucionales e intersticiales, la solubilidad sólida de una fase dentro de otra es limitada; y por lo tanto, es difícil mantener una distribución equilibrada de cargas cuando se introducen iones.

Sin embargo las deficiencias o excesos de cargas se pueden acomodar produciendo defectos, con el fin de equilibrar las cargas un ion puede desplazarse hacia la superficie afectando las propiedades del cerámico, también es posible acomodar la carga fuera de equilibrio creando vacancias.

Otro defecto que la industria considera muy importante es la porosidad, los poros pueden estar aislados dentro del sólido (cerrado) o pueden estar interconectados por canales que lleguen a la superficie del sólido (abierto), tendrá mejores propiedades aislantes a mayor porosidad, pero los poros obviamente son indeseables en el producto final ya que

disminuye la resistencia mecánica así como la resistencia al ingreso de líquidos o gases al interior del cerámico.

EXPERIMENTACIÓN

El presente estudio se llevó a cabo empleando un material cerámico de uso común en forma de losetas, las cuales están compuestas de dos zonas, la primera y más extensa está compuesta de arcilla y la segunda consiste en un recubrimiento de vidrio como se muestra en la figura 2.

Ceramografías

Las muestras se encapsularon en resina, posteriormente se desbastaron con lijas de carburo de silicio utilizando mallas desde 800 hasta 4000 (tamaño de grano respectivamente) y finalmente fueron pulidas con diamante de 1 mm sin que recibieran ataque químico.

Espectroscopía EDX

Mediante el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) se obtuvieron imágenes de la microestructura y la composición química semicuantitativa utilizando difracción de rayos X (EDX), se recubrió la muestra con grafito para que la superficie del material pudiera conducir la electricidad y así observar sobre que zona se realizaba la prueba.

Difracción de rayos X

Para determinar la composición química se utilizó el material que corresponde a la zona de arcilla únicamente, libre del recubrimiento para pulverizarlo en un molino de bolas y después analizarlo en un difractor de rayos X con ánodo de cobre.

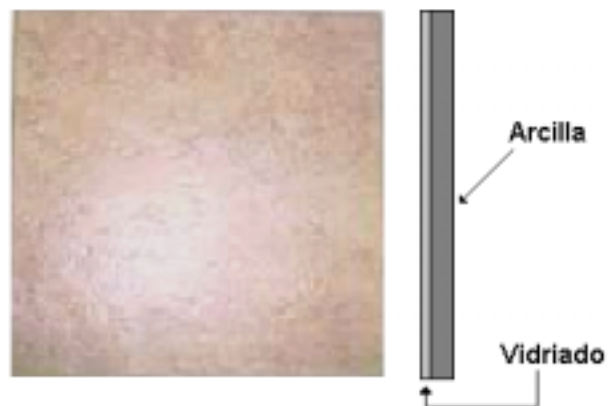


Fig. 2. Loseta mostrando la superficie con vidrioado.

Fluorescencia de rayos X

Esta técnica se utilizó para determinar la composición química del recubrimiento vítreo de la loseta. Esta técnica se utiliza cuando el material analizado es amorfo.

Ensayo de flexión

Para el ensayo de flexión se fabricaron 20 probetas con dimensiones de 1 cm de sección transversal, 10 cm de longitud y 0.6 cm de espesor. Para determinar la resistencia, las probetas se ensayaron por flexión en tres puntos en la máquina universal hasta producir la fractura. Las condiciones de carga y posiciones de los apoyos se muestran en la figura 3.

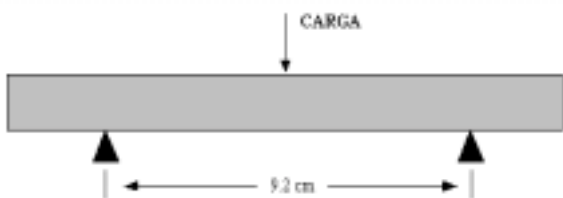


Fig. 3. Prueba de flexión.

Una vez que se fracturaron las probetas se realizó un análisis fractográfico tradicional empleando el *MEB* en la modalidad tanto de electrones secundarios como de retrodispersados y en el Microscopio de Fuerza Atómica (*MFA*) en la modalidad de contacto con "puntas" *ultralever*.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la tabla 1 se muestran los resultados del *EDX* donde se indica la presencia de mullita ($Al_6Si_2O_{13}$) Anorthita ($CaAl_2Si_2O_8$) y SiO_2 en forma de cuarzo en mayor cantidad ya que se trata de arcilla.

Tabla 1. Compuestos cerámicos.

FASE	%
Mullita	5.42
Cuarzo	79.42
Anorthita	10.43
$KaSi_3O_8$	4.7

En la tabla 2 se muestra el resultado del análisis químico sobre el vidriado obtenido mediante fluorescencia de rayos X. El último renglón indica la suma de los elementos presentes en un porcentaje menor al 1%.

Identificación de fases

Tabla 2. Elementos detectados en el recubrimiento.

ELEMENTO	MASA (%)
C	2.01
O	39.40
Na	3.36
Mg	1.06
Al	9.87
Si	24.8
Ca	10.2
Zn	2.58
Zr	3.91
$\Sigma < 1\%$	2.7696

La figura 4 muestra una imagen a 1000X obtenida por *MEB* donde se observan las diferentes zonas microestructurales.

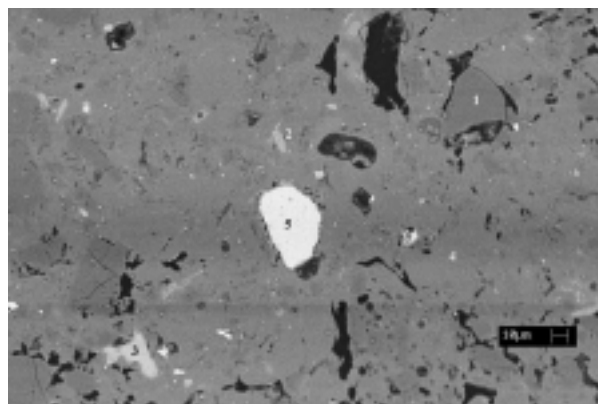


Fig. 4. Micrografía del material cerámico.

De la figura 5 a 9 se muestra el espectro de la energía radiada por el material correspondiente a las zonas 1 a 5 respectivamente.

Debido a la gran cantidad de elementos es lógico que existan tantas fases (5) ya que se generan combinaciones de estos elementos.

En todas las imágenes que muestran la energía radiada por las fases se observa una considerable variación en la composición lo que corrobora las diferencias en apariencia que se muestran en la figura 4. Para las fases 2 a 5 se observa una gran cantidad de elementos presentes (Ti, Ca, Fe, Na, K, C, Al, Mg) y el aumento de fases aumenta el grado de heterogeneidad del material.

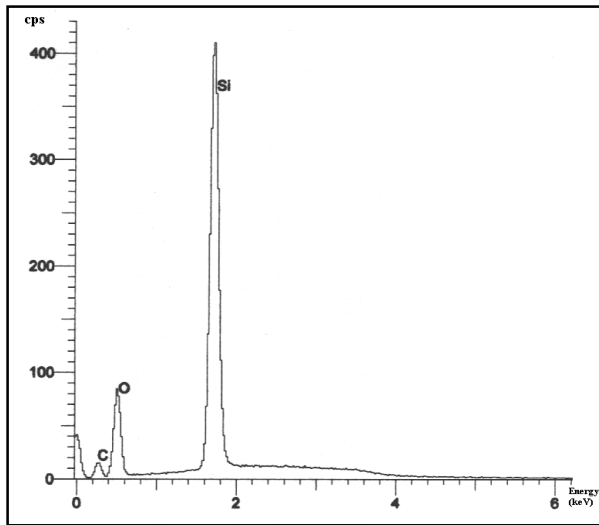


Fig. 5. Espectro de energía correspondiente a cada elemento de la fase 1.

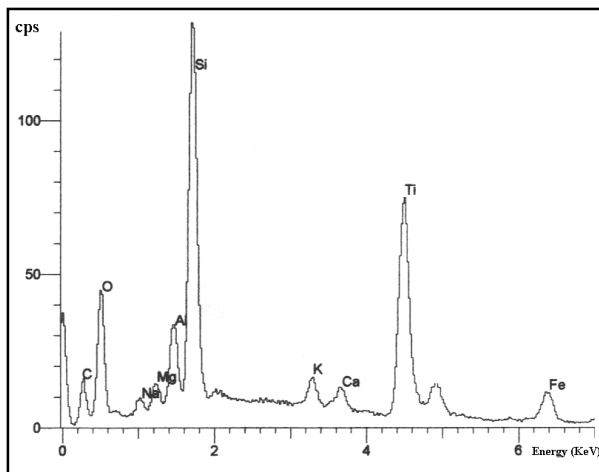


Fig. 6. Espectro de energía para la fase 2.

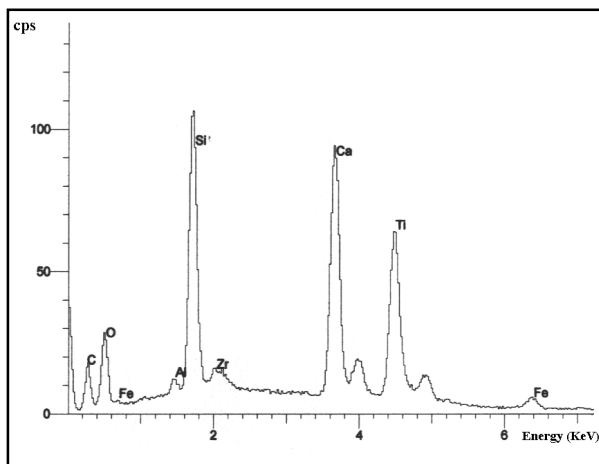


Fig. 7. Distribución de energía para la fase 3.

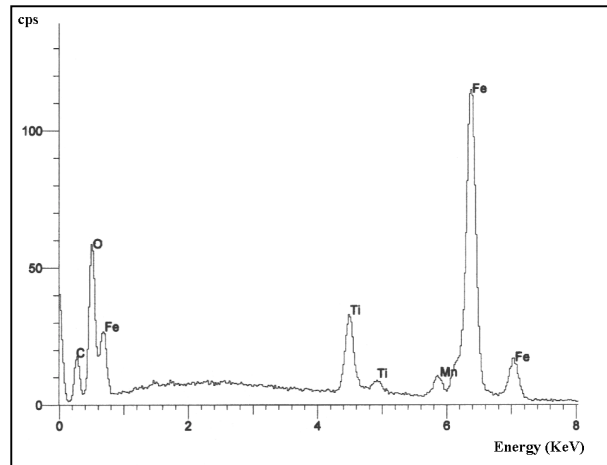


Fig. 8. Espectro de energía para la fase 4.

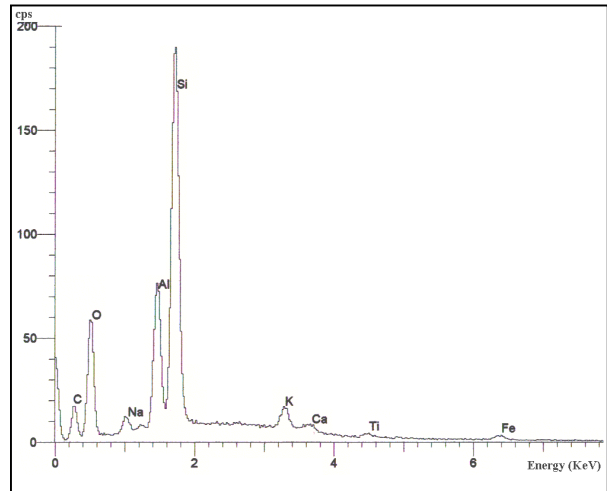


Fig. 9. Espectro de energía para la fase 5.

Resultados de los ensayos de flexión

Debido a las condiciones de flexión, una fuerza de tensión actúa sobre la cara opuesta de la aplicación de la carga, por lo que la nucleación de la grieta productora de la fractura iniciará en este lugar.⁵ La resistencia a la flexión del material varía entre 40 y 80 MPa. En la figura 10 se muestra una curva esfuerzo contra deflexión representativa de las muestras fracturadas.

El módulo de flexión de las losetas varía entre 14 y 46 MPa. El módulo de flexión se calcula en la región elástica de las gráficas de esfuerzo contra deflexión.

En la figura 11 se muestra un histograma de los resultados obtenidos del ensayo de tensión con el fin de observar la frecuencia de los valores de esfuerzo antes de fracturarse.

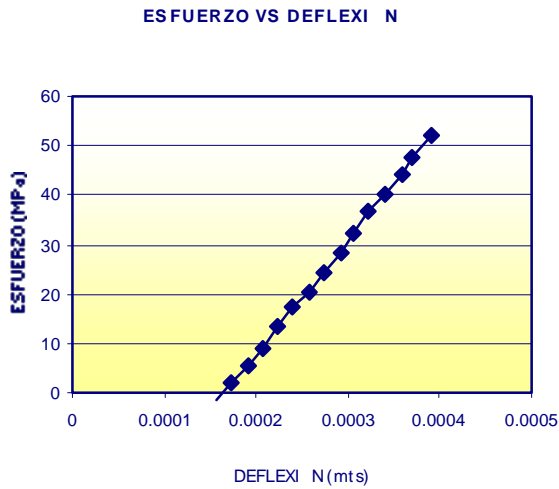


Fig. 10. Gráfica de esfuerzo de flexión contra deflexión.

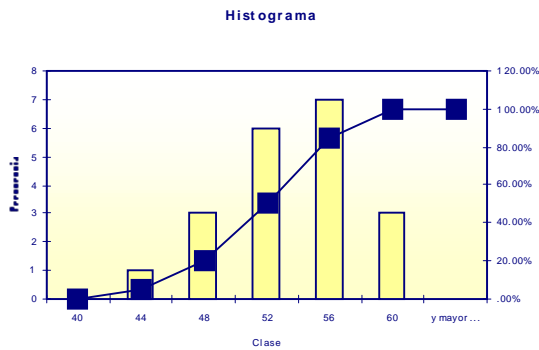


Fig. 11. Histograma de frecuencia del parámetro carga y el percentil.

Cálculo del módulo de Weibull

Este análisis cuantifica el comportamiento del material en cuanto a su variabilidad en propiedades mecánicas. Se asigna un rango numérico dándole a la menor resistencia a la fractura el valor 1. El número total de muestras es 20, la probabilidad acumulada P es el rango numérico dividido entre $n+1$ (en este caso 21) y a continuación se traza $\ln[\ln(1/1-P)]$ en función de la resistencia. La figura 12 muestra un valor de pendiente de 0.023, lo que indica que el material tiene una resistencia a la fractura muy variable lo que confirma que es poco confiable en aplicaciones industriales con altos valores de carga.

Para el diseño de componentes cerámicos críticos que deben soportar grandes cargas, el módulo de Weibull deberá ser elevado, una pendiente abrupta representa un cerámico con poca variación es su resistencia y esto ayuda en el diseño de componentes industriales más confiables.

Probabilidad acumulada vs. Resistencia

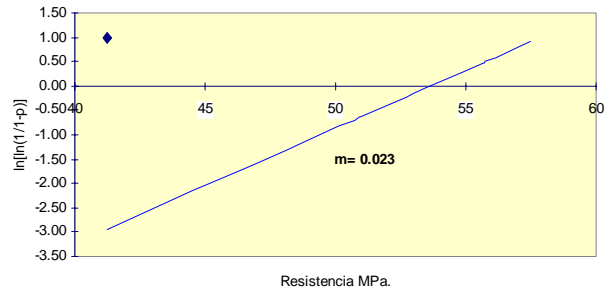


Fig. 12. Gráfica de probabilidad de falla acumulada en función del esfuerzo de fractura.

Un ejemplo típico es la alúmina convencional que tiene un valor de pendiente de 9.7 y una resistencia de 578 MPa.

Análisis Fractográfico (MEB)

En la figura 13 se muestra una micrografía obtenida mediante MEB del material fracturado en la que se observan características de la superficie de fractura como porosidad y desprendimiento de partículas. Aparentemente no se aprecia deformación lo que hace corroborar que la fractura es frágil.⁴

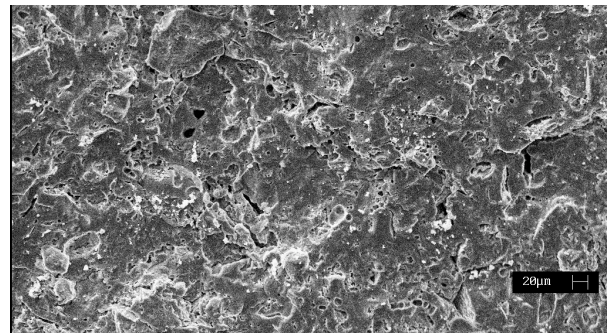


Fig. 13 Superficie de fractura observada mediante el MEB con electrones secundarios (500X).

En la figura 14 se observa la micrografía de la fractura donde se aprecian las discontinuidades en el material lo que disminuye sustancialmente la resistencia a la fractura del material.

Análisis Fractográfico y Fractométrico (MFA)

En la figura 15 se muestra la topografía de la fractura obtenida mediante el MFA en una región escogida al azar. Se aprecia a detalle las alturas de las irregularidades lo que para las imágenes obtenidas mediante el MEB no es tan fácil de apreciar.

Las protuberancias que se manifiestan tienen un tamaño característico de 1 mm.

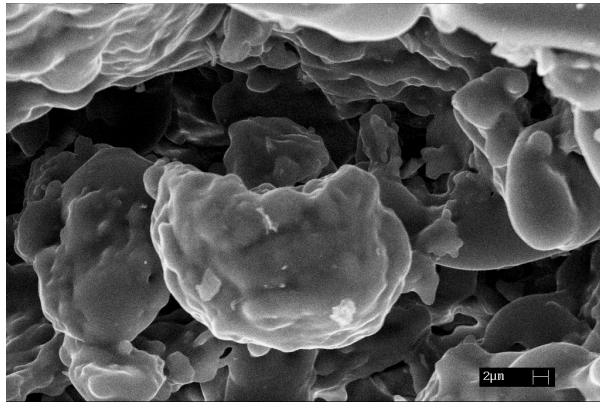


Fig. 14. Micrografía de la superficie fracturada obtenida por electrones secundarios a una magnificación de 3000X.

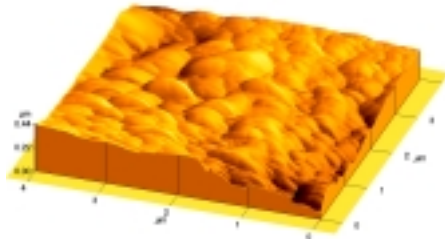


Fig. 15. Imagen de la superficie fracturada.

Utilizando el *MFA* se realiza la evaluación fractométrica obteniendo la rugosidad de los perfiles de alturas que generan la imagen, calculando los valores de rugosidad *Rms* y *Rave* (rugosidad cuadrática y rugosidad promedio).

La figura 16 muestra una imagen obtenida mediante el *MFA* y cuatro perfiles de alturas extraídos de la misma, la apariencia de los perfiles es muy irregular (valles y crestas) lo que concuerda perfectamente con las imágenes obtenidas en *MEB*.

CONCLUSIONES

El análisis estadístico del ensayo de flexión del material demuestra una pendiente que indica la variabilidad en las características microestructurales del material cerámico.

Fue posible observar mediante el *MEB* diferentes fases y partículas en el material, así como gran cantidad de poros que debilitan el material lo que causa su baja resistencia y falta de plasticidad.

El módulo de Weibull es útil como factor de diseño ya que determina qué tan confiable es el material en el caso de aplicaciones críticas, y además cuál es la variación de sus propiedades mecánicas.

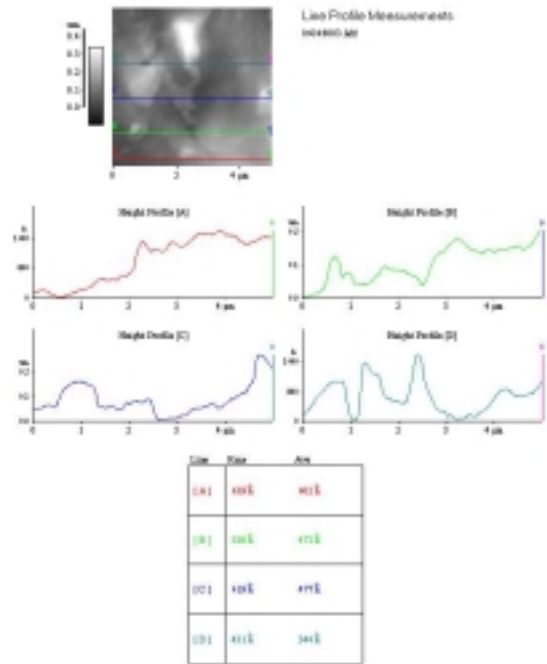


Fig. 16. Imagen y perfiles obtenidos en el *MFA*.

En una región arbitrariamente seleccionada, en las imágenes de la superficie de fractura observadas mediante *MFA* se puede observar una rugosidad que se manifiesta como protuberancias de tamaño característico cercano a 1 mm.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo técnico para la realización de este trabajo a Oxana Kharissova, Patricia Rodríguez, Jorge Aldaco, Martha Guerrero.

REFERENCIAS

1. "History of Fractography", Metals handbook Ninth Edition, vol. 12. (Fractography) ASM International, Pag 1, 1987.
2. "Ceramics and Glasses", Engineered Materials Handbook vol. 4. ASM International 1991.
3. "Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales". McGraw-Hill, inc. España 1998.
4. "Identification of Types of Failure". ASM-Engineering, Materials handbook vol. 11, 1986.
5. "Mecánica de Fractura: Bases y Aplicaciones" J.L. Gonzáles V., Colección textos politécnicos, Serie Tecnologías mecánicas. Noriega-Limusa, México 1998.