

**ENSAYOS ESTABLES DE FRACTURA A ALTA TEMPERATURA EN  
CIRCONIA PARCIALMENTE ESTABILIZADA CON ITRIA.**

J. Y. Pastor, J. Planas, y M. Elices.

Departamento de Ciencia de Materiales. Universidad Politécnica de Madrid.  
ETSI de Caminos, Canales, y Puertos. Ciudad Universitaria, s.n.  
28040-Madrid.

**Resumen.** Se presenta una nueva técnica que permite obtener ensayos estables en materiales cerámicos frágiles a temperatura ambiente y a alta temperatura a partir de probetas prefisuradas del tipo SEPB (single edge precracked beam). La técnica se basa en la utilización de un aparato de metrología láser convencional que permite medir el CMOD (crack mouth opening displacement-apertura de la boca de grieta) con una resolución de  $\pm 0.2 \mu\text{m}$ , y de forma cuasi-continua. La señal de CMOD así obtenida puede utilizarse para servocontrolar la máquina de ensayos. Como muestra de las posibilidades de esta técnica se presentan resultados en circonia parcialmente estabilizada con itria (3% molar Y-PSZ) a varias temperaturas.

**Abstract:** This paper shows a new technique for performing stable fracture test in brittle ceramic materials at ambient and at high temperature. This technique uses a laser extensometer to measure the CMOD (crack mouth opening displacement) with a resolution of  $\pm 0.2 \mu\text{m}$ . The stepped signal coming from the laser extensometer feeds to the testing machine in order to servo control it. If a increasing CMOD control ramp is selected, stable fracture tests may be obtained. As an example of the possibilities of this technique some results on partial stabilized zirconia (3mol % Y-PSZ) at different temperatures are shown.

## 1. INTRODUCCION

Los ensayos de fractura en materiales cerámicos a temperatura ambiente y a altas temperaturas presentan muchos y originales problemas que no han sido resueltos todavía. Dos de los más importantes son la medida en tiempo real de las deformaciones, desplazamiento y CMOD (crack mouth opening displacement-apertura de la boca de grieta), de la probeta, y conseguir ensayos estables.

El primero de los problemas implica la medida de deformaciones que son mucho menores que las que aparecen en metales y materiales dúctiles. Esto requiere el uso de extensómetros de muy alta resolución (del orden de decenas de micras). Distintos tipos de dispositivos, mecánicos y ópticos, han sido desarrollados para su uso en tales condiciones [1-7].

El segundo problema planteado es más difícil de abordar, ya que los ensayos de fractura son raramente estables debido a que las máquinas de ensayos utilizadas presentan en general una rigidez menor que la de las probetas a ensayar [8]. Debido a esta limitación la tenacidad de fractura, bien calculada a partir de ensayos de indentación o bien a partir de la carga máxima en ensayos inestables, ha sido el parámetro más frecuentemente utilizado para la caracterización en fractura de estos materiales. Si de alguna forma fuera posible obtener ensayos estables, se podría determinar con un único ensayo la energía de fractura, la curva-R, y la tenacidad de fractura.

Distintos investigadores [9-12] han intentado por diversos caminos conseguir ensayos estables. Lamentablemente, aún cuando esto ha sido posible, los resultados no siempre han sido fácilmente

interpretables, o las condiciones de ensayo idoneas para realizar los ensayos a alta temperatura.

Una solución a este problema sería poder realizar ensayos de fractura haciendo que la máquina de ensayos realice una rampa creciente de una de las magnitudes del ensayo. Sin embargo esto no es sencillo ya que las dos magnitudes fácilmente controlables, la carga y el desplazamiento del pistón de la máquina, decrecen después de alcanzar la carga máxima.

Los autores presentan una nueva técnica para conseguir ensayos de fractura estables, basada en la utilización de un aparato de metrología láser [3,13]. Este instrumento es utilizado para medir la apertura de la boca de la grieta (que es una magnitud monotonamente creciente durante todo el ensayo) en probetas prefisuradas del tipo SEPB -Single Edge Precracked Beam- [14,15]. Como ejemplo de las posibilidades de este método se presentan algunos de los resultados obtenidos con circonia parcialmente estabilizada con itria a 25, 300, y 900°C.

## 2. DISPOSITIVO EXPERIMENTAL.

### 2.1. Material.

En esta investigación se utilizó una circonia parcialmente estabilizada con itria (3% molar Y-PSZ) obtenida a partir de polvo prensado isostáticamente en frío a 170 MPa, y posteriormente sinterizado durante dos horas a 1500°C. El material fue suministrado por CERATEN, S.A. en forma de placas de 50x100x5 mm<sup>3</sup>. Estas placas fueron cortadas con un disco diamantado en probetas de 50x10x5 mm<sup>3</sup>, las cuales fueron posteriormente prefisuradas haciendo uso de la técnica descrita por Warren y Johannesson [14,15]. La elección de este método es debido a que es considerado por los autores como el que de una forma más idónea evalúa la tenacidad de fractura en materiales cerámicos [13]. Una vez terminado este proceso las probetas presentaban una grieta recta de cuatro a seis milímetros de profundidad.

La determinación del CMOD en la probeta se realizó fijando dos pequeñas barritas de alúmina, *espigas*, sobre la cara de la probeta sometida a flexotracción, para lo cual se utiliza un pegamento cerámico (con temperatura máxima de trabajo 1700°C según datos proporcionados por el fabricante). Las espigas se colocan bien centradas a ambos lados de la boca de la grieta. La distancia nominal entre ambas es de 1.5 mm, que corresponde a la señal inicial del CMOD a medir (Fig.1). Las espigas fueron elegidas con forma cilíndrica para evitar errores en la medida del CMOD debidos al desalineamiento entre las espigas, la probeta, y el haz láser, como podría haber sucedido si hubiésemos utilizado espigas de sección rectangular.

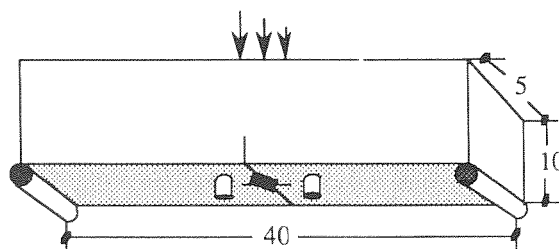


Fig. 1.- Geometría y dimensiones nominales de las probetas ensayadas.

### 2.2. Máquina de ensayos.

Todos los ensayos fueron realizados con una máquina universal de ensayos hidráulica (Instron 8501), a la cual se acopló una célula de carga de 5000 N de fondo de escala.

El dispositivo de carga consistió en dos barras de alúmina de 60 mm de diámetro fijadas a la máquina de ensayos, respectivamente conectadas al pistón y a la célula de carga. Sobre estas se situó un dispositivo comercial de flexión en tres puntos con una luz entre apoyos de 40 mm. Este dispositivo está fabricado en carburo de silicio permitiendo su uso hasta los 1500°C. Los extremos de las barras de alúmina se encontraban refrigerados por un circuito cerrado de agua para impedir el sobrecalentamiento de la célula de carga y del pistón de la máquina. A uno de los canales de extensometría de la máquina se conectó un transductor LVDT que permitió medir el desplazamiento del pistón durante el ensayo con una resolución de  $\pm 1 \mu\text{m}$ .

### 2.3. Horno.

El horno utilizado en los ensayos a alta temperatura tiene una cámara interna de calentamiento de dimensiones 220x220x200 mm<sup>3</sup>, y se encuentra colgado de la máquina de ensayos. Dispone también de dos orificios perfectamente enfrentados, en las superficies inferior y superior, por las que se introducen las barras de carga de alúmina. Como elementos calefactores se utilizaron barras de disilicato de molibdeno que permiten calentar ensayos hasta los 1800°C, con una fluctuación de la temperatura en régimen estacionario de  $\pm 2^\circ\text{C}$ . Dos termopares, suficientemente alejados entre sí, fueron utilizados para garantizar la homogeneidad de la temperatura en toda la cámara. Para permitir el paso del haz láser se instalaron dos ventanas de sílice, perfectamente alineadas entre sí, en la parte posterior y anterior del horno.

En el diseño del horno y en su acoplamiento al resto del dispositivo de ensayo se tuvo especial cuidado en conseguir un perfecto aislamiento térmico que evitase fugas de calor al exterior y el efecto chimenea. Esto permitió acercar el extensómetro láser al horno sin

peligro de sobrecalentamiento, y reducir las fluctuaciones térmicas en el interior de la cámara.

2.4. Extensómetro láser.

La medida del CMOD se realizó mediante un extensómetro láser similar al descrito en [3,13]. El extensómetro consiste en un emisor láser de HeNe de baja potencia (<1mw), un detector, y un procesador digital de control de 32 bits. Adicionalmente el detector está equipado con filtro radiación infrarroja que permite realizar medidas en objetos calientes hasta 1900°C. En la Tabla 1 se pueden ver algunas de las especificaciones del fabricante del aparato.

Tabla1. Especificaciones del extensómetro láser.

Rango de medida: de 0,5 a 50,8 mm.

Velocidad de barrido: 125 barridos/s

Potencia del láser: <1mw

Distancia entre emisor y receptor: 406 mm

Anchura del haz: 0,75 mm

Repetitividad: ±0,0007 mm

Temperatura máxima de uso: 1900 °C

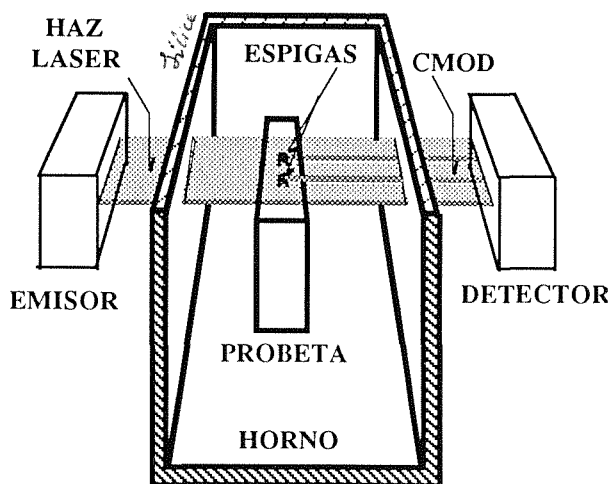


Fig. 2. Esquema del dispositivo de ensayo.

El sistema de funcionamiento del aparato es el siguiente: el emisor láser realiza un barrido horizontal en un plano, paralelo a la cara de la probeta sometida a flexotracción, a una frecuencia de 125 Hz. El haz láser

es dirigido directamente a través de la ventana de sílice en la parte posterior del horno hacia el interior de la cámara. El detector, que está perfectamente alineado con el emisor, recibe el haz láser a través de la otra ventana de sílice, situada en la parte anterior del horno, después de pasar entre las dos espigas. Las dos espigas de alúmina interrumpen el haz láser y el procesador digital mide e interpreta la variación de la distancia entre los bordes de las sombras como el incremento en el CMOD (Fig. 2).

El procesador digital, y la máquina de ensayos fueron configurados de forma tal que a través de una salida analógica instalada en el procesador se fueron introduciendo las lecturas realizadas en la máquina de ensayos como si fuera la señal de un extensómetro convencional.

3. DISCUSION Y RESULTADOS.

El principal problema que se nos presentó en la medida del CMOD fue la fluctuación al azar de la medida debida a los cambios en la densidad del aire y, por tanto, en el índice de refracción. Un buen análisis de los diversos tipos de fluctuaciones y de su origen es el realizado por Carrol et al. [13]. En nuestro caso, debido a que la duración de los ensayos era menor de una hora, sólo encontramos fluctuaciones de periodo menor a un segundo, que pueden reducirse considerablemente con una buena estabilización de la temperatura en el interior del horno y promediando sobre un determinado número de barridos. Por este motivo se redujo el efecto chimenea tanto como fue posible en el diseño del dispositivo, y cada probeta se mantuvo una hora a la temperatura de ensayo antes de ser ensayada. Además, el procesador que controla el extensómetro láser se selecciona de forma que realiza un promedio sobre 150 barridos antes de enviar la señal promediada a la máquina de ensayos. Esto reduce apreciablemente las fluctuaciones. No obstante, debido a que cada barrido requiere una cantidad de tiempo finita, y a que es necesario promediar sobre un determinado número de barridos para evitar una excesiva fluctuación, la señal que se envía a la máquina de ensayos esta discretizada, y presenta un retardo respecto a la lectura inicial. Este es el punto crucial de la técnica que se presenta: utilizar una señal no continua para retroalimentar la máquina de ensayos en tiempo real.

Si el promedio se realiza sobre un número grande de barridos la fluctuación en la señal se reduce asintóticamente hasta un mínimo, pero el tiempo entre dos señales consecutivas que llegan a la máquina aumenta. Si este tiempo es superior a un segundo la máquina es incapaz de responder a las necesidades del ensayo en tiempo real y se pierde el control sobre el mismo. Por contra, si el promedio se realiza sobre un número de barridos demasiado pequeño, la máquina

pierde el control del ensayo debido a la excesiva fluctuación en la amplitud de la señal.

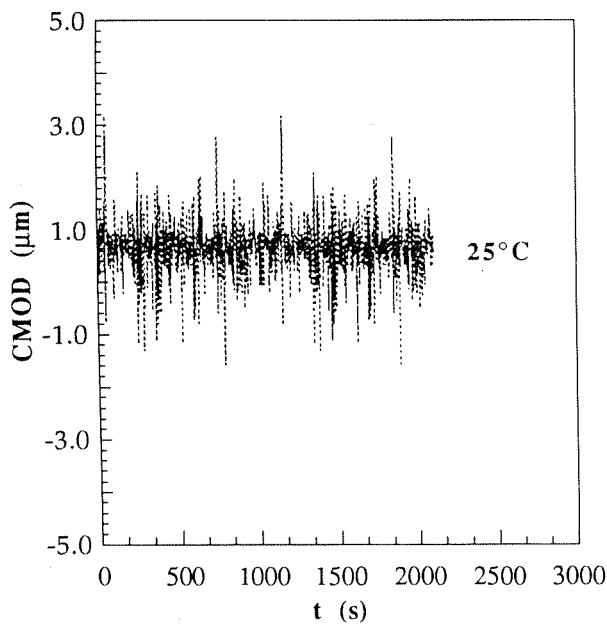


Fig. 3. Señal de CMOD a temperatura ambiente promediada sobre 10 barridos.

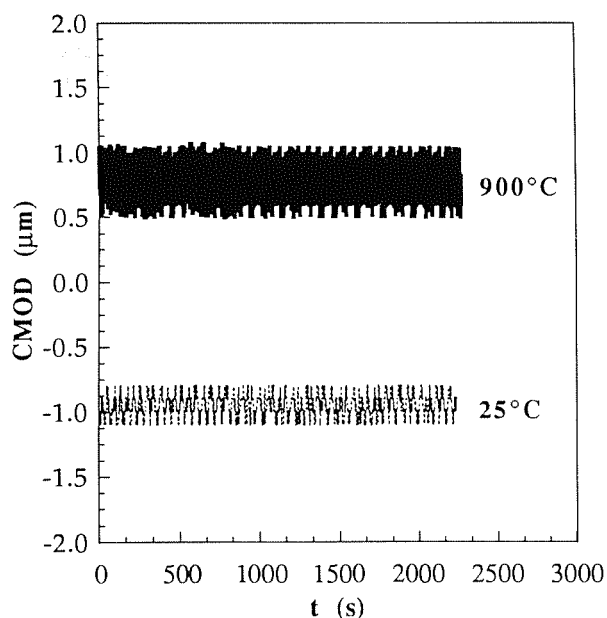


Fig. 4. Señal de CMOD a 25 y 900 °C promediada sobre 150 barridos.

Las condiciones necesarias (en el número de barridos

sobre los que promediar, tiempo de retardo de la señal, y en las ganancias de control de la máquina) fueron determinadas tras sucesivas pruebas, en un proceso de ensayo y error. Finalmente se encontró que promediando sobre 150 barridos la medida del CMOD presenta una estabilidad de  $\pm 0.2 \mu\text{m}$  después de 40 minutos a 900°C (Fig. 3 y 4], tiempo superior al necesario para realizar un ensayo, y la máquina de ensayo puede ser controlada con la señal de CMOD.

La Fig. 5 muestra algunas de las curvas Fuerza-CMOD típicas obtenidas usando el procedimiento anteriormente descrito. La Fig. 6 muestra las curvas Fuerza-Desplazamiento correspondientes a los mismos ensayos. El "snap-back" que aparece en estas últimas curvas es característico de dispositivos que conducen a ensayos inestables en control de desplazamiento. Por tanto, el control en CMOD es estrictamente necesario para obtener ensayos estables en este material, y con este dispositivo.

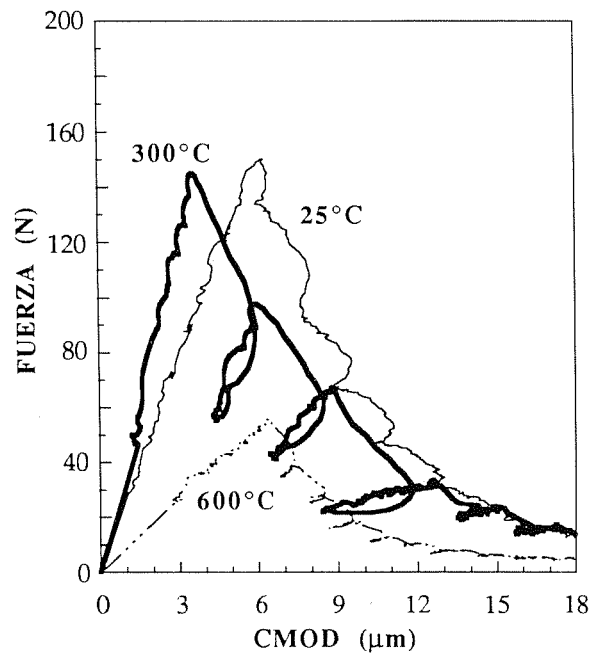


Fig. 5. Curvas de Carga-CMOD.

De la curva Fuerza-Desplazamiento se puede calcular la energía de fractura,  $G_f$ , sin más que dividir el trabajo realizado durante la fractura (área debajo de la curva) entre el incremento de superficie de superficie de fractura durante el ensayo. Las curvas-R podrían obtenerse bien de las descargas en las curvas F-CMOD, o bien suponiendo que el material tiene un comportamiento elástico y lineal, y definiendo una longitud de grieta equivalente [16].

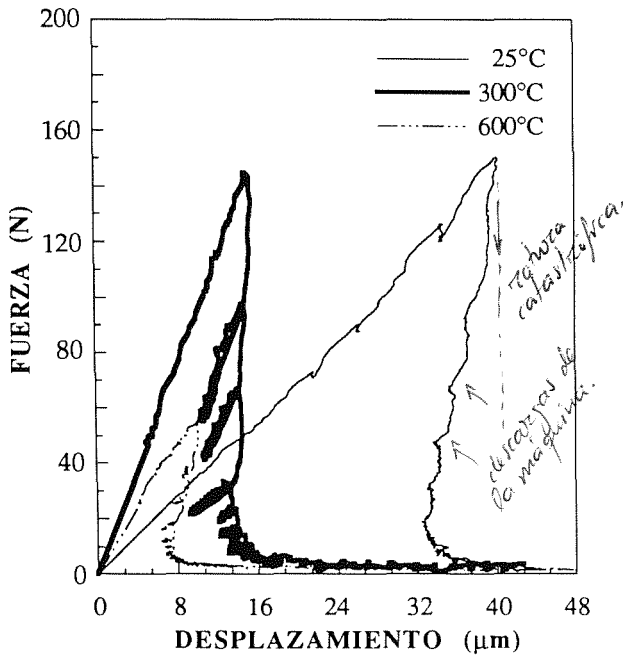


Fig. 6. Curvas de Carga-Desplazamiento.

En la Tabla 2 se muestran el valor medio de los resultados de la energía de fractura y de la tenacidad obtenidos a 25, 300, y 600°C. La tenacidad ha sido calculada introduciendo el valor obtenido para la carga máxima en la fórmula de Tada [17]. Como puede verse hay una disminución muy acusada del valor de la tenacidad de fractura, y consecuentemente de la  $G_f$ , conforme aumenta la temperatura. Este fenómeno, se explica porque la transformación martensítica de partículas en fase cúbica a fase monoclinica durante la fractura -que es la responsable del aumento de tenacidad a temperatura ambiente en estos materiales [18]- se produce de forma espontanea conforme aumenta la temperatura. Por tanto la tenacidad del material disminuye de forma proporcional a la proporción de partículas transformadas espontáneamente.

Tabla 2. Valores medios de la tenacidad y de la energía de fractura medidas a 25, 300, 600°C.

Temperatura (°C)	KIC (MPa√m)	Gf (N/m)
25	3,6	54
300	2,4	36
600	2,1	22

La técnica anteriormente descrita funciona con éxito hasta los 900°C, pero para temperaturas superiores aparecen algunos problemas. Los ensayos a temperaturas superiores son inestables debido a la aparición de una capa de óxido entre los rodillos de carburo de silicio y las probetas de circonia. Esto hace

que la probeta quede *pegada* al dispositivo de ensayo, de forma que no puede deslizarse libremente sobre los rodillos. Como consecuencia el CMOD permanece casi constante mientras que la carga aumenta rápidamente. La máquina de ensayos al no detectar incremento en el CMOD según la rampa solicitada, aumenta rápidamente la carga hasta romper la probeta.

Este efecto indeseado se está tratando de evitar modificando adecuadamente el dispositivo de ensayo, y reduciendo la fricción entre los rodillos de apoyo y la probeta. Dado que ha sido posible medir el CMOD hasta al menos 1300°C con un nivel bajo de fluctuación en la señal, esta técnica parece muy prometedora para la caracterización de los cerámicos a temperatura ambiente y a alta temperatura.

4. CONCLUSIONES.

De todo lo expuesto anteriormente se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- 1.- Se muestra una nueva técnica para realizar ensayos estables de fractura a temperatura ambiente y a alta temperatura en probetas prefisuradas.
- 2.- El CMOD medido con un extensómetro láser es utilizado para servocontrolar la máquina de ensayos.
- 3.- El control en CMOD de la máquina de ensayos es posible gracias a una buena estabilidad térmica del horno, y al promedio sobre un número adecuado de barridos reduce la amplitud de las lecturas y permite su control en tiempo real.
- 4.- Los ensayos de fractura estables proporcionan más información que los ensayos de fractura tradicionales, basados sólo en la medida de la carga máxima o la huella producida por una punta Vickers, ya que la parte descendente de la curva de descarga proporciona una información muy interesante para la caracterización en fractura del material (curva-R y  $G_f$ ).
- 5.- La tenacidad y la energía de fractura se reduce rápidamente conforme aumenta la temperatura en la circonia estudiada.

5. AGRADECIMIENTOS.

Este trabajo ha sido realizado gracias a la financiación aportada por la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT) bajo beca PB 90-0276, y la acción especial MAT 90-1153-E.

## 6. BIBLIOGRAFIA.

- [1] Baxter D. F., "Tensile testing at extreme temperatures", *Advanced Materials & Processes*, **14**, 2, 22-30, 1991.
- [2] Geiger G., "Advancements in mechanical testing of advanced ceramics", *Ceram. Bull.*, **69**, 11, 1793-1800, 1990.
- [3] Carroll D. F., Wiederhorn S. M., and Roberts D. E., "Technique for tensile creep testing of ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 9, 1610-14, 1989.
- [4] "Strain measurement at high temperatures". Proceedings of a CEC Workshop held at the JRC Petten (N.H.), The Netherlands. (edited by R. C. Hurst, C. F. Boone, J. Bressers, C. F. Etienne, H. Schuster, and J. A. Williams). Elsevier Applied Science Publishers, London & New York, 1986.
- [5] "Technical testing of engineering ceramics at high temperatures". Reprinted from the *International Journal of High Technology Ceramics* 4 (2-4), The Netherlands (edited by B. F. Dyson, R. D. Lohr, and R. Morrell). Elsevier Applied Science Publishers, London & New York, 1988.
- [6] Barlett, M. L., Blanchard, C. R., Davidson, D. L, Nagy, A., "Testing advanced materials at high temperatures", *Advanced Mater. & Proc.*, **11**, 18-24, 1988.
- [7] Jenkins M. G., Kobayashi A. S., Sakai M., White K. W., and Bradt R. C., "Fracture toughness testing of ceramics using a laser interferometric strain gage", *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66**, 12, 1734-38, 1987.
- [8] Mod er M., "A Fracture mechanics approach to fracture analyses of concrete materials", Ph. D. Thesis, Division of Building Materials, University of Lund, Lund, Sweden, pp. 78-102, 1979.
- [9] Ghosh A., Jenkins M. G., White K. W., Kobayashi A. S., and Bradt R. C., "Elevated-temperature fracture resistance of a sintered  $\alpha$ -silicon carbide", *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 2, 242-47, 1989.
- [10] Ghosh A., White K. W., Jenkins M. G., Kobayashi A. S., and Bradt R. C., "Fracture resistance of a transparent magnesium aluminate spinel", *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 7, 1624-3, 1991.
- [11] Wieninger H., Kromp K., and Pabst R. F. "Crack resistance curves of an alumina at high temperatures", *J. Mat. Scie.*, **22**, 1352-358, 1987.
- [12] Maniette Y., Inagaki M., and Sakai M., "Fracture toughness and crack bridging of a silicon nitride ceramic", *J. Eurp. Ceram. Soc.*, **7**, 255-63, 1991.
- [13] Pastor J. Y., Planas J., Elices M., "Medida de la tenacidad de fractura en materiales cer micos", *Ann. Mec. Frac.*, **9**, 64-68, 1992.
- [14] Warren R., and Johannesson B., "Creation of Stable Cracks in Hardmetals Using "Bridge" Indentation", *Powder Metall.*, **27**, 1, 25-29, 1984.
- [15] Nose T., and Fujii T., "Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials by a Single-Edge-Precreacked-Beam Method", *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**, 5, 328-33, 1988.
- [16] Elices M., Planas J., "Size effect in concrete structures: an R-curve approach", *Applications of Fracture Mechanics to Reinforced Concrete*, (ed. by A. Carpinteri), pp 169-200, 1992.
- [17] Tada H., Paris P., Irwin G., "The stress analysis handbook", Del Research Corp., Hillertown, PA, USA, 1973.
- [18] Evans A. G., Cannon R. M., "Toughening of brittle solids by martensitic transformations", *Acta Metall.*, **34**, 5, 761-800, 1986.