

TENSIONES RESIDUALES DE INDENTACION EN 4Y-PSZ

A. Pajares, F. Guiberteau, F. L. Cumbreira, A. Dominguez-Rodriguez*

Dpto. de Física, F. de Ciencias, Univ. Extremadura. 06071 Badajoz

* Dpto. de Física de la Materia Condensada, F. Física, Univ. Sevilla. 41080 Sevilla

Resumen. Se propone un nuevo y simple método experimental para analizar las tensiones residuales introducidas mediante ensayos de indentación Vickers. El procedimiento consiste en la realización de segundos ensayos de indentación a diferentes distancias de la impronta. El análisis de la configuración de fisuras desarrolladas en los segundos ensayos nos suministra una valiosa información sobre el campo de tensiones residuales. El procedimiento ha sido aplicado para analizar las tensiones residuales de indentación en policristales de 4Y-PSZ y, especialmente, los posibles efectos de relajación de tensiones debido a posteriores tratamientos térmicos y/o mecánicos. El análisis de los resultados nos ha permitido detectar la presencia de tres regiones diferentes alrededor de la impronta.

Abstract. A new and simple experimental method is proposed to analyze the residual stresses around Vickers indent. In this procedure, second indentation tests are performed at different distances from the first indent. From the crack pattern analysis around the second indents it is possible to obtain a very useful information about the indentation residual stresses. The method is applied to analyze the indentation residual stresses in 4Y-PSZ polycrystals and, specially, the possible stress relaxation effects as a consequence of subsequent thermal and/or mechanical treatment. From the analysis of the experimental results, three different zones have been identified around the indent.

1. INTRODUCCION

El contacto de un impresor puntiagudo con la superficie de un material cerámico deja en éste una huella residual o impronta debido a la activación de procesos de deformación irreversibles. Asumiendo que la deformación plástica es un proceso a volumen constante, el volumen de la impronta es acomodado por la deformación elástica a su alrededor. En esta descripción idealizada, las tensiones residuales de indentación proceden exclusivamente del efecto de acomodación del volumen de la impronta. Sin embargo, en la práctica el contacto elástico-plástico es un fenómeno complejo y otros factores pueden afectar significativamente al campo de tensiones residuales. Así por ejemplo, el desplazamiento de material hacia la superficie (uplifting) y/o la densificación estructural reducen el volumen total a acomodar y, en consecuencia, atenúan el campo de tensiones residuales. Las posibles transformaciones inducidas por tensión con variación de volumen, aumentarían o reducirían el campo de tensiones

residuales dependiendo de su carácter expansivo o compresivo.

Las técnicas de indentación y su metodología asociada constituyen actualmente una herramienta muy poderosa para el estudio de las propiedades mecánicas de diferentes materiales [1-2]. Mediante este tipo de ensayos es posible estudiar características intrínsecas de los procesos de deformación, estados de tensiones residuales, problemas de adhesión entre superficies, propiedades relacionadas con la fractura del material, etc. En particular, esta técnica presenta un interés especial para el estudio de propiedades mecánicas de materiales frágiles como los cerámicos [3] por las siguientes razones:

1) La acción conjunta de fuertes tensiones de cizalladura y tensiones hidrostáticas de compresión actuando sobre una pequeña región del material, hacen posible su deformación plástica a bajas temperaturas, a diferencia de otros ensayos convencionales, como el de compresión uniaxial, en el que tiene lugar la fractura catastrófica del

material sin deformación plástica previa.

2) La aparición de determinadas configuraciones de fisuras permite obtener información cuantitativa sobre la resistencia a la fractura del material [4-5]. A esta información se puede acceder directamente, utilizando los modelos desarrollados para los procesos de fractura por indentación, o bien indirectamente, considerando las fisuras de indentación como grietas controladas para, a continuación, estudiar su evolución en posteriores ensayos de flexión.

Para todas estas posibles aplicaciones se hace crucial el conocimiento de las tensiones residuales de indentación, especialmente para la evaluación de la tenacidad así como para el análisis de las propiedades de contacto del material (resistencia a la erosión, degradación de la resistencia mecánica, etc). En este trabajo, nuestro interés se ha centrado en el análisis de las tensiones residuales introducidas mediante ensayos Vickers en policristales de $ZrO_2 - 4mol\% Y_2O_3$ (4Y-PSZ) y, especialmente, en analizar su posible relajación como consecuencia de posteriores tratamientos térmicos y/o mecánicos.

2. ANTECEDENTES DEL TRABAJO

Configuración de fisuras

La inspección del perfil de fisuras nos puede suministrar una información valiosa sobre el campo de tensiones residuales de indentación, ya que dicho perfil es el resultado del balance entre las fuerzas que actúan en punta de fisura: la fuerza resistiva, representada por el factor de intensidad de tensiones resistivo, " K_R ", (ó tenacidad, K_{IC}) y la fuerza motriz, representada por el factor de intensidad de tensiones residual, " K_r ".

En la Figura 1 se muestran los perfiles de fisuras obtenidos para cargas de indentación de 49, 294 y 490N. Para la carga más pequeña la configuración es de tipo radial (según la nomenclatura de Cook y Pharr [6]) si bien, en nuestro caso, las fisuras se extienden a mayor profundidad que la impronta. A 490N la fisura es de tipo semicircular, con la excepción de una región bajo la impronta que resulta inaccesible a la fisura. A 294 N se obtiene una configuración intermedia entre la radial y semicircular, denominada fisura tipo riñón [7].

La característica común a todos los perfiles es la existencia de una región inaccesible a la fisura bajo la impronta (corazón) de forma cuasi-esférica y cuyo centro está situado a una cierta profundidad de la superficie. Efectivamente, en trabajos previos [8] hemos puesto de manifiesto la inaccesibilidad de las fisuras al corazón incluso cuando la muestra se somete posteriormente a ensayos de flexión; la fisura sólo atraviesa esta región

cuando se propaga catastróficamente. La explicación de estos resultados hay que buscarla en el fuerte estado de compresión hidrostática a que se encuentra sometida la región plástica bajo la impronta.

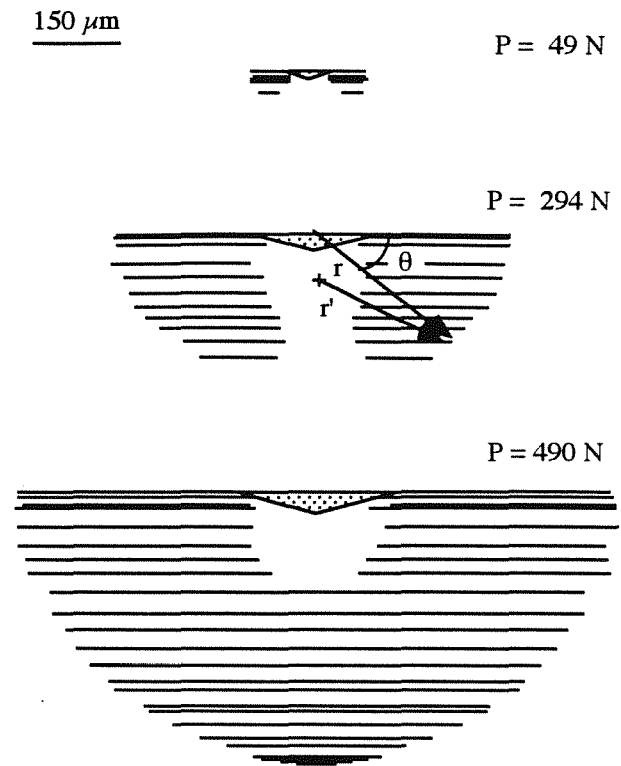


Fig. 1. Perfiles de fisuras correspondientes a diferentes cargas de ensayo, obtenidos mediante pulido sucesivo. En la figura se muestran las coordenadas " r " y " θ " de un punto del perfil, así como su distancia al corazón.

Factor de intensidad de tensiones residual

En relación a las tensiones residuales en la región que rodea a la zona plástica, es interesante inspeccionar la dependencia de la longitud de fisura en superficie, c , con la carga del ensayo, P . Los resultados de la Figura 2 muestran una dependencia en la forma $c \sim P^{2/3}$, sugiriendo la posibilidad de evaluar la tenacidad del material mediante la siguiente relación [4]

$$K_{IC} = K_r = X^* P/c^{3/2} \quad (1)$$

donde X^* es una constante que engloba todos los posibles factores que afectan al campo de tensiones residuales. En trabajos previos [8] hemos calibrado el valor del factor X^* en 4Y-PSZ obteniendo finalmente un valor de tenacidad igual a $3.1 \text{ MPa m}^{1/2}$. En el caso de fisuras semicirculares, la igualdad (1) sería válida para todos los puntos en el extremo de la fisura, se encuentren o no en la superficie de la muestra; la

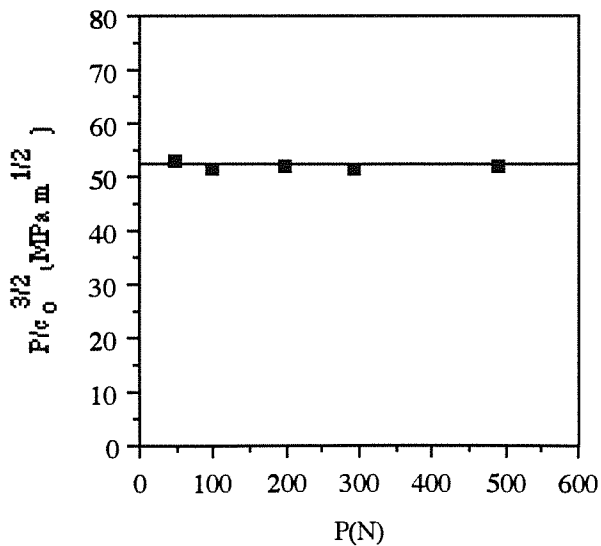


Fig. 2. Representación de la razón $P/c_0^{3/2}$ frente a la carga del ensayo de indentación P.

longitud de fisura, r, es igual a "c" en todo el perfil. Sin embargo, en el caso de fisuras radiales o tipo riñón $r \leq c$ y, en consecuencia, el uso de la igualdad (1) exige sustituir el factor constante X^* por una función $X(r, \theta) \leq X^*$ cuyo valor depende del punto considerado en el perfil (Fig.1). En un trabajo previo se propone un modelo para justificar los diferentes perfiles de fisuras observados [9], según el cual la función X depende sólo de la distancia entre el punto considerado y el centro del corazón, r' , de forma que dicha función puede ser obtenida a partir de los perfiles de fisuras.

3. METODO EXPERIMENTAL

Como ya se ha mencionado, el estudio se ha realizado sobre policristales de 4Y-PSZ. El material* fué fabricado mediante prensado en caliente a 1400°C y, posteriormente, sinterizado en aire a 1650°C durante dos horas.

Las superficies sobre las que se realizaron los ensayos de indentación, fueron previamente sometidas a un proceso de pulido mecánico con pasta de diamante, cuyo tamaño de grano se redujo progresivamente desde 9 hasta 1 µm.

Se realizaron ensayos de indentación Vickers a 490N con un durómetro Matsuzawa (modelo MV-1) fijando la velocidad de carga en 40 µm/s y la duración del ensayo en 20 s.

Algunas muestras fueron sometidas posteriormente a tratamientos térmicos y/o. Los tratamientos térmicos

*Fabricado por Ceraten S.A. (España)

consistieron en procesos de recocido a 200, 400, 800 y 1000°C durante 4 min. En los tratamientos mecánicos se trataba de eliminar parcial o totalmente la región distorsionada durante el ensayo de indentación. Para ello se pulió mecánicamente la superficie de indentación hasta reducir el espesor de la muestra en 50, 85 y 180 µm. Nuestro interés se ha centrado en analizar la influencia de los tratamientos térmicos y mecánicos, de forma aislada o combinada, sobre las tensiones residuales de indentación.

Para poner de manifiesto experimentalmente la existencia de tensiones residuales, se han realizado segundos ensayos de indentación a diferentes distancias del primero. Estos ensayos se realizaron a 49 N alineando las diagonales de la impronta en las direcciones radiales y tangenciales correspondientes al primer ensayo, como se ilustra en la Figura 3. Como es lógico, el campo de tensiones residuales generado en el primer ensayo afectará a las longitudes de fisuras que se desarrollan en el segundo.

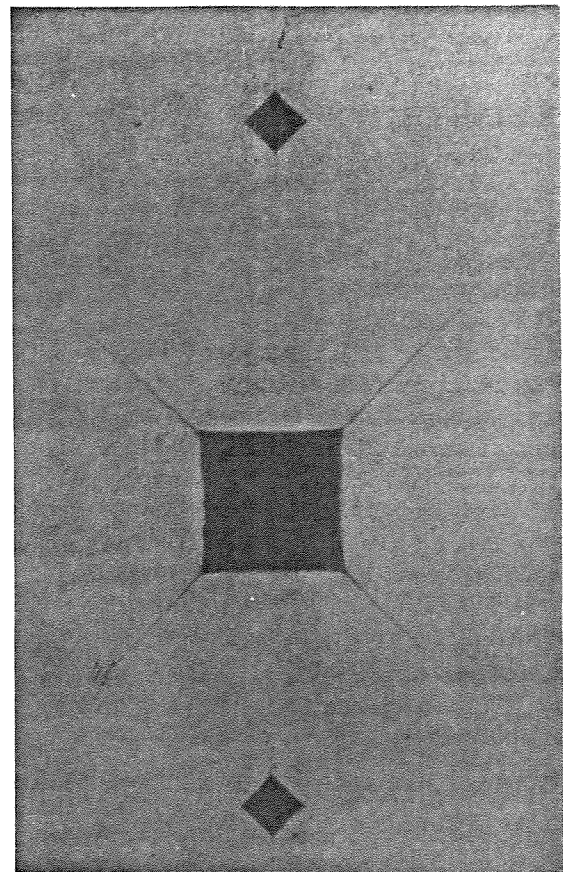


Fig. 3. Micrografía óptica mostrando segundos ensayos de indentación realizados a diferentes distancias de un primer ensayo.

Las longitudes de fisuras fueron medidas en campo oscuro. Para ello se utilizó un microscopio óptico Olympus, al que se adaptó un micrómetro previamente

calibrado al ocular. Generalmente, las dos fisuras en la dirección radial tienen longitudes diferentes, que denotaremos por c_{ri} y c_{ro} (Fig.4). Por el contrario, las dos fisuras en direcciones tangenciales tienen la misma longitud, c_t . La comparación entre las longitudes de fisuras generadas alrededor de los segundos ensayos con su valor característico en ausencia del primer ensayo, nos permitirá analizar el campo de tensiones residuales y, en especial, su modificación como consecuencia de los tratamientos anteriormente descritos.

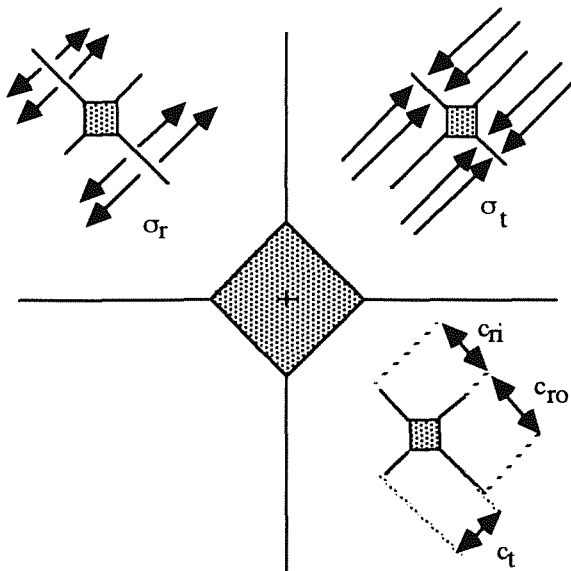


Fig. 4. Esquema de fisuras generadas en los segundos ensayos, mostrando las tensiones residuales debidas al primer ensayo.

4. RESULTADOS EXPERIMENTALES ANÁLISIS Y DISCUSIÓN

En la Figura 5 se esquematizan las características más interesantes del perfil de fisura obtenido a 490 N en 4Y-PSZ. Como puede apreciarse, el centro del corazón se sitúa aproximadamente a 80 μm de profundidad y el radio de esta región es aproximadamente 110(\pm 10) μm . Las fisuras en superficie tienen una longitud aproximadamente igual a 450(\pm 20) μm .

Con respecto a los ensayos a 49 N, la longitud de fisura en superficie es 100(\pm 5) μm .

Con el fin de facilitar la discusión, expondremos separadamente los resultados correspondientes a segundos ensayos realizados en zonas alejadas de la región del corazón (\sim 500 μm) y los realizados en zonas próximas al corazón (\leq 350 μm).

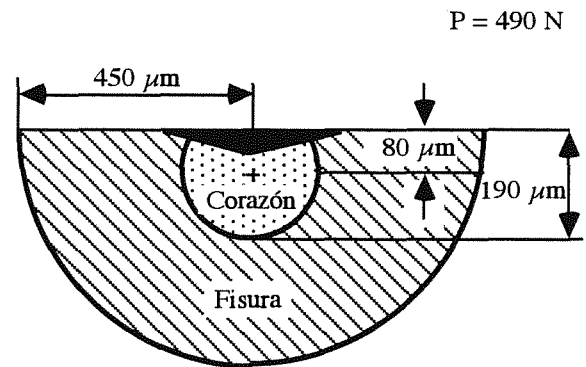


Fig. 5. Características del perfil de fisura generado en un ensayo de indentación de 490 N.

Región alejada del corazón

Las Figuras 6 y 7 muestran los resultados de los segundos ensayos realizados a 500 μm del primero, tanto en muestras tratadas como sin tratamiento alguno. Las tensiones residuales correspondientes al primer ensayo reducen la longitud de las fisuras tangenciales del segundo en un 40% y sólo aumentan en un 20% la de las fisuras radiales; la fisura radial interna de longitud, c_{ri} , es mayor que la externa, c_{ro} , debido a que se encuentra más próxima a la impronta originada en el primer ensayo. Las fisuras tangenciales siguen afectadas después del recocido a 1000°C (Fig.6a), mostrando la permanencia de tensiones residuales después de este proceso. Por el contrario, los resultados correspondientes a las fisuras radiales (Fig.6b-6c) parecen sugerir la ausencia de tensiones residuales después del tratamiento a 400-800°C. Resultados análogos se obtienen para los tratamientos mecánicos (Fig.7) que muestran, de nuevo, la mayor sensibilidad de las fisuras tangenciales para detectar la presencia de tensiones residuales; es interesante resaltar la presencia de estas tensiones incluso después de haber eliminado el espesor correspondiente a la región del corazón (180 μm).

Teniendo en cuenta la simetría del problema, podríamos considerar como una buena aproximación la existencia de una tensión de compresión constante sobre las fisuras tangenciales, σ_t , y de una tensión de tracción decreciente sobre las fisuras radiales, σ_r , como se ilustra en la Figura 4. Según lo expuesto anteriormente, las tensiones de compresión, σ_t , son las que más afectan a las fisuras, por lo que deben ser mayores que las tensiones de tracción, σ_r .

A partir de estos resultados, sería posible estimar las tensiones residuales, σ_t , introducidas en el ensayo a 490N en un punto de la superficie situado a 500 μm de la impronta. Para ello, basta considerar que la fisura tangencial correspondiente al segundo ensayo se

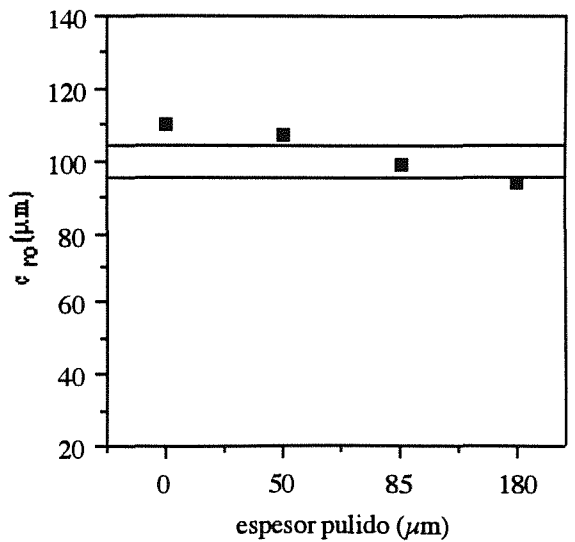
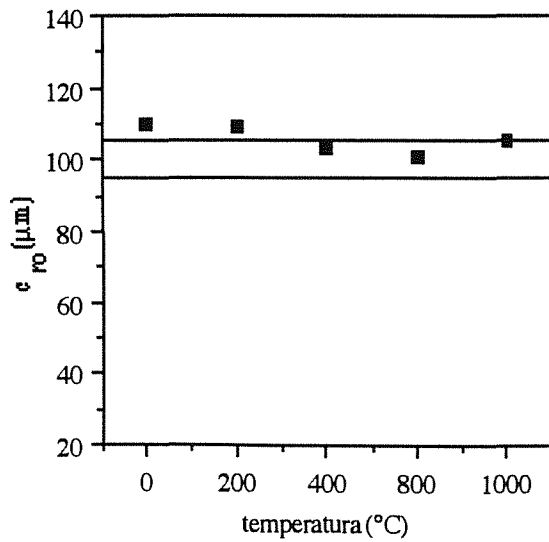
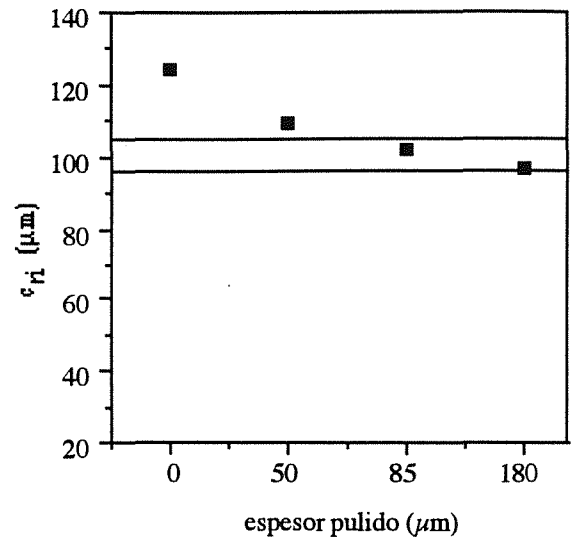
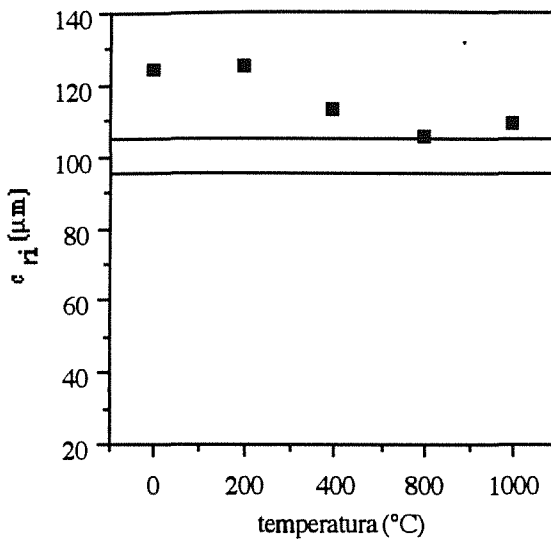
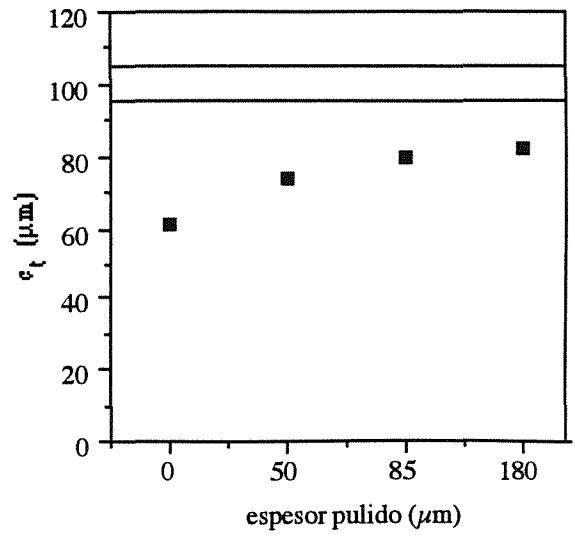
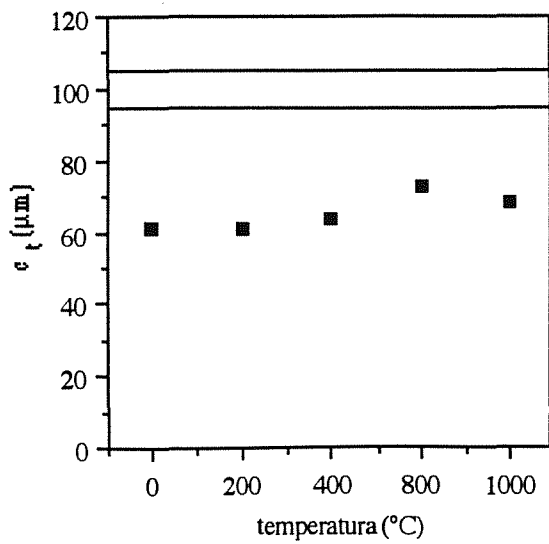


Fig. 6. Longitudes de las fisuras generadas por segundos ensayos realizados a 500 μm del primero en función de la temperatura del tratamiento térmico.

Fig. 7. Longitudes de las fisuras generadas por segundos ensayos realizados a 500 μm del primero en función del espesor de material eliminado por pulido.

desarrolla bajo la acción simultánea de las tensiones residuales introducidas en el primer y segundo ensayo, luego se verifica

$$K_{IC} = K_r = X P/c_t^{3/2} - Y \sigma_t \sqrt{c_t} \quad (2)$$

donde Y es un factor constante de valor próximo a la unidad. Sustituyendo en esta igualdad los valores de X, P, c_t , Y, y K_{IC} y despejando σ_t se obtienen los valores 206, 170 y 122 MPa para las muestras sin tratar y tratadas a 400 y 800 °C, respectivamente; las tensiones residuales se han reducido aproximadamente en un 20% (400°C) y en un 40% (800°C) durante estos cortos procesos de recocido.

Región próxima al corazón

Los ensayos se realizaron sobre una muestra pulida hasta el centro del corazón, habida cuenta de la persistencia de tensiones residuales en estas condiciones (Fig. 7a). Con el fin de inspeccionar la acción conjunta del pulido y del tratamiento térmico, se realizó una serie de segundos ensayos sobre muestras previamente recocidas a 1000°C durante 30 min. Los resultados obtenidos para muestras tratadas y sin tratar a diferentes distancias del corazón, d' , se resumen en la Tabla 1.

$d' (\mu\text{m})$	$c_t (\mu\text{m})$	$c_{ri} (\mu\text{m})$	$c_{ro} (\mu\text{m})$
105	0 60	0 74	82 89
170	49 68	63 68	120 106
215	55 76	76 97	131 104
350	66 87	126 99	106 98

Tabla 1. Longitudes de fisuras generadas por segundos ensayos realizados en la región próxima al corazón en muestras pulidas 80 μm . Los valores que aparecen en los recuadros corresponden a muestras tratadas térmicamente con posterioridad al pulido mecánico.

En los segundos ensayos realizados a 105 μm del primero, no se observan fisuras tangenciales. Al aumentar la distancia aumenta la longitud de estas fisuras debido a la disminución progresiva del fuerte estado de compresión al que se encuentran sometidas.

Por otro lado, los valores de c_t para la muestra tratada indican la persistencia de tensiones residuales, si bien el efecto de relajación por tratamiento térmico es importante.

En cuanto a las fisuras radiales internas, en el caso de muestras sin tratar, nunca penetran en el corazón evidenciando el estado de compresión hidrostático característico de esta región. Esto justifica que el valor $c_{ri}=63\mu\text{m}$ para $d'=170\mu\text{m}$ sea inferior al que cabría esperar, sencillamente porque la fisura queda retenida en la frontera del corazón. Sin embargo, el valor $c_{ri}=76\mu\text{m}$ para $d'=215\mu\text{m}$ no admite la misma explicación ya que la fisura no llega al corazón; sólo extendiendo la idea de un estado de compresión hidrostática en la región próxima al corazón, superpuesto a las tensiones de tracción sobre las fisuras radiales, podríamos explicar este resultado. El efecto de relajación de las tensiones residuales por tratamiento térmico es también claro, incluso en el corazón, de forma que a distancias superiores a 200 μm las tensiones residuales no afectan a la longitud de las fisuras radiales.

En cuanto a las fisuras radiales externas, para $d'=105\mu\text{m}$ se obtiene $c_{ro}=82\mu\text{m}$, valor inferior al esperado que, de nuevo, sugiere la existencia de un cierto estado de compresión hidrostática en la región próxima al corazón; observar que en este caso la fisura tiende a alejarse del corazón. Para $d'=170\mu\text{m}$ y $d'=215\mu\text{m}$ las longitudes de estas fisuras son 120 y 131 μm , respectivamente. Estos valores son superiores a la longitud característica en ausencia del primer ensayo, en buen acuerdo con la existencia de tensiones de tracción. Sin embargo, la tendencia observada no es la esperada, ya que al alejarnos del primer ensayo las tensiones residuales deben disminuir y, en consecuencia, la longitud de la fisura debería también disminuir, contrariamente a lo observado; de nuevo, la existencia de un estado de compresión hidrostática podría justificar este resultado, admitiendo que su relajación al aumentar la distancia al corazón fuese más importante que la propia relajación de las tensiones de tracción. Para $d'=350\mu\text{m}$ estas fisuras no se ven afectadas por las tensiones residuales. Para finalizar, es importante insistir de nuevo en que el tratamiento térmico relaja las tensiones residuales, de forma que éstas sólo parecen afectar a las fisuras radiales externas a distancias entre ensayos menores que 170 μm .

En relación al posible estado de compresión hidrostática en la región próxima al corazón, es importante destacar que podría además justificar los perfiles de fisuras tipo riñón observados; de hecho, en el modelo propuesto para justificar dichos perfiles en un estudio previo [9] se admite implícitamente esta hipótesis. Su origen, debe estar relacionado con la existencia de partículas tetragonales en estado metaestable en el material [10], susceptibles de transformarse a la fase monoclinica

estable durante el ensayo de indentación, como ha sido verificado experimentalmente [11]. La transformación por indentación en el corazón supone un aumento del estado de compresión hidrostática de esta región, a la vez que aumenta el campo de tensiones residuales en la región exterior donde se desarrollan las fisuras. Sin embargo, la transformación en las regiones próximas al corazón implica la existencia de tensiones hidrostáticas adicionales sobre esta región. De hecho, en trabajos muy recientes sobre Y-TZP, Cook y col. [12] muestran como en determinadas condiciones las fisuras de indentación pueden quedar atrapadas en la región transformada por indentación.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se propone un método experimental simple para detectar las tensiones residuales de indentación, así como su posible relajación por tratamientos termomecánicos posteriores. Se trata simplemente de realizar segundos ensayos de indentación alrededor de la impronta y analizar la configuración de fisuras generadas. La aplicación del método descrito para el caso de ensayos Vickers realizados a 490 N sobre policristales de 4Y-PSZ nos ha permitido:

- 1) Detectar la existencia de una extensa región bajo la impronta de forma cuasi-esférica, sometida a fuertes tensiones hidrostáticas de compresión.
- 2) Evaluar las tensiones residuales en la región elástica, constatando que las tensiones de compresión, σ_c , resultan apreciablemente mayores que las tensiones de tracción, σ_T , en buen acuerdo con las predicciones teóricas [6].
- 3) Inspeccionar la región de transición plástica-elástica, sugiriendo la necesidad de un cierto estado de compresión hidrostática adicional en dicha región. El origen de esta compresión hidrostática podría ser la transformación de partículas, desde la fase tetragonal metaestable a la fase monoclinica estable, en esta región.
- 4) Analizar la relajación de tensiones residuales como consecuencia de tratamientos térmicos y/o mecánicos.

6. REFERENCIAS

- [1] Westbrook J. H. y Conrad H., "The Science of Hardness Testing and its Research Applications", American Society for Metals, Metals Park, OH (1973).
- [2] Blau P. J. y Lawn B. R., "Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering" (Ed. Blau P. J. y Lawn B. R.) ASTM Special Technical Publication 889, (1986).
- [3] McColm I. J., "Ceramic Hardness", Plenum Press, (1990).
- [4] Anstis G. R., Chantikul P., Marshall D. B. y Lawn B. R., "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements", J. Am. Ceram. Soc. **64**, 533 (1981).
- [5] Chantikul P., Anstis G. R., Lawn B. R. y Marshall D. B. "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II. Strength Method", J. Am. Ceram. Soc. **64**, 539 (1981).
- [6] Cook R. F. y Pharr G. M., "Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics", J. Am. Ceram. Soc. **73**, 787 (1990).
- [7] Kaliszewski M. S., Behrens G., Heuer H., Shaw M. C., Marshall D. B., Dransmann G. W., Steinbrech R. W., Pajares A., Guiberteau F., Cumbreira F. L. y Dominguez-Rodriguez A., "Indentation Studies on Y_2O_3 -Stabilized ZrO_2 : I. Development of Indentation-Induced Cracks", J. Am. Ceram. Soc. En prensa. (1994).
- [8] Dransmann G. W., Steinbrech R. W., Pajares A., Guiberteau F., Dominguez-Rodriguez A., Behrens G. y Heuer H., "Indentation Studies on Y_2O_3 -Stabilized ZrO_2 : II. Toughness Determination from Stable Growth of Indentation-Induced Cracks", J. Am. Ceram. Soc. En prensa. (1994).
- [9] Pajares A., Guiberteau F., Cumbreira F. L. y Dominguez-Rodriguez A., "Un Modelo para Explicar la Configuración de Fisuras Generadas Mediante Ensayos Vickers a Diferentes Cargas en 4Y-PSZ", Anales de Mecánica de la Fractura **9**, 22 (1992).
- [10] Sanchez Bajo F., Cumbreira F. L., Guiberteau F. y Dominguez-Rodriguez A., "Microstructural Characterization of Y-PSZ (4 mol%) Polycrystals by Means of X-ray Diffraction Experiments", Mater. Lett. **15**, 39 (1992).
- [11] Pajares A., Guiberteau F., Westmacott K. H. y Dominguez-Rodriguez A., "TEM Characterization of Indented Polycrystalline Y-PSZ", J. Mater. Sci. **28**, 6709 (1993).
- [12] Cook R. F., Braun L. M. y Cannon W. R., "Trapped Cracks at Indentations: I. Experiments on Ytria-Tetragonal Zirconia Polycrystals", J. Mater. Sci. Sometido. (1994).

Agradecimientos: Este trabajo ha sido financiado por el proyecto CICYT ref. MAT91-1196-CO2 concedido por el Ministerio de Educación y Ciencia (España) y por la Acción Integrada Hispano-Alemana ref. 92-98.