

## CRECIMIENTO DE GRIETAS POR FATIGA EN LA CIRCONA PARCIALMENTE ESTABILIZADA (Mg-PSZ)

R. Fernández, L. Llanes, 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.** Se ha estudiado la propagación de fisuras por fatiga en una circona parcialmente estabilizada con magnesia (Mg-PSZ), con dos microestructuras diferentes. En un caso el material presentó una microestructura caracterizada por precipitados tetragonales distribuidos uniformemente en una matriz cúbica (AR). El otro caso corresponde al material AR tratado térmicamente a 1320°C durante 8 horas, generando fundamentalmente una decomposición eutécticoide de la matriz cúbica localizada en el borde de grano y partículas monoclinicas de mayor tamaño (OA). Para las dos microestructuras, dado un factor de intensidad de tensiones máximo aplicado, la velocidad de propagación de grietas es mayor bajo cargas cíclicas que bajo cargas estáticas. Se observó para los dos casos un mayor valor en las pendientes de las curvas de propagación bajo condiciones estáticas de carga, comparado con el de cargas cíclicas. Los resultados son discutidos en términos de la microestructura y su influencia sobre los mecanismos de resistencia a la propagación de fisuras presentes en cada caso; así como del efecto de las cargas cíclicas y el medio ambiente sobre estos mecanismos.

**Abstract.** The fatigue crack growth behavior of a magnesia-partially-stabilized zirconia, with two different microstructures, has been studied. One microstructure was characterized by tetragonal precipitates uniformly distributed within a cubic matrix (AR). The other one corresponded to the AR material, but heat treated at 1320°C during 8 hours. Such an aging treatment mainly promoted localized eutectoid decomposition of the cubic matrix on grain boundary regions as well as formation of monoclinic particles of large size (OA). For both materials, given a maximum stress intensity factor applied, the fatigue crack propagation rates were higher under cyclic loading than under static one. It was observed, for both cases, a larger slope on the crack propagation curves for the static loading conditions, when compared to the results corresponding to cyclic loading. The results are discussed in terms of the microstructural features and their influence on the mechanisms of crack growth resistance existing in each case; as well as of the effect of cyclic loading and environment on such mechanisms.

### INTRODUCCIÓN

La circona parcialmente estabilizada con magnesia (Mg-PSZ) pertenece al grupo de cerámicas llamadas "avanzadas". Estas cerámicas son candidatas a ser utilizadas en aplicaciones estructurales donde se requiera una relación alta rigidez/peso, así como estabilidad química y térmica. La alta resistencia de las cerámicas, en general se ve opacada por su intrínseca baja tenacidad. La capacidad de aumento de tenacidad mediante transformación inducida por esfuerzo de la circona, reportada por primera vez por Garvie *et al.* [1], ha logrado que la circona sea tomada en cuenta para reemplazar a otras cerámicas, e inclusive algunos metales, en aplicaciones tradicionales.

Desde un punto de vista estructural mas amplio, la obtención de cerámicas con resistencia y tenacidad mayores, repercute sensiblemente en el comportamiento mecánico de dichos materiales bajo cargas fluctuantes. Como la mayoría de las cerámicas avanzadas, la

Mg-PSZ es propensa a presentar el fenómeno de "fatiga cíclica". En la literatura relacionada con propiedades mecánicas de materiales cerámicos, el termino "fatiga cíclica" es usado para distinguir la fatiga mecánica real del crecimiento subcritico de grietas bajo tensión asistido por el medio ambiente, generalmente llamado "fatiga estática".

Se han realizado varias investigaciones en torno a la fatiga de Mg-PSZ, tomando en cuenta tanto defectos de procesamiento como fisuras de diferentes tamaños [2-5]. De dichos trabajos se pueden extraer algunos hechos muy interesantes en el comportamiento de la Mg-PSZ en fatiga: 1) el material sufre una degradación mecánica al ser sometido a cargas fluctuantes [2-5]; 2) existe una relación potencial con un exponente elevado, entre el coeficiente de intensidad de tensiones aplicado ( $K_I$ ) y la velocidad de crecimiento de la fisura [3-5]; 3) la velocidad de propagación de los defectos de procesamiento en la superficie es mayor que la observada en grietas de mayor tamaño, para un factor

de intensidad de tensiones aplicado equivalente [5]; y 4) el deterioro producido por fatiga cíclica en tensión-compresión es mayor que el producido en tensión-tensión [2,4].

Por otra parte, la influencia de la microestructura en el fenómeno de fatiga de la Mg-PSZ ha sido poco estudiada. El efecto de este parámetro en la magnitud relativa de fatiga estática y cíclica de la Mg-PSZ, en términos de la vida a fatiga del material, ha sido investigada por los autores recientemente [6,7]. El objetivo del presente trabajo es profundizar en dicho conocimiento a través de la evaluación de la velocidad de crecimiento de grietas "grandes" en la Mg-PSZ, con diferentes parámetros microestructurales. Los resultados obtenidos se discuten en términos de los mecanismos de resistencia a la propagación de fisuras relevantes en cada caso, y de su posible degradación bajo las sollicitaciones mecánicas impuestas.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material estudiado fue una circona parcialmente estabilizada, con aproximadamente 9% molar MgO, (ZrO<sub>2</sub> tipo FZM, Friedrichsfeld Alemania) con dos microestructuras diferentes. Una microestructura, referida como material AR, corresponde a las condiciones de "recepción", óptimas según las especificaciones dadas por el fabricante. La otra microestructura referida como material OA, corresponde al material AR sometido a un tratamiento térmico sub-eutectoide de "envejecimiento", a 1320 °C durante 8 horas. Ambas microestructuras han sido caracterizadas por microscopía óptica (MO), electrónica de barrido (MEB) y electrónica de transmisión (MET).

Las muestras suministradas en forma de prismas rectangulares de 5x8x50mm fueron pulidas con pasta de diamante (6µm) para facilitar la observación de la grieta. Se realizó una entalla con disco de diamante obteniendo una relación entalla/altura de 0.3. Las muestras fueron prefisuradas mediante carga cíclica en compresión-compresión. La prefisuración se llevo a cabo en una máquina de ensayos universal (INSTRON, modelo 1341) en control de carga y con una onda sinusoidal (relación entre carga mínima y máxima, R, de 10 y frecuencia de 20Hz).

La medición de la velocidad de crecimiento de las grietas fue realizada en una máquina de ensayos universal (INSTRON, modelo 8511) mediante flexión por cuatro puntos. Los ensayos bajo carga constante fueron conducidos en control de carga con una rampa de 100N/s. En los ensayos de fatiga cíclica se utilizaron ondas sinusoidales con R de 0.2 y 0.6 en cada caso, ambas con una frecuencia de 2Hz. Para la

determinación de la "Curva R", se utilizó una onda trapezoidal con velocidades de carga y descarga de 1000N/s y un tiempo de permanencia a carga máxima de 0.5s. La longitud de la grieta fue medida *in situ* usando un microscopio óptico de larga distancia (QUESTAR, modelo QM100). En todos los casos el valor del factor de intensidad de esfuerzos aplicado se calculó utilizando la expresión presentada por Tada *et al.* [8]. Las superficies de fractura así como piezas no fracturadas fueron observadas mediante MO y MEB. Todos los ensayos se realizaron a temperatura ambiente y humedad aproximada de 55%.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1. Aspectos microestructurales

El tamaño de grano promedio, a partir de las imágenes por MO y MEB, fue en ambos casos de aproximadamente 65µm. Como fue reportado previamente [6], los precipitados se encuentran distribuidos uniformemente dentro de la matriz cúbica con una fracción de volumen cercana al 40%. En el caso del material AR los precipitados presentes corresponden a una simetría tetragonal y un tamaño promedio de 150µm. En el material OA son de simetría monoclinica y con un tamaño de precipitado superior a los 250µm, como se observa en la figura 1. Otros aspectos generales del material OA se observan en la figura 2. En este caso, el borde de grano se observa como zonas de color oscuro, debido al ataque preferencial (ácido fluorhídrico concentrado por aproximadamente 4 minutos), revelando así zonas de diferente composición por la presencia del producto eutectoide.

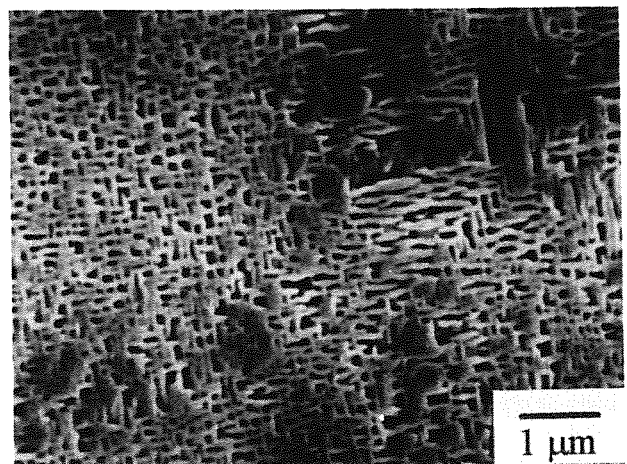


Fig. 1. Micrografía por MEB del material OA donde se observa la distribución y tamaño de los precipitados monoclinicos.

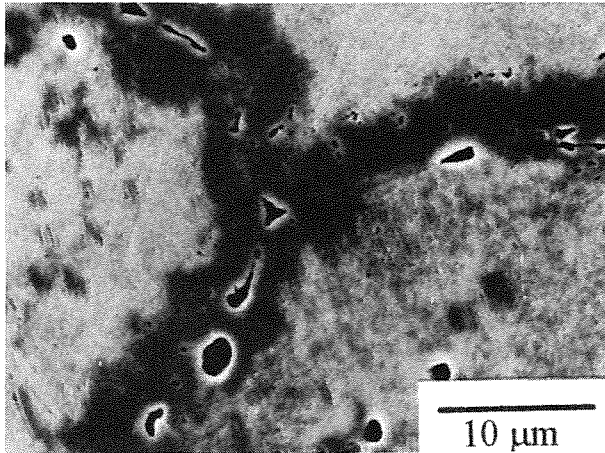


Fig. 2. Micrografía por MEB del material OA donde el ataque químico preferencial revela claramente la región adyacente a los bordes de grano gracias a la presencia del producto eutectoide.

3.2. Comportamiento mecánico

En la figura 3 se muestra el crecimiento de grieta en función del factor de concentración de tensión aplicado (K). El gráfico muestra claramente el comportamiento de "Curva-R" en ambos materiales, el cual concuerda relativamente bien con otros resultados reportados en la literatura [9]. Los valores de partida para K de las Curvas-R mostradas en la figura 3 fueron estimados, bajo consideraciones físicas, como los umbrales de fatiga estática correspondientes para cada microestructura (6 y 3.5 MPam<sup>1/2</sup> para los materiales AR y OA respectivamente, sección 3.3).

La figura 3 muestra un comportamiento de Curva-R pronunciado para el materia AR, lo cual era esperado según los parámetros microestructurales observados por MEB y MET, para el desarrollo de mecanismos de aumento de la tenacidad mediante transformación inducida por esfuerzo. Sin embargo es importante indicar que otros mecanismos como la ramificación de fisuras y la formación de puentes fueron igualmente observados, y por tanto deben ser considerados al explicar el comportamiento reportado.

Un incremento en la tenacidad del material OA, con la extensión de la grieta, es también reflejado en la figura 3. En este material un mecanismo de aumento de la tenacidad basado en apantallamiento de la punta de la grieta mediante transformación inducida por esfuerzo no es viable. Mas bien, este comportamiento debe estar asociado a otros mecanismos, entre los cuales podemos señalar: 1) la creación de puentes que transfieren carga entre las caras de la grieta, 2) la fricción entre las rugosidades de las superficies de fractura y 3) el desvío de la grieta, en escala comparable al tamaño del grano.

El efecto importante de cada uno de estos mecanismos es una consecuencia directa de la tendencia de la grieta a propagarse por un borde de grano con menor energía específica de fractura. La debilidad de los bordes de grano puede ser explicada por la presencia de porosidad, así como el microagrietamiento resultado de una nucleación localizada de la matriz cúbica; como se intuye de la figura 2. La zona que contiene el producto eutectoide presenta microfisuración debido a diferencias volumétricas de los compuestos [10].

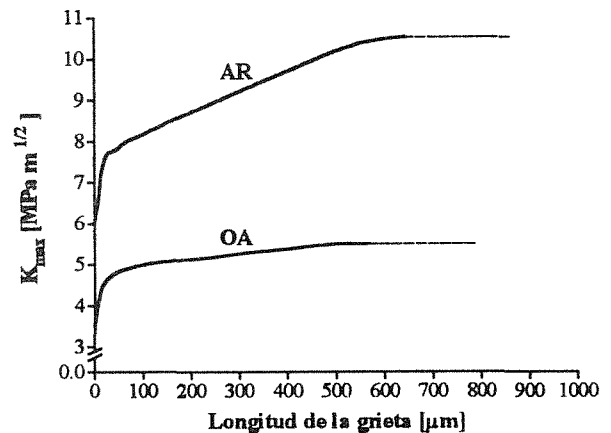


Fig. 3. Comportamiento de Curva-R para los materiales AR y OA.

En general, la desigualdad en la respuesta mecánica observada para ambos materiales pueden ser asociadas con la clara diferencia en la interacción grieta-microestructura observada, diferente para cada uno de los materiales estudiados [7].

Las velocidades de propagación en función del factor de intensidad de esfuerzos máximo aplicado, son presentados en las figuras 4 y 5. En todos los casos la carga fue aumentada para obtener incrementos de 0.1 MPa m<sup>1/2</sup> hasta que se detectó el crecimiento de la grieta. La figura 4 muestra datos de propagación para ambos materiales, tanto en fatiga cíclica (R=0.2) como fatiga estática. El valor designado como m, corresponde al coeficiente de Paris.

En la mayoría de los casos las grietas disminuyeron de velocidad, o se detuvieron durante el crecimiento inicial, a valores del factor de intensidad de esfuerzos aplicado cercanos al umbral de propagación (esquemático mediante flechas descendentes). Este comportamiento de grieta pequeña observado en ambas microestructuras puede ser asociado con 1) la formación gradual de una zona transformada a medida que la fisura se extiende (material AR), o 2) el desarrollo de una longitud característica de puentes elásticos entre las caras de la grieta, así como el desvío de esta última (material OA).

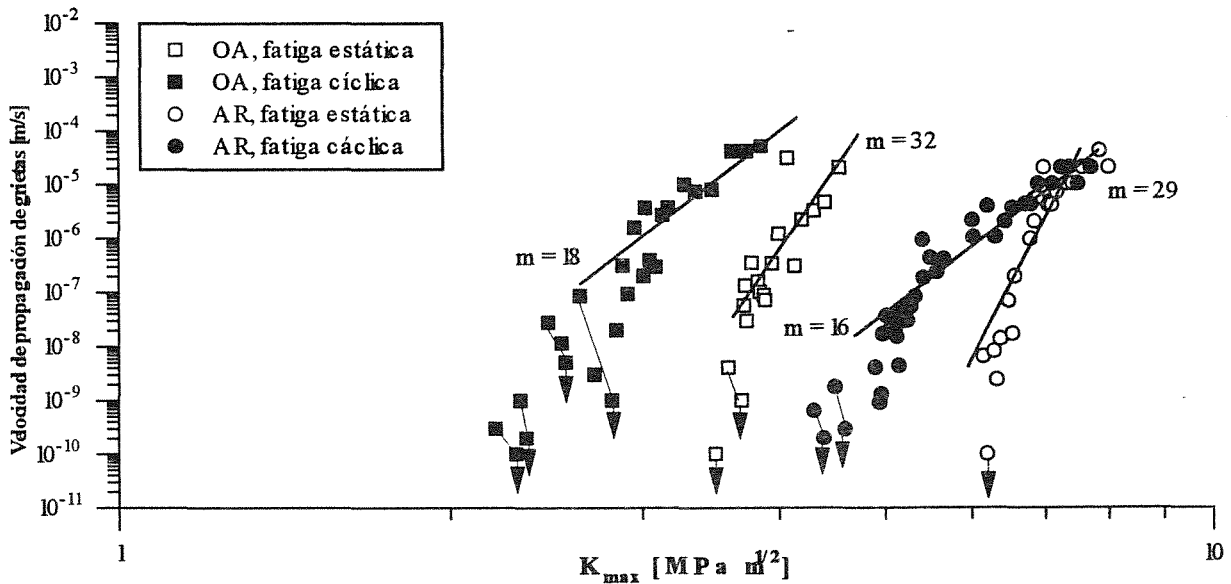


Fig. 4. Comparación de las velocidades de propagación de grietas, en función del factor de intensidad de esfuerzo aplicado máximo, para los materiales designados AR y OA. Las pendientes de las curvas correspondientes se encuentran designadas como m.

Para los dos materiales se encontraron diferencias notables entre la propagación bajo carga cíclica y carga estática. Estas diferencias se observaron principalmente para velocidades de propagación por debajo de  $10^{-5}$  m/s. Al igual que para otros parámetros del comportamiento mecánico [6,7] el umbral de propagación para el material AR es significativamente mayor que el observado para el material OA. En los dos casos, los coeficientes de Paris para la propagación de fisuras bajo cargas estáticas fueron mayores que los correspondientes a la propagación bajo cargas cíclicas, en concordancia con trabajos previos [4].

En la figura 5 se observa la influencia del cociente de esfuerzos aplicados (R), en la propagación de fisuras por fatiga cíclica. Se muestran exclusivamente datos experimentales detallados para los ensayos llevados a cabo con R igual a 0.6, mientras las curvas representadas en la figura 4 se grafican en términos de pendientes para facilitar las comparaciones. Es evidente el desplazamiento que sufre la curva de propagación para ambos materiales al aumentar el parámetro R de 0.2 a 0.6. Lo anterior confirma la existencia de fatiga mecánica real actuando en la degradación de los mecanismos de resistencia a la propagación de fisuras presentes en cada uno de los materiales. Este efecto sería muy claro en el mecanismo basado en la transferencia de carga por puentes elásticos entre las caras de la fisura. Trabajos recientes [11,12] basados en observaciones *in situ* por MEB de la propagación de fisuras bajo cargas cíclicas en la Mg-PSZ indican la existencia de estos puentes, formados tanto por granos como por precipitados. Sin embargo, no queda muy claro como la degradación de mecanismos, que parecen

ser de importancia secundaria en términos del aumento de la tenacidad, puedan ser los responsables primarios de la fatiga cíclica en la Mg-PSZ, como dichos trabajos parecen sugerir.

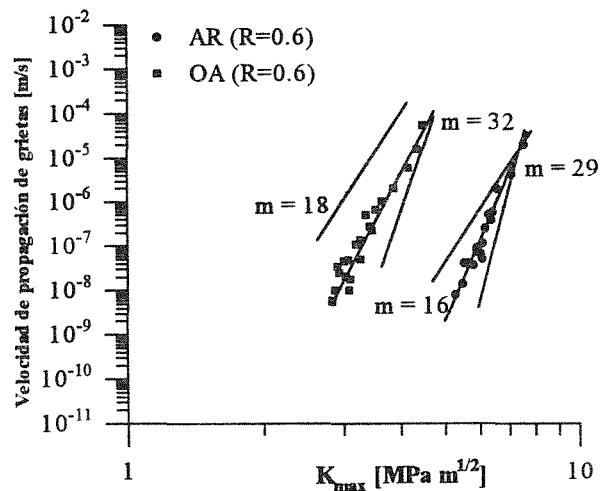


Fig. 5. Efecto de R en la velocidades de propagación de grietas como función de Kmax. Los detalles se explican en el texto.

Diferencias significativas en los mecanismos de propagación y de fractura fueron observadas en ambos materiales. El material AR presentó generalmente una fractura transgranular, independiente del  $\Delta K$  aplicado. De los estudios microestructurales se espera que el mecanismo de aumento de tenacidad esté asociado a la transformación inducida por esfuerzo de los precipitados uniformemente distribuidos en la matriz.

Paralelamente a este mecanismo, como ya fue mencionado anteriormente, la ramificación de las grietas, la formación de puentes y el desvío de bajo ángulo fueron observadas en el material AR, como se muestra en la figura 6. Dichos mecanismos son también reconocidos como causantes del aumento de tenacidad bajo carga constante en estos materiales [11-13].

La fatiga cíclica en materiales como el AR es generalmente atribuida a la degradación de un amplio espectro de mecanismos [4,12-14]. El estudio detallado mediante MEB, MET y la observación *in situ* de la propagación, permiten especular que algunos de los mecanismos que juegan un papel importante en la fatiga cíclica del material AR serían: 1) la degradación de puentes transgranulares; y 2) los efectos de cuña a causa de la rugosidad de las superficies de fractura, los cuales inducen tensiones complejas (modo II y III) en la punta de la fisura. Otros mecanismos como la microfisuración y las tensiones residuales entre la matriz y los precipitados (parámetros que se acentúan al transformar estos últimos), así como una posible reversibilidad parcial de la transformación no deberían ser despreciados. Aunque ellos no fueron estudiados y resultan difíciles de evaluar, dichos mecanismos pueden ser igualmente responsables del efecto de fatiga cíclica observado.

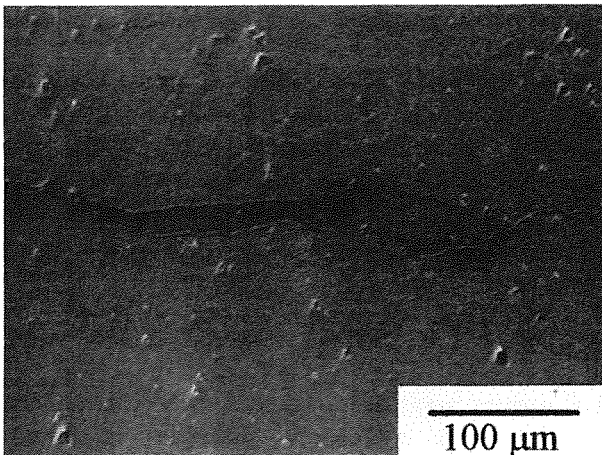


Fig. 6. Micrografía por MO del material AR. Se observa la ramificación y formación de puentes. La entalla se encuentra situada al lado izquierdo.

La superficie de fractura observada para el material OA fue generalmente intergranular. En todos los casos la propagación de la grieta siguió los bordes de grano y la zona cercana a ellos, caracterizada por la presencia del producto eutectoide.

La observación *in situ* de la propagación mostró desviaciones del orden de magnitud del tamaño de

grano a lo largo de todo el recorrido de la grieta. Un ejemplo de ello es presentado en la figura 7. El desvío de las grietas en el material OA, si bien puede explicar parcialmente el comportamiento de grieta pequeña observado, no puede explicar por sí solo un comportamiento de Curva-R incremental como el determinado. Lo anterior induce a pensar en la posibilidad de un "efecto mecánico" en términos de puentes elásticos ya sea entre las superficies creadas por dicha deflexión o envolviendo precipitados de tamaño considerable como el mecanismo real de aumento de tenacidad en este material.

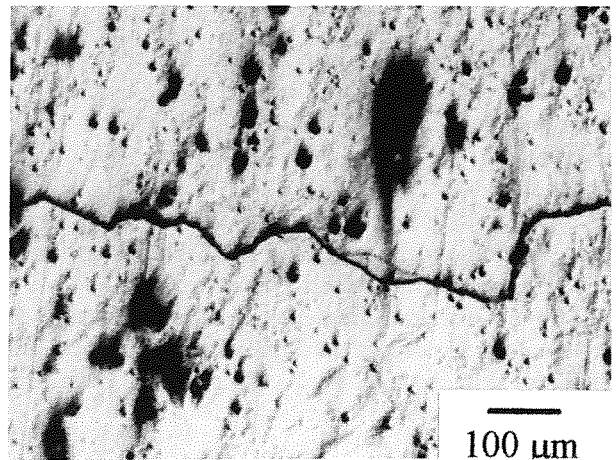


Fig. 7. Micrografía por MO del material OA. Se aprecia la deflexión de un orden de magnitud del tamaño de grano.

Como se discutió anteriormente para el material AR, el crecimiento bajo cargas cíclicas en el material OA parece también estar asociado con un fenómeno mecánicamente inducido. Los mecanismos de fractura observados para el material OA indican un deterioro intrínseco del material previo al ensayo. Similarmente, una mayor sensibilidad al medio ambiente del producto eutectoide, podría implicar una menor fatiga cíclica real en el material OA comparado con el material AR. Los resultados presentados aquí parecen confirmar dichas ideas.

Finalmente y tratando de establecer un paralelismo entre el comportamiento de los metales y el presentado en este estudio para el material OA, es posible realizar la siguiente comparación. En el caso de muchos sistemas metálicos un desvío pronunciado de la grieta, así como un crecimiento intergranular de la fisura es debido a un deterioro microestructural que implica un perjuicio de las propiedades mecánicas del material. Lo anterior es claramente observado para el material OA, e indica que las ideas anteriores pueden ser igualmente válidas para los materiales cerámicos.

#### 4. CONCLUSIONES

Del estudio presentado anteriormente, sobre la propagación de fisuras por fatiga en circona parcialmente estabilizada con magnesia con dos microestructuras distintas, se puede extraer las siguientes conclusiones.

El comportamiento de Curva-R mostrado por el material **AR** se debe al apantallamiento producido por la transformación de fase inducida por esfuerzo. En el caso del material **OA** dicho comportamiento puede ser explicado por la presencia de puentes entre las superficies de la grieta y el camino tortuoso que ella describe.

El comportamiento a fatiga cíclica y estática observado parece estar asociado en todos los casos al deterioro de los mecanismos de resistencia a la propagación de la fisura presentes, según la microestructura.

Las fisuras en el material **OA** propagan por el borde de grano y zonas adyacentes, debido a la menor energía específica de fractura de dichas zonas.

La degradación de los mecanismos de resistencia a la propagación de la fisura es mas severa mediante la aplicación de cargas fluctuantes, y aumenta a medida que el factor R disminuye.

#### 5. REFERENCIAS

- [1] R.C. Garvie, R.H. Hannink y R.T. Pascoe, "Ceramic Steel", *Nature*, **258** 703-4 (1975).
- [2] M.V. Swain y V. Zelizko, "Comparison of Static and Cyclic Fatigue on Mg-PSZ Alloys", en *Advances in Ceramics, Science and Technology of Zirconia III*, (Eds. S. Somiya, N. Yamamoto y H. Yanagida), Am. Ceram. Soc., Westerville, OH, p. 595-606, (1988).
- [3] L.A. Sylva y S. Suresh, "Crack Growth in Transforming Ceramics under Cyclic Tensile Loads", *J. Mater. Sci.*, **24** 1729-38 (1989).
- [4] 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).
- [5] A.A. Steffen, R.H. Dauskardt, y R.O. Ritchie, "Cyclic Fatigue Life and Crack Growth Behaviour of Microstructurally Small Cracks in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia", *J. Am. Ceram. Soc.*, **74** [6] 1259-68 (1991).
- [6] L. Llanes, J. Alcalá, L. Bernacchia, N. Salán, A. Campillo y M. Anglada, "Fatiga Cíclica y Estática de la Circona Parcialmente Estabilizada (Mg-PSZ)" *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol. 11, 289-96 (1994).
- [7] L. Llanes, L. Bernacchia, R. Fernández, M.M. Nagl y M. Anglada "Fatigue Life and Fracture Mechanisms of Peak- and Eutectoid-Aged

Magnesia-Partially Stabilized Zirconia", en *Optimisation of Properties and Performance by Improved Design and Microstructure Control*, (Eds. S. Meriani y V. Sergo), Faenza Editrice, Faenza, Italia, p. 139-46 (1995).

- [8] H. Tada, P.C. Paris y G.R. Irwin, "The Stress Analysis of Cracks Handbook", Del Research Corporation, St. Louis, MO (1973).
- [9] R.H.J. Hannink y M. Swain, "R-Curve Behaviour in Zirconia Ceramics", en *Advances in Ceramics, Science and Technology of Zirconia II*, (Ed. N. Claussen, M. Rühle y A.H. Heuer), Am. Ceram. Soc., Columbus, Ohio, p. 225-39, (1984).
- [10] 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).
- [11] C.V. Møller, J.C. Healy y Y.-W. Mai, "In Situ Scanning Electron Microscope Observations of Fatigue in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia", *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Vol. 17, No. 3, 285-96 (1994).
- [12] M. Hoffman, Y.-W. Mai, S. Wakayama, M. Kawahara y T. Kishi, "Crack-Tip Degradation Processes Observed during *in situ* Cyclic Fatigue of Partially Stabilized Zirconia", *J. Am. Ceram. Soc.*, **78** [10] 2801-10 (1995).
- [13] H.P. Kirchner, R.M. Gruver, M.V. Swain y R.C. Garvie, "Crack Branching in Transformation-Toughened zirconia", *J. Am. Ceram. Soc.*, **64** 529-33 (1981).
- [14] I.-W. Chen y S.-Y. Liu, "Constitutive Relations for Mechanical Fatigue in Zirconia Ceramics", en *Proc. of the Eng. Found. Int. Conf. on Fatigue of Advanced Materials*. (Ed. R.O. Ritchie y R.H. Dauskardt), Mat. & Component Eng. Publ. Ltd., UK, p. 153-68 (1991).

#### 6. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a los Drs. J. Alcalá y M. M. Nagl por los comentarios realizados al trabajo. Igualmente agradecen al CICYT el financiamiento de este trabajo, a través del proyecto MAT94-431, así como al ICI por la beca otorgada a uno de ellos (R. F.). Finalmente agradecen la asistencia técnica de M. Marsal en las actividades experimentales realizadas en el servicio de Microscopía Electrónica de la ETSEIB de la UPC.