

**FATIGA CICLICA Y ESTATICA DE LA CIRCONA
PARCIALMENTE ESTABILIZADA (Mg-PSZ)****L. Llanes, J. Alcalá, L. Bernacchia, N. Salán, A. Campillo y M. Anglada****E.T.S. de Ingenieros Industriales de Barcelona - Universidad Politécnica de Cataluña
Dpt. de Cienc. de los Mater. e Ing. Metalúrgica. Av. Diagonal, 647, 08028 Barcelona**

Resumen. El comportamiento a fatiga cíclica y estática (en flexión por cuatro puntos) de una circona parcialmente estabilizada (Mg-PSZ) ha sido estudiado. La investigación ha sido llevada a cabo en dos materiales con distintas microestructuras: en un caso la microestructura consiste de precipitados tetragonales distribuidos uniformemente en una matriz cúbica (AR), y en el otro la microestructura es la correspondiente al estado sobreenviejado, la cual está caracterizada fundamentalmente por la existencia de producto eutectoide y partículas monoclinicas grandes (OA). En general, la respuesta mecánica del material AR es superior a la del material OA. Así mismo, se observan diferencias notables en el comportamiento a fatiga cíclica y estática de estos materiales. Los resultados se discuten en términos de la capacidad de cada material para exhibir mecanismos de transformación y del tipo de interacción grieta-microestructura que controla el comportamiento mecánico, el cual es también diferente para cada caso.

Abstract. The cyclic and static fatigue behavior (in four-point bending) of a Mg-PSZ has been studied. The investigation has been carried out using two materials with different microstructural aspects: one case corresponding to a material with a microstructure of tetragonal precipitates uniformly distributed within a cubic matrix (AR) and the other corresponding to an overaged material whose microstructure is characterized mainly for the existence of an eutectoid product and large monoclinic particles (OA). In general, the mechanical response of the material AR is much higher than that of the material OA. Moreover, noticeable differences are equally observed with respect to the cyclic and static fatigue behavior of these materials. The results are discussed in terms of the capacity of each material to exhibit transformation mechanisms and of the type of microcrack-microstructure interaction controlling the mechanical response, different for each case too.

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años la comunidad científica internacional ha dirigido una enorme atención a la investigación de cerámicas avanzadas como potenciales materiales estructurales, y en especial a la de cerámicas de alta tenacidad, por ejemplo nitruro de silicio, circona parcialmente estabilizada y compuestos alumina-circona. La razón de este gran interés radica, en general, en que las cerámicas avanzadas exhiben propiedades termomecánicas deseables en materiales potencialmente útiles como elementos estructurales a temperaturas relativamente altas y en ambientes corrosivos, en conjunto con densidades bajas. Algunos ejemplos de las aplicaciones ingenieriles potenciales para estas cerámicas son como materiales de ejes y motores, componentes de automóviles, componentes de equipos de extrusión y trefilado, herramientas de corte, rodamientos, etc. Un análisis sencillo de los estados de esfuerzo implícitos en estos ejemplos de aplicaciones permite observar que en la mayoría de ellos existen sollicitaciones de carga bajo condiciones cíclicas. Por esto es evidente la necesidad que propiedades del

material bajo estas condiciones de carga, tales como resistencia y fractura, sean tomadas en consideración en el diseño con estas cerámicas, tanto a nivel microestructural como a nivel de componente.

En la literatura de materiales cerámicos al fenómeno de fatiga mecánica se le denomina "fatiga cíclica", para diferenciarlo así de la propagación subcrítica que ocurre en estos materiales bajo la acción combinada del medio y la tensión, y que suele conocerse bajo el nombre de "fatiga estática". La existencia de efectos de fatiga cíclica en el crecimiento de grieta de algunos materiales cerámicos ha sido confirmada experimentalmente en los últimos años (por ejemplo, Ref. [1]). En estos trabajos el estudio de la fatiga cíclica de cerámicas ha sido llevado a cabo en términos de la velocidad de propagación de grietas relativamente grandes (superiores a varios milímetros) bajo condiciones de carga estáticas y cíclicas. Las conclusiones de estos trabajos han sido extremadamente valiosas en el diagnóstico de la existencia o no de fatiga cíclica en cerámicas, pero las condiciones experimentales implícitas y los resultados indirectos reportados parecen sugerir que la

aplicación directa de estas investigaciones, desde un punto de vista de diseño a fatiga, es limitada. Dos aspectos sirven de base para la afirmación anterior. Primero, que en la mayoría de los componentes fabricados con materiales cerámicos la rotura se produce cuando las fisuras son muy pequeñas y su propagación se ha realizado en el régimen de grieta "pequeña" (físicamente, menor a 500 μm). Por ello, debido a que no ha sido demostrado que la velocidad de propagación de grietas pequeñas sea la misma que la correspondiente a grietas grandes bajo el mismo factor de intensidad de tensiones aplicado, la utilización práctica de estos resultados está en duda. Segundo, las investigaciones en grietas grandes han revelado que existe una dependencia potencial de la velocidad de propagación de la grieta con el factor de intensidad de esfuerzos extremadamente alta. En términos de predicción de la vida a fatiga de un componente cerámico en base a este tipo de relaciones, esto parece ser igualmente de limitada aplicación práctica.

Siguiendo los criterios descritos en el párrafo anterior se plantea la necesidad de utilizar una metodología más confiable, desde el punto de vista de diseño a fatiga, que una basada exclusivamente en resultados experimentales en grietas grandes. Esta metodología podría ser llevada a cabo a través de la evaluación de curvas esfuerzo-número de ciclos a rotura (curvas S-N) bajo condiciones de carga fluctuante y esfuerzo-tiempo a rotura (curvas S-t) bajo condiciones de carga aplicada constante, en conjunto con parámetros estadísticos de fiabilidad, por ejemplo el módulo de Weibull del material, y otros parámetros de singular importancia como son los microestructurales. Los estudios de la resistencia a fatiga de materiales cerámicos en términos de curvas S-N y curvas S-t presentan una validez única, en términos de diseño ingenieril, porque incluyen la cuantificación de la etapa de propagación subcrítica de grietas pequeñas asociadas a defectos microestructurales existentes a partir de la etapa de procesamiento del material.

Es el objetivo de este trabajo evaluar el comportamiento bajo fatiga estática y cíclica de una circona parcialmente estabilizada con óxido de magnesio (Mg-PSZ) con dos microestructuras diferentes y a partir de aquí, correlacionar y discutir estos resultados en términos de parámetros microestructurales y de mecanismos de propagación y fractura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material estudiado fue una circona parcialmente estabilizada con MgO* (aproximadamente 9% molar) con dos microestructuras diferentes. Una microestructura, referida como material AR, corresponde a las condiciones de "recepción" las cuales son las

óptimas, en términos de propiedades mecánicas, según las especificaciones dadas por el fabricante. La otra microestructura, referida como material OA, corresponde al material sometido a un tratamiento térmico de *sobreenviejamiento* a 1320 °C durante 8 horas. Ambas microestructuras han sido caracterizadas por microscopía óptica, electrónica de barrido (MEB) y electrónica de transmisión (MET). En este último caso se utilizó, para la preparación de las muestras, una metodología convencional de corte, desbaste grueso y fino, y finalmente adelgazamiento por bombardeo de iones.

La resistencia a flexión, a la fatiga estática y a la fatiga cíclica de los materiales AR y OA han sido medidas mediante series de ensayos en flexión por cuatro puntos en probetas lisas** de sección rectangular. Las probetas fueron inicialmente pulidas y rectificadas en la superficie que posteriormente se sometió al máximo esfuerzo flector.

Los ensayos de resistencia a flexión bajo condiciones monotónicas de carga se realizaron en una máquina electromecánica INSTRON 8562 con control digital, a velocidades de aplicación de la carga de 100 N/s. Por su parte, las curvas S-N y S-t han sido determinadas como resultado de ensayos de resistencia a fatiga estática y fatiga cíclica realizados en una máquina de fatiga por resonancia RUMUL. En el caso de condiciones cíclicas de carga (flexión-flexión, $R=0.2$) la frecuencia de trabajo ha estado en el rango de 230-250 Hz.

La caracterización fractográfica de los materiales ensayados bajo las diferentes sollicitaciones mecánicas ha sido realizada utilizando MEB.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Aspectos microestructurales

La circona parcialmente estabilizada con MgO exhibe una resistencia y tenacidad elevada debido a la transformación controlada de precipitados de estructura tetragonal a monoclinica en zonas adyacentes a la punta de la grieta [2]. Esta transformación es de carácter martensítico y conlleva un cambio volumétrico que induce una reducción del campo de esfuerzos local en esas zonas. En general, la efectividad en la mejora de las propiedades mecánicas es dependiente de la capacidad del material para que la transformación se lleve a cabo, y esta es controlada principalmente por

* ZrO₂ tipo FZM, Friedrichsfeld (Alemania)

** El término "lisa" es aquí utilizado para referir a probetas que contienen defectos inducidos por el procesamiento del material exclusivamente, en otras palabras, muestras que contienen solo defectos naturales.

dos parámetros: el porcentaje volumétrico de fase tetragonal y el tamaño de los precipitados [3].

El tamaño de grano promedio de los dos materiales AR y OA, determinado mediante un análisis por microscopía óptica de superficies de los materiales pulidas y atacadas térmicamente, fue de aproximadamente 65 μm en ambos casos. En base a estos resultados parece inferirse que el tratamiento térmico de sobreenviejecimiento no tiene influencia alguna sobre el tamaño de grano de este material, lo cual era de esperarse de acuerdo a los resultados reportados por otros investigadores.

Dado que el material AR presenta las condiciones de "recepción" se esperaba hallar una estructura similar a la que promovería condiciones óptimas desde el punto de vista mecánico, según las especificaciones del fabricante. Un análisis por microscopía óptica y por MEB no permitió distinguir la existencia de una segunda fase en el material AR. Sin embargo una caracterización detallada por MET, como la presentada en la figura 1, mostró la existencia de un alto porcentaje volumétrico de fase tetragonal (mayor al 40%v) en forma de precipitados elipsoidales distribuidos homogéneamente a nivel intragranular en una matriz cúbica. El tamaño de estos precipitados tetragonales fue siempre menor a los 200 nm, lo cual concuerda con el valor crítico reportado por Porter y Heuer [3] para la transformación espontánea de los precipitados de fase tetragonal a monoclinica, a temperatura ambiente, en la Mg-PSZ.

En el caso del material tratado térmicamente OA el examen por microscopía óptica y/o por MEB permitió constatar la presencia de cambios microestructurales significativos debido al sobreenviejecimiento del material. A este nivel de observación estos cambios

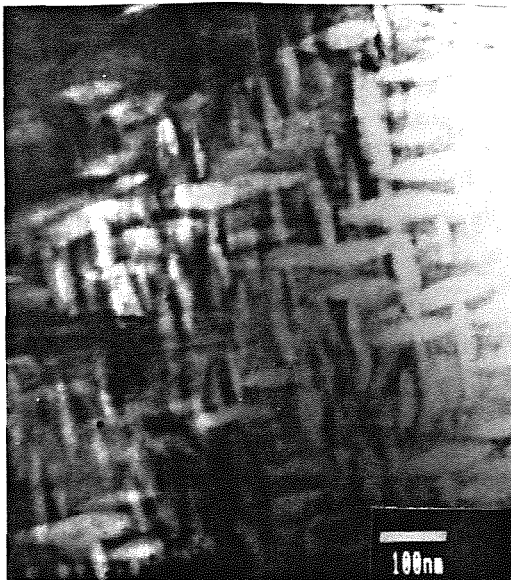


Fig. 1. Material AR: micrografía por MET mostrando precipitados tetragonales coherentes distribuidos intragranularmente en una matriz cúbica.

pueden describirse en términos de la identificación de una nueva fase o producto, como consecuencia de la descomposición eutéctode, principalmente en las zonas adyacentes a los bordes de grano (figura 2), y la existencia de precipitados monoclinicos excesivamente grandes distribuidos heterogéneamente a través de la superficie del material.

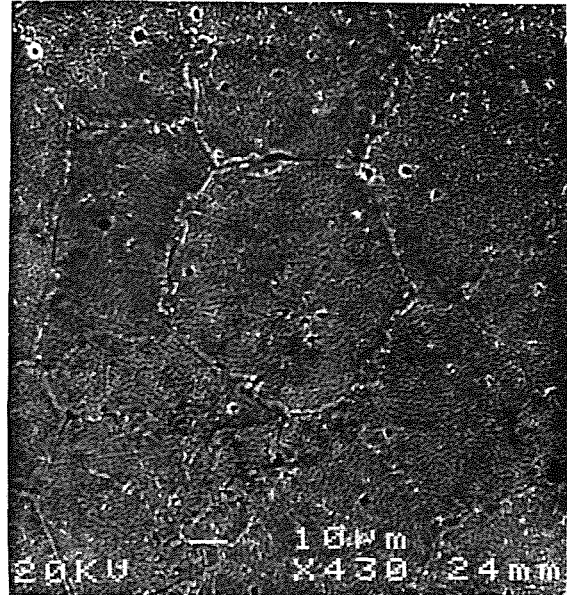


Fig. 2. Material OA: micrografía por MEB donde se destaca la existencia del producto de la descomposición eutéctode en regiones vecinas a los bordes de grano.

El análisis por MET de la microestructura del material OA reveló en detalle los resultados microestructurales del tratamiento de sobreenviejecimiento, ya inferidos del examen por MEB. Primero, el crecimiento del tamaño de los precipitados, previamente tetragonales, y por tanto la transformación espontánea de los mismos a fase monoclinica durante el enfriamiento hasta temperatura ambiente. La figura 3a muestra un aspecto general de la microestructura del material OA. Es de destacar el maclaje, tanto longitudinal como transversal, de los precipitados de simetría monoclinica y que ocurre para disminuir el estado de esfuerzos residual debido al cambio volumétrico que está asociado a la transformación martensítica de estos precipitados. Segundo, la descomposición eutéctode (la temperatura del tratamiento de sobreenviejecimiento, 1320 $^{\circ}\text{C}$, es inferior a la temperatura eutéctode, 1400 $^{\circ}\text{C}$, según el diagrama de fases [4]) de la fase matriz cúbica a MgO y circona tetragonal y monoclinica. Como puede verse en la figura 3b, el producto de la descomposición presenta un carácter "celular" y es observado predominantemente en las zonas adyacentes a los bordes de grano. La componente de circona del producto fue identificada mayoritariamente como monoclinica. Según Farmer y col. [5] cada una de estas células es el resultado de un proceso de nucleación y crecimiento coordinado de MgO y una solución sólida

de circona deficiente en soluto. A 1320 °C la circona componente del producto eutectoide debe formarse como tetragonal, según el diagrama de fases [4], y luego transformarse a una simetría monoclinica durante el enfriamiento posterior hasta temperatura ambiente. Farmer y col. [5] realizaron un estudio a través de técnicas dilatométricas de este fenómeno y reportaron 900 °C como la temperatura alrededor de la cual se lleva a cabo dicha transformación. Finalmente el producto de la reacción eutectoide puede describirse, de una manera genérica, como discontinuo para las condiciones de sobrevejecimiento aquí estudiadas.



Fig. 3a. Material OA: micrografía por MET mostrando precipitados transformados a simetría monoclinica como consecuencia del tratamiento de sobrevejecimiento.

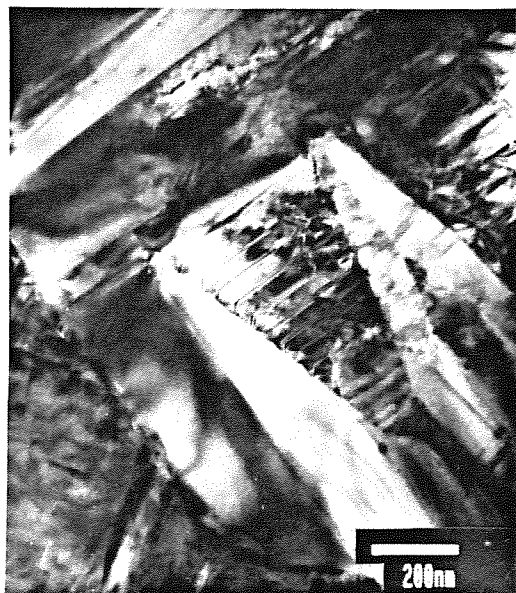


Fig. 3b. Material OA: micrografía por MET donde se observa el carácter "celular" del producto de la descomposición eutectoide.

Sin embargo es de destacar que en varios casos zonas discontinuas de producto parecen interconectarse a través de precipitados monoclinicos intergranulares de tamaño relativamente grande.

3.2. Respuesta mecánica

Los resultados de resistencia a fatiga cíclica, en términos de curvas S-N, para los dos materiales AR y OA son mostrados en la figura 4. Los ensayos para medir la resistencia en flexión bajo condiciones monotónicas de aplicación de la carga resultaron en valores medios de esta propiedad de 473,5 ($\pm 6,8$) MPa y 250,8 ($\pm 11,3$) MPa para los materiales AR y OA respectivamente. Estos valores son incluidos en la figura 4 para un número de ciclos a rotura igual a uno. Ambos materiales muestran "límites a fatiga" a valores correspondientes al 55-60% de la resistencia a flexión bajo condiciones monotónicas de aplicación de la carga.

En general, una comparación de la resistencia a flexión y a fatiga cíclica entre los materiales AR y OA refleja claramente que el primero presenta una respuesta mecánica muy superior a la del material sobrevejecido. Esta diferencia significativa de comportamiento mecánico debe estar asociada a dos causas fundamentales: 1) la capacidad de transformación de partículas de simetría tetragonal a monoclinica en ambos materiales y 2) los aspectos microestructurales que controlan las propiedades mecánicas del material.

En el primer caso, el análisis microestructural descrito en la sección anterior permitió confirmar las condiciones "óptimas" del material AR para que mecanismos de absorción de energía durante la propagación de grietas, grandes o pequeñas, sean operativos en este material, y entonces de una manera indirecta promuevan una resistencia mecánica superior a la del material OA. Este análisis mostró la existencia de una fracción volumétrica alta de precipitados tetragonales con un tamaño "óptimo" para transformar a temperatura ambiente, en la presencia de un campo de esfuerzos inducido por la propagación de una grieta, y distribuidos homogéneamente en la fase matriz cúbica. Esta distribución uniforme e intragranular favorece la probabilidad de interacción de estos precipitados con una grieta en la etapa de propagación y controla la resistencia y la tenacidad del material AR. La figura 5 muestra un ejemplo de esta interacción en la cual el campo de esfuerzos alrededor de la punta de la grieta induce la transformación a simetría monoclinica de los precipitados con el correspondiente cambio de volumen y forma de estas partículas. Un estado de esfuerzos residual es asociado a estos cambios el cual apantalla la punta de la grieta e implica la necesidad de un esfuerzo aplicado mayor para reiniciar o continuar la propagación de la grieta. Así, este mecanismo de incremento

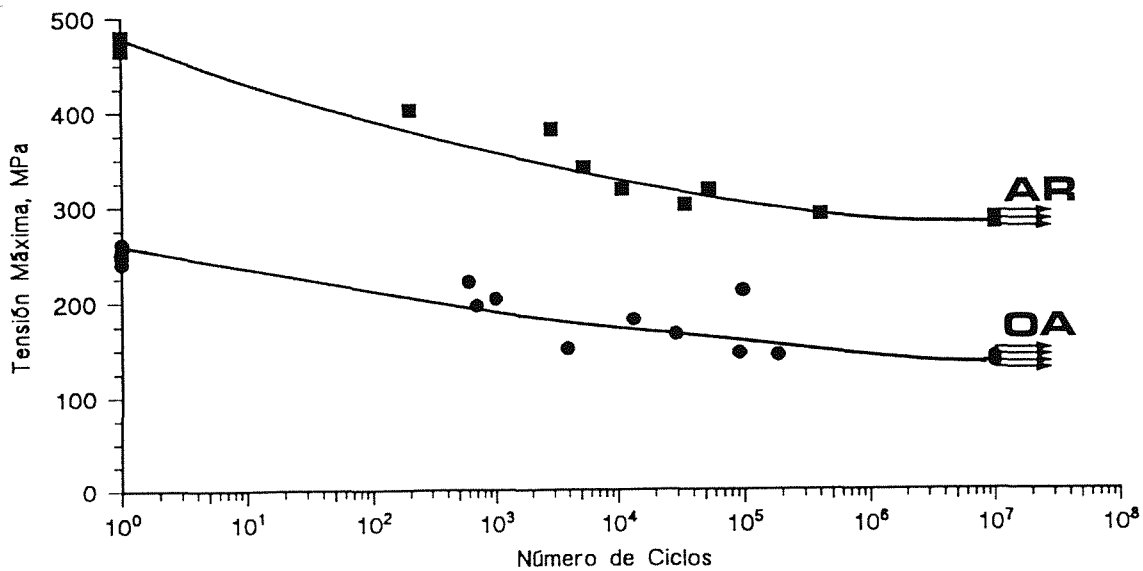


Fig. 4. Respuesta mecánica a flexión bajo cargas monotónicas y fluctuantes de los materiales AR y OA.

de tenacidad es también responsable, al menos indirectamente, de la "buena" resistencia mecánica del material AR.

Por su parte, el análisis microestructural del material OA mostró una fracción volumétrica de precipitados tetragonales, en capacidad de transformar por la interacción con una grieta a temperatura ambiente, mínima (casi nula) y la presencia de una fase discontinua de producto eutectoide en las zonas adyacentes a los bordes de grano. La baja resistencia mecánica está asociada a estas dos observaciones. En el primer caso porque aunque la existencia de una fracción volumétrica significativa de precipitados en fase monoclinica también es capaz de promover una mayor tenacidad y resistencia [2] el incremento de-

bido a este mecanismo no es comparable al que se observa en un material con los aspectos microestructurales del tipo AR. En el segundo caso, y aún más importante para los resultados que aquí se pretenden discutir, porque en el material OA la interacción grieta-precipitados monoclinicos no parece ser el fenómeno o mecanismo que controla las propiedades mecánicas. En este material se observa una tendencia de las grietas a propagarse a través de las zonas colindantes entre el producto de la reacción eutectoide y la fase matriz, en este caso predominantemente monoclinica, y no de un modo intragranular tan definido como el observado para el material AR. Un claro ejemplo de esto se puede apreciar en la figura 6.



Fig. 5. Interacción grieta-precipitados en el material AR y la correspondiente transformación t-m de estos últimos.



Fig. 6. Micrografía por MET donde se observa la propagación de una grieta en zonas adyacentes al producto de la reacción eutectoide en el material OA.

Para darle mayor validez a las afirmaciones del párrafo anterior las figuras 7a y 7b muestran aspectos fractográficos de los materiales AR y OA respectivamente. Estas micrografías corresponden a roturas bajo sollicitaciones cíclicas de carga, pero son generales para los otros tipos de sollicitaciones mecánicas estudiadas en esta investigación, en otras palabras, las correspondientes a ensayos para evaluar la resistencia a flexión y la fatiga estática de los materiales, en total concordancia con los resultados reportados por otros investigadores [6, 7].

En las figuras 7a y 7b se puede apreciar que la superficie de fractura del material OA presenta un



Fig. 7a. Micrografía por MEB del aspecto fractográfico completamente transgranular, y muy definido, en el material AR.

"aspecto intergranular" en contraste con el modo claramente transgranular observado en la superficie de fractura del material AR. Es muy importante destacar que la fractura intergranular en el material OA está delineada por el volumen de producto eutectoide depositado en los bordes de grano, similar a lo reportado por Porter y Heuer [3] previamente. Un fenómeno de microfisuración en las regiones vecinas a este producto eutectoide, debido a incompatibilidades volumétricas y de forma implícitas en la descomposición eutectoide, fue frecuentemente observado. Estas evidencias fractográficas, en general, soportan la existencia de dos mecanismos de interacción grieta-matriz controladores del comportamiento mecánico completamente diferentes en los materiales AR y OA.

3.3. Fatiga cíclica y fatiga estática

Es bien conocido que en materiales cerámicos existe un efecto de fatiga estática, el cual puede ser más o menos significativo dependiendo del material y/o las condiciones experimentales. Curvas S-N como las mostradas en la figura 4 incluyen el efecto de fatiga estática y por tanto para evaluar el efecto "real" de cargas fluctuantes es necesario determinar la magnitud de esta propagación subcrítica de las grietas debido a la combinación tensión-medio ambiente. Una estimación de la diferencia cualitativa entre fatiga estática y fatiga cíclica es obtenida a través de curvas S-t.

La figura 8 corresponde a las curvas S-t para los materiales AR y OA. En general se observa que los comportamientos a fatiga cíclica y estática se distinguen claramente en el material AR, pero la diferencia no es tan evidente en el caso del material OA. Esta diferencia de comportamiento parece sugerir, en una

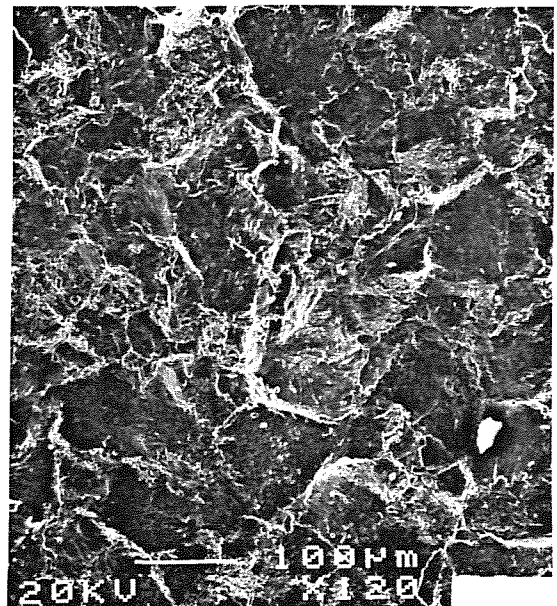


Fig. 7b. Micrografía por MEB de la fractura del material OA mostrando un aspecto intergranular delineado por el producto de la reacción eutectoide.

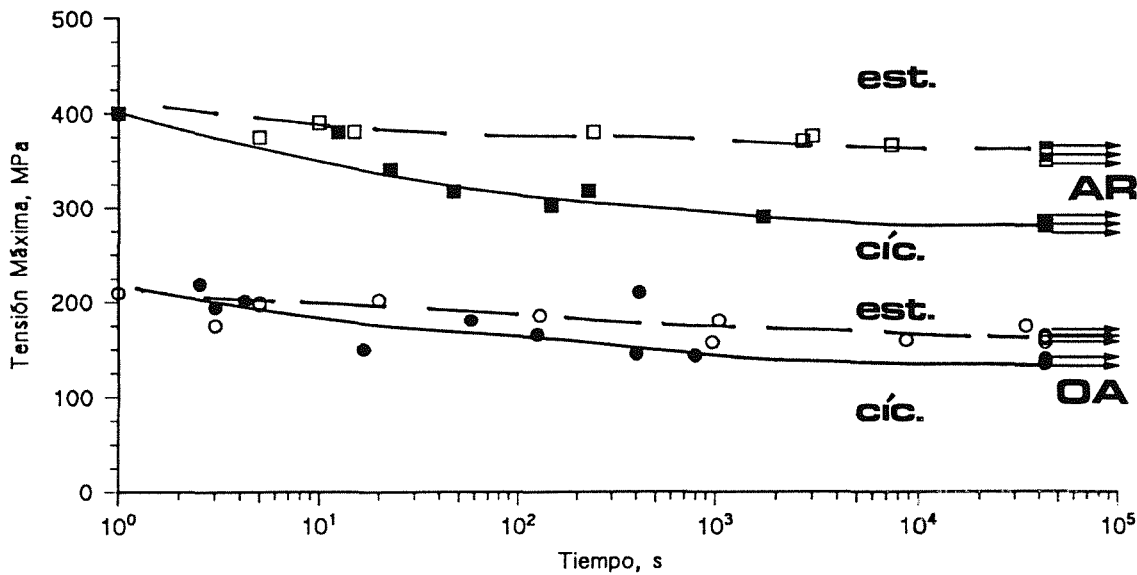


Fig 8. Respuesta mecánica a fatiga cíclica y estática de los materiales AR y OA.

primera aproximación, que el aspecto microestructural del material es un parámetro de importancia en la existencia de un mayor o menor efecto de fatiga cíclica.

Los materiales estudiados muestran mecanismos de interacción grieta-microestructura diferentes, los cuales han sido discutidos en la sección anterior y postulados como los factores controlantes del comportamiento mecánico de cada material. Según los resultados presentados en la figura 8, la prominencia de uno u otro de estos mecanismos debe igualmente afectar el comportamiento a fatiga cíclica y estática de los materiales AR y OA, pero la asociación bajo este tipo de solicitaciones mecánicas se presume ser más compleja. Sin embargo, un análisis cualitativo y una comparación con otros resultados reportados en la literatura es ofrecido a continuación.

Los resultados experimentales sugieren que la fatiga cíclica en la Mg-PSZ podría estar asociada a dos factores: 1) la capacidad del material a presentar mecanismos de transformación y 2) la interacción grieta-microestructura prominente durante la propagación en si. En términos del primer factor un efecto de fatiga podría ser inducido si la zona de transformación en las regiones adyacentes a la punta, y la trayectoria en general, de las grietas fuera diferente bajo aplicación cíclica o monotónica de la carga. Sin embargo, mediciones experimentales llevadas a cabo por espectroscopía Raman parecen descartar esta posibilidad. Dauskart y col. [6] reportaron que el volumen y la extensión de la zona transformada alrededor de grietas grandes propagadas establemente en Mg-PSZ son muy similares bajo solicitaciones monotónicas y cíclicas de carga. El trabajo de Sylva y Suresh [7], también en grietas grandes y aplicando programas de carga mixtos monotónicos-cíclicos, confirma estas ideas.

Una correlación más factible entre la fatiga cíclica y la capacidad de transformación puede ser desarrollada en términos del efecto de la existencia o no de una zona de transformación en el fenómeno de cierre de grieta. Dauskart y col. [6] evaluaron este parámetro en un estudio de la velocidad de propagación estable de grietas grandes en probetas C(T). De la determinación de la flexibilidad en la cara posterior de la probeta se observó un incremento en el cierre de grieta en la medida que se alcanzaron las condiciones umbrales de propagación. Más importante aún fue la observación de un cierre de grieta "premature" a cargas mayores a las convencionalmente definidas como de cierre de grieta según el método de medición. Este fenómeno de cierre de grieta, atribuido al contacto inicial por la rugosidad inducida sobre una distancia muy corta por detrás de la punta de la grieta (algunos micrones) es del orden del factor de intensidad de apantallamiento por transformación. Entonces parece lógico esperar que un material con una mayor capacidad de apantallamiento por transformación presente un mayor efecto de este fenómeno de cierre de grieta "premature" y de allí, un mayor efecto de fatiga cíclica.

Una correlación fatiga cíclica-capacidad de transformación del material similar a la aquí presentada se puede inferir de los resultados experimentales reportados por Dauskart y col. [6]. Sin embargo es sorprendente que en ese trabajo, claramente el más completo en fatiga de la Mg-PSZ, no se hiciera un análisis, al menos cualitativo, de la magnitud de la fatiga cíclica en términos de la microestructura, y por tanto de la capacidad para exhibir mecanismos de transformación, en los materiales estudiados por ellos.

La interacción grieta-microestructura prominente durante la etapa de propagación estable de la grieta fue mencionado como otro posible factor para explicar la

mayor o menor fatiga cíclica observada en los materiales AR y OA. En este aspecto el análisis fractográfico ha mostrado que el material AR presenta una fractura predominantemente transgranular mientras que esta tiene un mayor "carácter intergranular" en el material OA. El modo transgranular característico de la rotura del material AR simplemente confiere mayor validez o énfasis a la correlación fatiga cíclica-capacidad de transformación ya descrita, pues indica que la interacción grieta-precipitados(-matriz) es el mecanismo que controla el fenómeno de fractura. En el caso del material OA la situación es algo más compleja. Aquí, la propagación de la grieta parece ser el resultado de la coalescencia de daño, en forma de microgrietas, asociado al producto de la reacción eutectoide y los resultados de la figura 8 sugieren que en este mecanismo la aplicación monotónica-constante o cíclica de cargas no representa una diferencia significativa en la resistencia del material. Es claro que en el material OA el "carácter intergranular" de la fractura implica un fenómeno de "rugosidad inducida" que podrían promover un daño mayor bajo sollicitaciones cíclicas. Sin embargo, el análisis microestructural de este material ha igualmente mostrado que la extensión de la reacción eutectoide como consecuencia del tratamiento de sobre-envejecimiento aquí llevado a cabo es relativamente alta. Entonces, el daño intrínseco en el material, existente ya en un estado previo a la evaluación experimental por ensayos de fatiga cíclica y estática, es significativo y muy localizado en las regiones vecinas a los bordes de grano. Esto finalmente sugiere que en un análisis de la posible influencia de diversos parámetros en la resistencia del material OA, baja de por sí, el tipo de sollicitación mecánica debe ser considerado un factor secundario.

4. CONCLUSION

Una cerámica Mg-PSZ comercial en condiciones de recepción (material AR), óptimas desde un punto de vista mecánico según el proveedor, y de sobre-envejecimiento (material OA), como consecuencia de un tratamiento térmico a 1320 °C por 8 horas, ha sido estudiada en términos de la influencia de distintos aspectos microestructurales sobre el comportamiento a flexión, a fatiga cíclica y a fatiga estática. En general, la existencia de una alta fracción volumétrica de precipitados tetragonales distribuidos uniformemente en una matriz cúbica permite al material AR exhibir una mayor capacidad de presentar mecanismos de transformación (t-m) los cuales son responsables no solo de una resistencia mecánica elevada sino también de la observación de un claro efecto de fatiga cíclica. En el material OA, por otra parte, el tratamiento térmico conlleva la descomposición eutectoide de la matriz cúbica, prominente en las zonas adyacentes a los bordes de grano. Este producto eutectoide promueve un

daño intrínseco al material, fundamentalmente por microagrietamiento, el cual disminuye de forma significativa la resistencia del material bajo todo tipo de sollicitación mecánica estudiada. Finalmente, el modo transgranular en la propagación de grietas en el material AR, en contraste con el modo intergranular de dicho fenómeno en el material OA, evidencia la existencia de una correlación directa entre la fatiga cíclica y el tipo de interacción grieta-microestructura que controla el comportamiento mecánico en Mg-PSZ con aspectos microestructurales diferentes.

5. REFERENCIAS

- [1] L. Ewart y S. Suresh, "Dynamic Fatigue Crack Growth in Polycrystalline Alumina under Cyclic Compression", *J. Mater. Sci. Lett.*, **5** [4] 774-78 (1986).
- [2] D. L. Porter y A. H. Heuer, "Mechanisms of Toughening Partially Stabilized Zirconia (PSZ)", *J. Am. Ceram. Soc.*, **60** [3-4] 183-84 (1977).
- [3] D. L. Porter y A. H. Heuer, "Microstructural Development in MgO-Partially Stabilized Zirconia (Mg-PSZ)", *J. Am. Ceram. Soc.*, **62** [5-6] 298-305 (1979).
- [4] C. F. Grain, "Phase Relations in the ZrO₂-MgO System", *J. Am. Ceram. Soc.*, **50** [6] 288-90 (1967).
- [5] S. C. Farmer, A. H. Heuer y R. H. J. Hannink, "Eutectoid Decomposition of MgO-Partially-Stabilized ZrO₂", *J. Am. Ceram. Soc.*, **70** [6] 431-40 (1987).
- [6] R. H. Dauskardt, D. B. Marshall y R. O. Ritchie, "Cyclic Fatigue Crack Propagation in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia Ceramics", *J. Am. Ceram. Soc.*, **73** [4] 893-903 (1990).
- [7] L. A. Sylva y S. Suresh, "Crack Growth in Transforming Ceramics under Cyclic Tensile Loads", *J. Mater. Sci.*, **24** 1729-38 (1989).

6. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al C.I.C.Y.T. el financiamiento de este trabajo, a través del proyecto MAT90-764, así como la beca otorgada por la C.E.E. a L.B. y la Generalitat de Catalunya a J.A. Igualmente agradecen la asistencia técnica de M. Marsal y J.M. Manero en las actividades experimentales realizadas en el Servicio de Microscopía Electrónica de la E.T.S.E.I.B. de la U.P.C.