

INFLUENCIA DE LA FORMA DE LA FISURA DE INDENTACION EN LA DETERMINACION DE LA TENACIDAD DE FRACTURA DE 3Y-TZP

J. Alcalá, J. González y M. Anglada.

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica
E.T.S.I. Industriales, Universidad Politécnica de Cataluña
Avda. Diagonal 647, 08028-Barcelona.

Resumen. Se analiza la aplicación del método de indentación para la determinación de la tenacidad de fractura al caso de policristales de circonita estabilizados con 3 % molar de itria. Mediante detallados estudios fractográficos se pone de relieve que el perfil de la fisura es radial (Palmqvist) pero cambia con la carga de indentación aplicada desde semicircular hasta forma de medio riñón. Al aplicar una tensión sobre la fisura ésta se extiende adquiriendo una configuración de tipo semicircular, lo cual permite la determinación del factor de intensidad de tensiones y de ahí la constante de calibración a utilizar para la determinación de la tenacidad cuando la grieta tiene forma de medio riñón.

Abstract. The use of the indentation method to determine the fracture strength of materials is assessed by studying tetragonal zirconia polycrystals stabilized with 3% molar of yttria. By means of a detailed fractographic study it is shown that the radial (Palmqvist) crack profile changes with indentation load to a half-kidney shape. When an external load is applied to the indentation crack, this extends changing its shape until a median-radial configuration is achieved. This makes possible the determination of the stress intensity factor and from this the calibration constant to be used in order to determine the fracture toughness when the crack has a half kidney shape.

1. INTRODUCCION

Una aproximación al diseño de materiales frágiles de alta resistencia consiste en disminuir sustancialmente el tamaño de los defectos presentes mediante un control estricto del proceso de elaboración. Otro método posible, se basa en aumentar la tenacidad del material por medio de diversos mecanismos cuya contribución aumenta con el tamaño de la grieta para así disminuir la dispersión característica en la resistencia. En ambas aproximaciones, es necesario evaluar la tenacidad de fractura y las leyes de crecimiento subcrítico de fisuras pequeñas. Para ello debe conocerse de forma precisa la geometría de las fisuras para así estimar el factor de intensidad de tensiones correspondiente.

El método de indentación permite la determinación de la tenacidad de fractura de cerámicas y vidrios con fisuras pequeñas de tamaño similar a las existentes de forma "natural" en estos materiales. El método ha sido ampliamente utilizado ya que ofrece varias ventajas: a) la utilización de probetas de tamaño muy pequeño; b) una preparación muy sencilla; c) se necesita solamente un durómetro y un microscopio óptico, los cuales son equipos ampliamente utilizados en el estudio de muchos materiales; d) coste bajo.

Las desventajas inherentes al método de indentación pueden resumirse en: a) es necesario medir la longitud

Tabla 1. Expresiones representativas utilizadas en la determinación de la tenacidad de fractura por el método de indentación.

| Ecuación para K_{Ic}^* | Tipo* | Nombre | Ref. |
|---|-------|-------------|------|
| $0.0089(E/H)^{2/5}P/(l^{1/2}d/2)$ | r | Nihihara 82 | 4 |
| $0.0143(E/H)^{2/3}(d/2l)^{1/2}(P/c^{2/3})$ | r | Laugier 87 | 3 |
| $0.0122(E/H)^{2/5}P/(l^{1/2}d/2)$ | r | Nihihara 83 | 5 |
| $0.016(E/H)^{1/2}(P/c^{3/2})$ | s | Antis et al | 6 |
| $0.0363(E/H)^{2/5}(P/(d/2)^{1.5})(d/2c)^{1.56}$ | s, r | Lankford | 7 |
| $(0.517/\alpha)H(d/2)^{1/2}(E/H)^{0.4}(2c/d)^{(c/9d)-1.51}$ | s, r | Fantozzi | 8 |

* E, módulo de elasticidad; H dureza Vickers; P, carga de indentación; α , función del módulo de Poisson; r, grieta radial; s fisura semicircular.

de la grieta con mucha precisión y debe considerarse la posibilidad de crecimiento subcrítico de ésta provocado por las tensiones residuales; b) los modelos y formas de fisura de indentación en que se basa la determinación del factor de intensidad de tensiones (fisuras Palmqvist radiales y fisuras semicirculares), en general, son solamente una aproximación a la fisura real; c) la magnitud de las tensiones residuales son desconocidas y es necesario "calibrar" las ecuaciones correspondientes.

La morfología de los dos sistemas típicos de fisuras utilizados en los modelos para la determinación del factor de intensidad de tensiones se muestran en la Fig.1. Tanto l como $2c$ se refieren a las longitudes indicadas, independientemente de si representan las trazas superficiales de fisuras Palmqvist y fisuras semicirculares respectivamente, ya que el tipo de grieta realmente existente no puede conocerse a partir de la observación de las trazas superficiales. Por otra parte, los modelos desarrollados para la determinación de la tenacidad de fractura por indentación suponen que la grieta se extiende bajo la acción de las tensiones residuales. Algunas de las ecuaciones desarrolladas para el cálculo de K_{Ic} se muestran en la Tabla 1 para los dos tipos de fisura considerados.

En este trabajo se analiza el comportamiento de la 3Y-TZP, poniendo en evidencia la forma inicial de la fisura y los cambios que se producen en el perfil de ésta cuando se aplican tensiones en un ensayo de flexión por cuatro puntos. Además se considera la influencia del cambio de forma de la fisura en la determinación de la tenacidad de fractura. Un resultado de directa aplicación

práctica es un método para la determinación de la tenacidad de fractura cuando la grieta tiene forma de "medio riñón", geometría para la cual el factor de intensidad de tensiones no es conocido.

2. MECANICA DE LA FRACTURA DE FISURAS DE INDENTACION.

2.1. Sistema de grietas de tipo semicircular.

En el caso de una fisura de tipo semicircular generada por una carga P aplicada mediante un indentador Vickers, si la longitud de la fisura es $2c$ y sobre ésta se aplica una tensión perpendicular a sus caras, el factor de intensidad de tensiones viene dado por [1]:

$$K(c) = K_a + K_{res} = Y \sigma \sqrt{c} + \chi P/c^{3/2} \quad (1)$$

El primer término, K_a , es la contribución de la tensión externa aplicada donde Y es un parámetro que depende de la forma de la grieta. El segundo término, K_{res} , es la contribución del campo de tensiones residuales donde χ es un factor proporcional al campo de tensiones residuales y debe ser determinado experimentalmente. La expresión de K_{res} es la correspondiente al factor de intensidad de tensiones de una fisura semicircular bajo una fuerza puntual, F , actuando en su centro; en este caso se establece que $\chi P = F/\pi^{3/2}$.

La longitud de la grieta en equilibrio se alcanza cuando K es igual a la tenacidad de fractura del material, o sea:

$$K(c) = K_c \quad (2)$$

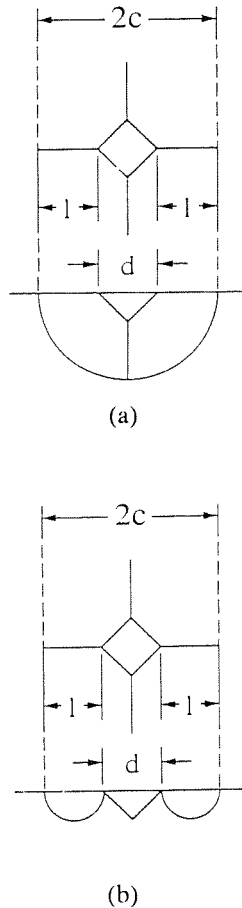


Fig. 1. Geometría de las fisuras de indentación. (a) Fisura semielíptica; (b) Fisura Palmqvist.

Sin embargo, en muchos materiales cerámicos K_c depende de la longitud de la fisura, es decir, el material ofrece una resistencia creciente a la extensión de las fisuras. El fenómeno se explica mediante un mecanismo de apantallamiento de las tensiones en la punta de la fisura que tiende a saturarse a medida que ésta crece. En este caso, la ec.(2) sigue siendo válida pero K_c no es una constante, ya que es una función de c . Para determinar K_c o la curva R en el caso de que la punta de la grieta sufra algún apantallamiento, es suficiente practicar varias indentaciones y medir la longitud de la grieta ($2c_0$). Es decir, si $\sigma = 0$, de la ec.(2), se tiene:

$$K_c = \frac{\chi P}{c_0^{3/2}} \quad (3)$$

Nótese que χ , en general, no es conocido. Además, en ésta no se considera la existencia de crecimiento subcrítico (fatiga estática) durante el tiempo

transcurrido desde que se realiza la indentación hasta que se miden las grietas en el microscopio óptico. La ec.(3) indica que la carga de indentación y $c^{3/2}$ son proporcionales, es decir, $P \propto c^{3/2}$.

Otro método que presenta una clara ventaja respecto al anterior consiste en aplicar una carga de flexión monótonica y registrar simultáneamente la longitud de la fisura[2]. De acuerdo a la ec.(2), para cada valor de σ existe una longitud de grieta en equilibrio. Si K_c es constante, lo cual parece ser el caso en 3Y-TZP después de que la fisura de indentación alcanza una longitud de unas pocas decenas de micras desde los vértices de la huella, reordenando la ec.(2) resulta:

$$\frac{\sigma c^2}{P} = \frac{K_c c^{3/2}}{Y P} - \frac{\chi}{Y} \quad (4)$$

Por tanto, si se representa $\sigma c^2/P$ en función de $c^{3/2}/P$, los puntos obtenidos deben poder ajustarse mediante una línea recta con una pendiente igual a K_c/Y y una intersección con el eje de ordenadas igual a χ/Y .

2.2. Fisuras radiales (Palmqvist).

En el caso de fisuras radiales de perfil semicircular, el factor de intensidad de tensiones causado por las tensiones residuales viene dado por [3]:

$$K_{res} = (\chi P/c^{3/2})\sqrt{(d/l)} \quad (5)$$

donde d es la diagonal de la indentación y l es la longitud de la grieta (ver Fig.1). En este caso, se cumple que $P(d/l)^{1/2} \propto c^{3/2}$. Obviamente, si $(d/l)^{1/2} \approx$ constante, la expresión (5) no puede diferenciarse de la correspondiente a la grieta semicircular.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material estudiado son policristales de circona tetragonal estabilizada con 3% molar de itria con un tamaño de grano medio de alrededor de 0.3-0.5 μm , con una fracción de volumen de fase tetragonal superior al 95 %, y una resistencia a la flexión de 900 MPa.

Las superficies donde se realizaron las indentaciones fueron pulidas previamente con pasta de diamante y se realizó un tratamiento térmico a 1100 °C durante 45 minutos para eliminar las tensiones residuales y la transformación t-m producidas por el desbaste y pulido. Las indentaciones fueron realizadas con un penetrador

Vickers y el intervalo de cargas estudiado estuvo comprendido entre 98 y 450 N. La longitud de las grietas producidas por indentación fueron medidas en un microscopio óptico utilizando el dispositivo de contraste diferencial de Nomarski.

Se prepararon también probetas de flexión por cuatro puntos de dimensiones 50x8x5 mm y se practicaron varias indentaciones en la superficie pulida sometida a tracción en el ensayo de flexión. Estos ensayos se realizaron con una distancia entre los puntos de apoyo exteriores de 40 mm y de 20 mm entre los interiores en una máquina electromecánica de ensayos en control de carga. La carga fue medida con una precisión de $\pm 2N$. La velocidad de carga y descarga fue de 100 N/s. Periódicamente, la probeta fue retirada de la máquina y examinada en el microscopio óptico para medir la extensión de las grietas. En algunos ensayos, las grietas fueron propagadas por fatiga cíclica. Después de que las grietas crecieran, la superficie de fractura fue marcada girando la probeta en la mordaza de manera que la grieta estuviera sometida a compresión.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los valores medidos de c están graficados en la Fig.2 en términos de la carga de indentación P , y de $P(d/l)^{1/2}$ en un gráfico logarítmico.

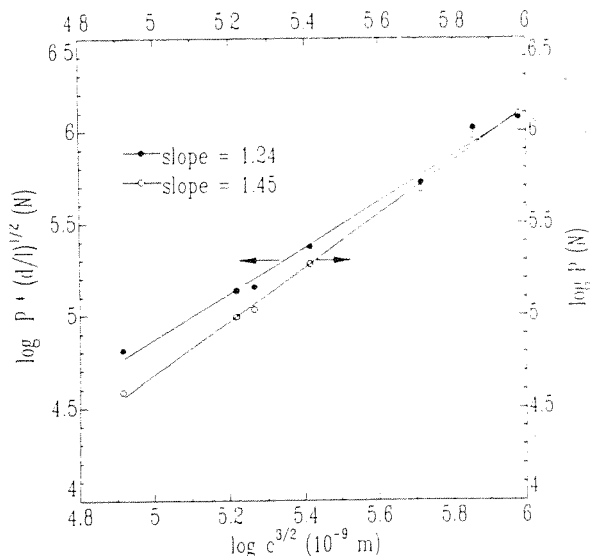
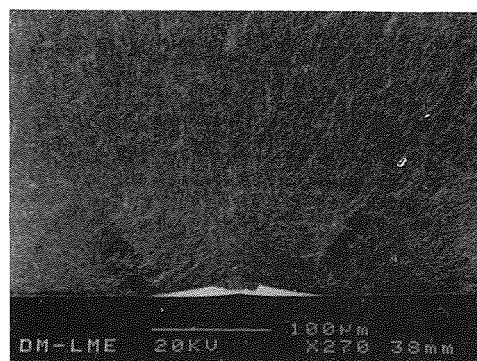
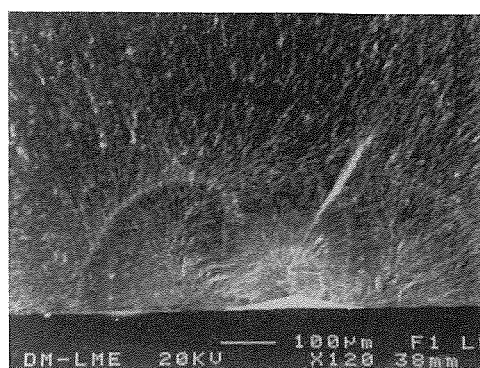


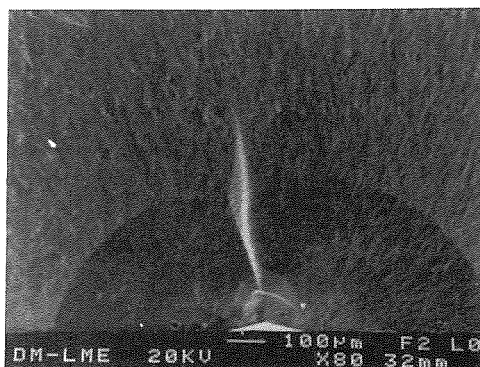
Fig. 2. Relación entre P , $P(d/l)^{1/2}$ y c .



(a)



(b)



(c)

Fig.3. Forma de la fisura de indentación: a) 10 kg; b) 30 Kg; c) forma semielíptica cuando se aplica una carga de flexión.

Nótese que la pendiente de la recta que representa la relación $\log P - \log c$ es más cercana a $3/2$ que la correspondiente a la relación $\log P * (d/l)^{1/2} - \log c$ (1,45 y 1,25, respectivamente). Por consiguiente, este

resultado parecería indicar que la grieta es de tipo semicircular. La morfología real de la fisura (Fig.3(a)) es de tipo Palmqvist (para cargas menores a 45 Kp) y a medida que se aumenta la carga de indentación aplicada su forma cambia a una de medio riñón. Finalmente, bajo la acción de una carga constante o bien mediante fatiga cíclica, se transforma en tipo semicircular, aunque su forma es en realidad semi-elíptica. De aquí se desprende que de la forma observada del perfil final de la grieta no puede inferirse el inicial. La forma observada en este trabajo coincide con la determinada por Jones et al[9] marcando la fisura por impregnación. Esta forma también ha sido puesta de manifiesto por Andersen y Braun[10] en el mismo material y por Pajares et al[11] en 4Y-PSZ utilizando una técnica de eliminación sucesiva de material mediante desbaste.

Antis et al[6] conduce a los valores más bajos de la tenacidad (alrededor de 3.75 MPa m^{1/2}). Esta es una de las ecuaciones más utilizadas aunque estrictamente es aplicable únicamente en el caso de que la fisura sea semicircular, aspecto que en muchas ocasiones no es comprobado en detalle.

La diferencia entre las tenacidades calculadas a partir de las distintas ecuaciones pone de manifiesto la dificultad en obtener valores fiables de K_{IC} mediante el método de indentación. Por una parte, debe considerarse que en el caso de la ecuación de Antis (Tabla 1) la constante de calibración fue determinada suponiendo que las fisuras de indentación son de tipo semicircular y que el factor de intensidad de tensiones aplicable es el correspondiente a una grieta semicircular con una carga puntual en el centro, cuya magnitud es conocida salvo una constante para cuya determinación experimental es necesario medir la tenacidad mediante otro método independiente. Antis et al[6] utilizaron tenacidades de varios materiales frágiles medidas en grietas grandes en probetas DCB. Por consiguiente, también está implícita la hipótesis de que la resistencia del material es independiente de la longitud de la grieta. En el caso estudiado es bien conocido que la distancia que debe propagarse la grieta para que los efectos de apantallamiento se saturen es muy pequeña (del orden de unas pocas decenas de micras). Por esta razón, aquí supondremos que la longitud de las fisuras producidas por indentación es tal que éstas están ya saturadas.

Cuando la fisura de indentación se somete a la acción de una carga externa se encuentra que su forma deviene semicircular. Para esta configuración, el factor de intensidad de tensiones residual puede representarse como el correspondiente a una carga puntual en el centro de la fisura. La constante de calibración, χ , puede determinarse a partir de la medida de la longitud de la grieta en función de la tensión aplicada en un ensayo de flexión por cuatro puntos. En la Fig.5 se muestran los resultados obtenidos, los cuales corresponden a la extensión de fisuras producidas por cargas de indentación de 153 y 392 N en varias probetas. Los puntos graficados describen una misma curva, la cual puede ajustarse mediante dos rectas. Una corresponde a valores de $(c^{3/2}/P) \leq 3.5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^{3/2}/\text{N}$, cuando la grieta aún es de tipo Palmqvist con su forma cambiando continuamente a medida que se extiende, mientras que la otra corresponde a valores de $(c^{3/2}/P)$ superiores al valor anterior cuando la grieta ya es de tipo semicircular aunque su forma es en realidad semielíptica. Tanto la tenacidad como el valor de la constante dependen también del valor del factor Y. Este

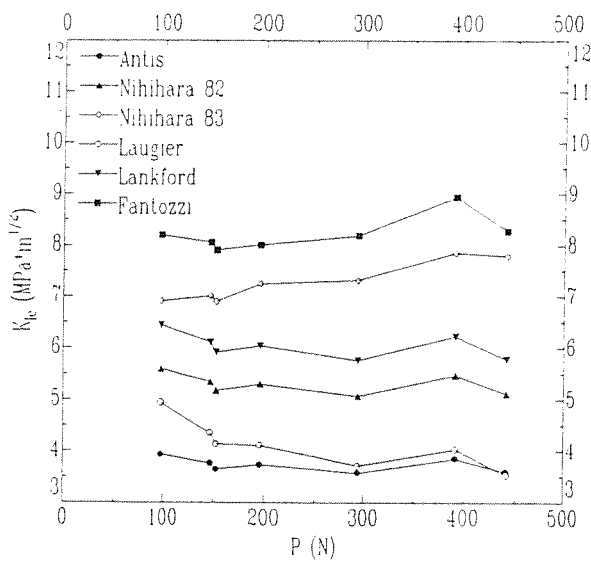


Fig.4. Tenacidad de fractura calculada a partir de las ecs. de la Tabla 1.

Algunas de las ecuaciones propuestas para la determinación de la tenacidad de fractura mediante el método de indentación para los dos tipos de fisuras (Tabla 1) se han aplicado al material estudiado en este trabajo y los resultados se representan en la Fig.4. Puede verse que prácticamente cualquier valor de tenacidad entre 3.5 y 8 puede ser reproducido si se elige la ecuación adecuada. Nótese que la ecuación de

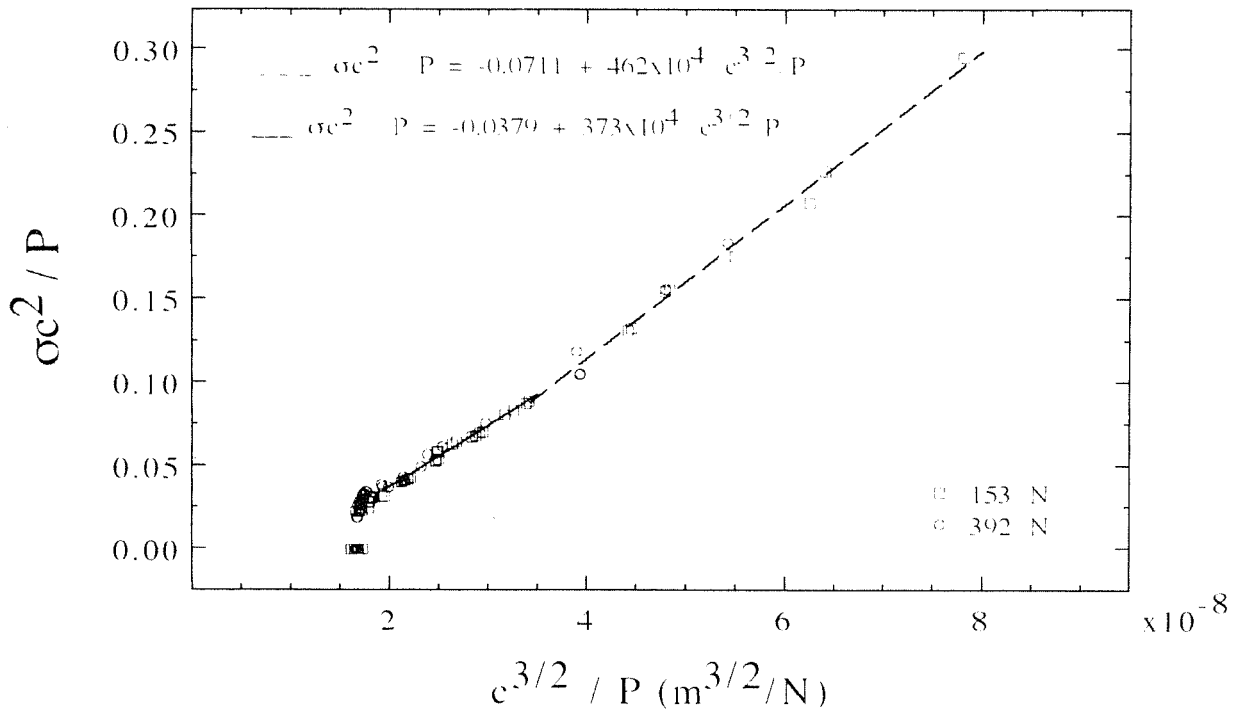


Fig.5. Extensión de la fisura Vickers bajo la acción de una carga monotónica en un ensayo de flexión por cuatro puntos.

es perfectamente bien conocido en el caso de grietas semicirculares o semielípticas, pero no existen actualmente soluciones para la geometría de medio riñón.

Por consiguiente, para $(c^{3/2}/P) \geq 3.5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^{3/2}/\text{N}$, el valor de Y según las expresiones deducidas por Newmann y Raju [12] es 1.15 en el caso de la excentricidad medida en el perfil de la grieta ($c/a = 0.8$). Puesto que el valor de la pendiente es $4.62 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, resulta que $K_c = 5.32 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. A partir del valor de la intersección con el eje de ordenadas (-0.071) obtenemos que χ es igual a 0.082. Esto corresponde a una constante de calibración de 0.020 en lugar de 0.016 en la ecuación de Antis. El valor de la tenacidad de fractura es similar al valor estacionario de la curva R que se obtiene en fisuras semicirculares en probetas recocidas después de producir las fisuras mediante el penetrador Vickers para así eliminar las

tensiones residuales[13]. También es similar a los valores reportados por otros autores y medidos en probetas con grietas grandes y factores de intensidad de tensiones constantes en todo el frente de grieta [14].

En el intervalo $(c^{3/2}/P) \leq 3.5 \cdot 10^{-8} \text{ m}^{3/2}/\text{N}$ en que las fisuras tienen forma de medio riñón, las expresiones de la ec.(1) no son aplicables y los factores de intensidad de tensiones K_a y K_r no son conocidos con exactitud debido a la forma de la grieta. En todo caso, de la Fig. 5 se desprende que en el relativamente corto intervalo del eje de abscisas analizado, los puntos graficados describen una línea recta con constantes distintas a las correspondientes a grietas de tipo semicircular. Esto indica que la relación lineal es una buena aproximación al comportamiento en este intervalo, lo cual implica que para este tipo de fisuras también es posible describir a K_a y K_{res} mediante relaciones similares a las utilizadas para grietas semicirculares, es decir, $K_a = Y \cdot \sigma \sqrt{c}$, y

$K_{res} = \chi' P/c^{3/2}$, donde Y' y χ' se consideran constantes en el intervalo estudiado pero con valores distintos a Y y χ utilizados en el caso anterior.

De esta manera, de la Fig. 5 se obtiene que para que el valor de la tenacidad sea el mismo que en el caso de fisuras de tipo semicircular se debe tener que $\chi' = 0.054$, $Y' = 1.43$.

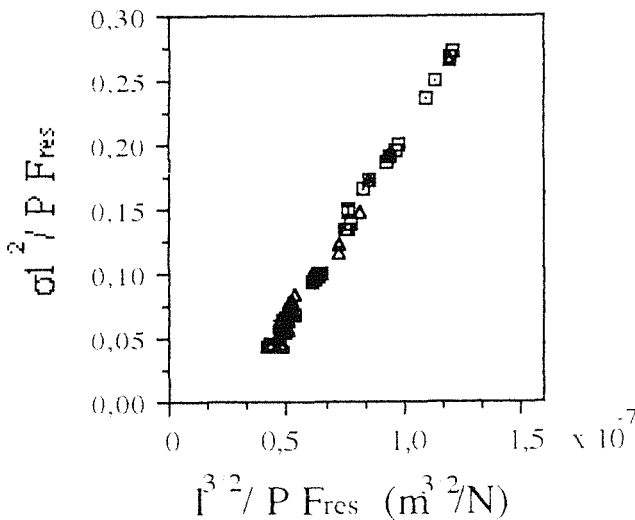


Fig.6. Resultados de la extensión de la grieta de indentación sometida a flexión para fisuras pequeñas de tipo Palmqvist.

Sin embargo, no existe ninguna base teórica sólida para utilizar las expresiones correspondientes a fisuras de tipo semicircular en el estudio de fisuras de Palmqvist. Por esta razón es conveniente analizarlas utilizando las expresiones aproximadas pero adecuadas para este tipo de fisuras. Para ello supondremos que el factor de intensidad de tensiones en la punta de la grieta en la superficie puede escribirse como el correspondiente a fisuras Palmqvist de perfil semicircular multiplicado por una constante a determinar, es decir:

$$K_a = \alpha Y_0 \sigma (l/2)^{1/2} \quad (6)$$

donde α es una constante, Y_0 es el factor de Newman y Raju [12] para fisuras semicirculares superficiales sometidas a flexión (1,29 en este caso).

Para el factor de intensidad de tensiones residuales utilizamos el deducido por Laugier[3] para fisuras

Palmqvist multiplicado por una constante:

$$K_r^P = (F_{res} \beta \chi P)/(l/2)^{3/2} \quad (7)$$

donde β es la constante a determinar, y el resto de la expresión es la misma que en la ecuación (5), pero ahora escrita en términos de l y d y con $F_{res} = (d/l)^{1/2}/(2 + d/l)^{3/2}$. Aplicando la condición de equilibrio se obtiene:

$$(\sigma l^2 / P F_{res}) = (2^{1/2} K_c / Y_0 \alpha) (l^{3/2} / F_{res} P) - 4 \beta \chi / Y_0 \alpha \quad (8)$$

Representando $(\sigma l^2 / P F_{res})$ en función de $(l^{3/2} / F_{res} P)$ se debe obtener una línea recta de pendiente igual a $(2^{1/2} K_c / Y_0 \alpha)$ y con una intersección con el eje de ordenadas igual a $4 \beta \chi / Y_0 \alpha$. Del ajuste de los resultados graficados en la Fig. 6, en el supuesto de que la tenacidad no cambie con la longitud de la grieta, se obtiene: $\alpha = 2.01$ y $\beta = 0.65$.

5. CONCLUSIONES

a) La fisura producida por indentación en 3Y-TZP es radial (Palmqvist) y casi de forma semicircular para cargas bajas (100 N), pero cambia a forma de medio riñón al aumentar la carga en el intervalo 100-450 N. Cuando se aplica una tensión externa monotónica o cíclica en modo I, la fisura se extiende adoptando una configuración de tipo semicircular.

b) La longitud de las trazas de la grieta en la superficie dependen de la carga de indentación de acuerdo a la relación esperada para grietas de tipo semicircular según el modelo de Lawn, Evans y Marshall[1], a pesar de que realmente las fisuras no tienen esta geometría.

c) La tenacidad de fractura puede calcularse una vez la grieta cambia su forma a tipo semicircular calculando la constante de calibración del factor de intensidad de tensiones residuales a partir de ensayos de flexión por cuatro puntos en los cuales se determina la extensión de la grieta en función de la carga aplicada.

6. AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo expresan su agradecimiento a la CICYT por la subvención recibida para la realización de este trabajo a través del proyecto MAT90/764 y a la Generalitat de Catalunya por la beca de formación de investigadores otorgada a J. Alcalá.

7. REFERENCIAS

- [1] D.B. Marshall y Brian R. Lawn, Indentation Fracture of Brittle Materials, en "Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering, ASTM STP 889, Eds. P.J. Blau y B.R. Lawn. Philadelphia, 1985.
- [2] S.M. Smith y R.O. Scattergood, J. Am. Ceram. Soc., **75**, 305-315 (1992).
- [3] M.T. Laugier, J. Mat. Sci. Lett.**6**, 355-356 (1987).
- [4] K. Niihara, R. Morena, y D.P.H. Hasselman, J. Mat. Sci. Lett. **1**, 13-16 (1982).
- [5] K. Niihara, J. Mat. Sci. Lett., **2**, 221-223 (1983).
- [6] G.R. Antis, P. Chantikul, B.R. Lawn y D.B. Marshall, J. Amer. Ceram. Soc., **64**, 533-538 (1981).
- [7] J. Lankford, J. Mater. Sci. Lett., **1**, 493-495 (1982)
- [8] K.M. Liang, G. Orange y G. Fantozzi, J. Mat. Sci. **25**, 207-214 (1990).
- [9] L. Jones, C.J. Norman y R. Shahani, J. Mat. Sci. Lett. **6**, 721-723 (1987).
- [10] R.M. Anderson y L. M. Braun, J. Am. Ceram. Soc., **73**, 3059-62 (1990).
- [11] A. Pajares, F. Guiberteau, F.L. Cumbreira y A. Domínguez-Rodríguez, Anales de Mecánica de la Fractura, **9**, 22-29 (1992).
- [12] J.C. Newman y I.S. Raju, Eng. Fract. Mech.,**15**, 185-92 (1981).
- [13] J. Alcalá y M. Anglada, resultados no publicados.
- [14] D.J. Green, R.H.J. Hannink y M.V. Swain, "Transformation Toughening of Ceramics", CRC Press, Boca Ratón, 1989.