

ESTUDIO DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA Y LA RESISTENCIA A LA ABRASIÓN EN EL GRES PORCELÁNICO MEDIANTE TÉCNICAS DE MICROINDENTACIÓN

J. A. Cabezas Jiménez¹, J. C. Galiano Serrano¹, J. Pascual Cosp¹

¹ Dpto. Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación. Campus El Ejido. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Universidad de Málaga, Plaza de El Ejido s/n, 29013 Málaga, España.

E-mail: jpascualc@uma.es

Tfno: 952 13 20 69 / 952 13 34 85. Fax: 952 13 13 71

RESUMEN

En el presente trabajo se realiza un estudio experimental de la tenacidad a la fractura sobre dos familias de gres porcelánico pulido comercial de fabricación nacional, mediante técnicas de microindentación en régimen de saturación plástica con formación de grietas tipo Palmqvist en los vértices de la marca, y se relaciona ésta, junto con la dureza, con la resistencia a la abrasión de las mismas empleando modelos analíticos. El estudio estadístico del conjunto de datos experimentales obtenidos incluye una discusión sobre la dispersión de las medidas, sus valores medios y el ajuste a distribuciones de Weibull de las series de resultados de la tenacidad a la fractura, concluyendo que (i) el modelo de Weibull resulta adecuado para describir la tenacidad a la fractura en este tipo de materiales cerámicos y (ii) que uno de los dos tipos de gres porcelánico estudiados presenta una distribución unimodal mientras que en el otro ésta es bimodal.

ABSTRACT

An experimental study on fracture toughness is presented in two different kinds of polished Spanish porcelain stoneware tiles in this paper. Microindentation techniques were used to determine fracture toughness, with the presence of Palmqvist cracks. Analytical models with hardness and fracture toughness allowed us to know abrasive wear resistance. A statistical study has been carried out, analysing mean values and standard deviation of all the mechanical properties which were calculated. Fracture toughness was adjusted to a Weibull distribution in both types of the studied ceramics and it was possible to observe how this distribution fits well to describe and to model fracture toughness in porcelain stoneware tiles. Bimodal tendencies were observed in one of the families studied when adjusting with Weibull distribution, and their meaning have been analysed.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Cerámicos y Polímeros

PALABRAS CLAVE: Gres Porcelánico, Tenacidad a la Fractura, Microindentación.

1. INTRODUCCIÓN

Bajo la denominación general de gres porcelánico se hace referencia al conjunto de baldosas cerámicas comerciales comprendidas en el grupo B1a (Baldosas cerámicas prensadas en seco con absorción de agua $E < 0.5\%$) y regidas por la norma ISO 13600 y UNE 67-087. Se trata de un producto vitrificado en toda su masa y muy compacto, cuya formulación en verde está constituida por feldspatos, arcillas blancas, cuarzo y caolín (como sustancias principales), prensado en seco, tradicionalmente no esmaltado y sometido a una única cocción. Los pavimentos y revestimientos de gres porcelánico presentan, como características esenciales, una porosidad extremadamente baja, que le confiere excelentes propiedades mecánicas y químicas y le impide la absorción significativa de agua. Se trata de un producto cuyas tasas de venta han experimentado en el último periodo un significativo crecimiento ocupando un nicho de mercado cada vez mayor que se cimienta sobre sus cualidades mecánicas y su atractiva apariencia estética.

La dinámica del mercado de estos materiales y la fuerte competencia internacional, obligan a una mejora constante en el comportamiento físico-químico y mecánico de este producto, así como a un incremento en la exigencia de los niveles de aseguramiento de la calidad de los mismos.

Pese a la fragilidad que presentan los productos cerámicos tradicionales, estos tienen una larga tradición como materiales para solerías y revestimientos. La mejora funcional y estética de estos productos conduce a cerámicas de última generación para usos tradicionales entre las que se encuadra el gres porcelánico.

El carácter relativamente reciente del producto y el fuerte dinamismo del sector industrial en cuanto a nuevas formulaciones y desarrollos así como a la implantación de nuevas tecnologías de procesado, tiene como consecuencia que la mayoría de los estudios realizados hasta la fecha incidan sobre estos aspectos, quedando relegado el estudio del comportamiento mecánico a la verificación del cumplimiento de los

estándares preestablecidos. En este ámbito, las técnicas de caracterización basadas en microindentación poseen una serie de características deseables como son su reducido coste de ejecución, rapidez de aplicación y la reducida cantidad de material que requieren para efectuar los ensayos, por lo que presentan una amplia aplicabilidad tanto a nivel científico como industrial. Por este motivo, se ha recurrido a este tipo de técnicas en el presente trabajo, a partir de las cuales se han determinado las propiedades de dureza, tenacidad a la fractura y resistencia al desgaste por efecto de la abrasión. Para completar el estudio y lograr conocer mejor el comportamiento de la tenacidad a la fractura en el gres porcelánico, se ha modelado para cada tipo de material considerado, la evolución de esta magnitud mediante sendas distribuciones de probabilidad de Weibull y se han analizado y discutido los diferentes comportamientos observados.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En el desarrollo de este estudio se emplearon muestras de gres porcelánico pulido comercial de dos fabricantes nacionales. Se denominarán a cada uno de los productos GP1 y GP2, habiéndose dispuesto de un total de 6 probetas, de dimensiones aproximadas 30x30x8 mm³, de cada uno de los géneros. Dichas muestras fueron extraídas de sendos lotes de baldosas por un proceso de selección aleatoria, y cortadas in situ con las dimensiones indicadas sobre la losas originales.

En cada probeta, se realizaron un total de 35 punciones Vickers a 1 Kgf y 10 Knoop a 100gf, 200gf y 300gf (30 indentaciones en total), atendiendo a las recomendaciones sobre la extensión óptima del campo de medidas para caracterizar cerámicas mediante ensayos de microindentación expuestas por Jianghong Gong [1].

Las coordenadas en las que se efectuaron las sucesivas microindentaciones sobre cada probeta se obtuvieron siguiendo rigurosamente los resultados originados por un algoritmo de generación aleatoria a partir de una variable de distribución de probabilidad uniforme, creado para el presente estudio. Se utilizó un microdurómetro marca Matsuzawa, modelo MXT70, con visor microscópico de 400 aumentos incorporado y medidor de distancias de 0.1 µm de sensibilidad, para efectuar las sucesivas micropunciones.

Para el cálculo de la dureza Knoop de los gres porcelánicos, se recurrió a la fórmula clásica:

$$HK = \frac{14,229 * L}{d^2}; \tag{1}$$

L [Kgf]
 d [mm]

Las microindentaciones Vickers originaron un régimen de saturación plástica bajo el penetrador, apareciendo morfologías de grieta tipo Palmqvist, [2, 3], pues el

cociente ‘c/a’, entre la longitud de la arista de la indentación más la grieta inducida y la de la longitud de la arista únicamente, en ninguna de las medidas superó el valor 2.25. Para el cálculo de la tenacidad a la fractura se ha utilizado el modelo de Evans y Davis, [4] que ha demostrado ser adecuado para materiales cerámicos:

$$K_{IC} = 0.4636 \left(\frac{P}{a^{3/2}} \right) \left(\frac{E}{H_v} \right)^{0.4} \cdot 10^F \tag{2}$$

$$F = -1.59 - 0.34B - 2.02B^2 + 11.23B^3 - 24.97B^4 + 16.32B^5$$

$$B = \log\left(\frac{c}{a}\right)$$

$$\frac{c}{a} \geq 2$$

El estudio de la resistencia a la abrasión se efectuó mediante el modelo propuesto por Hutchings [5], cuya validez para el uso en gres porcelánico ha sido demostrada por T. Cavalcante y otros, [6]. De acuerdo con este modelo, la resistencia a la abrasión puede determinarse a partir de la medida del desgaste (Q), mediante:

$$Q = k \left(\frac{W^{1.25} d^{0.5}}{A^{0.5} K_{IC}^{0.75} H^{0.5}} \right) \tag{3}$$

Donde:

- “k” es un coeficiente de ajuste dependiente del material,
- “W” es la carga aplicada,
- “A” es el área de contacto aparente,
- “d” es la longitud característica media de la partícula abrasiva,
- “K_{IC}” es la tenacidad a la fractura local medida, y
- “H” es la dureza característica del material.

En el presente trabajo se ha usado el coeficiente de abrasión relativo (CAR), [7], que se ha redefinido a partir del modelo original, para hacer depender a esta variable sólo de factores intrínsecos al material objeto de desgaste:

$$CAR = \frac{Q \cdot A^{0.5}}{W^{1.25} d^{0.5} k} = \frac{1}{K_{IC}^{0.75} H^{0.5}}, \tag{4}$$

Las diferentes expresiones empleadas para determinar la tenacidad a la fractura y la resistencia a la abrasión de las probetas requieren, ya sea directa o indirectamente, el conocimiento del valor de la relación (E/H) de los diferentes tipos de gres porcelánico estudiados; para ello, se ha hecho uso de la fórmula propuesta por Marshall, Noma y Evans [8], que demuestra que este valor puede determinarse, para materiales frágiles, mediante el análisis de la huella generada por una indentación Knoop adecuada. Según este estudio:

$$\frac{b}{a} = \frac{1}{7,11} - 0,45 \left(\frac{H}{E} \right) \quad (5)$$

Donde:

- “b” es la diagonal menor de la huella del indentador Knoop,

-“a” es la diagonal mayor de la huella de dicho indentador.

La naturaleza frágil del gres porcelánico, permite prever que el modelo estadístico de fallo por el eslabón más débil se ajustará bien a su comportamiento en lo que a tenacidad a la fractura se refiere, de ahí que se emplee el ajuste de Weibull para caracterizar la distribución de medidas de esta magnitud.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

La obtención de los diferentes valores de propiedades mecánicas que se presentan a continuación (Tabla 1.) ha sido el resultado de aplicar directamente las expresiones ya introducidas en el apartado anterior. En el cálculo del parámetro característico del desgaste por abrasión (CAR), se han empleado dos alternativas; se ha obtenido dicho parámetro usando tanto la dureza Knoop como la dureza Vickers, con la finalidad de verificar la deformación que puede aparecer en el caso de un material heterogéneo con cristales de diferente tamaño que pueden tener distinta orientación. Los estudios ya mencionados desarrollados por Calvacante [6] sobre la validez de este modelo en gres porcelánico, emplean una medida de la dureza Vickers calculada a partir de las medidas de la huella dejada por el correspondiente microindentador en régimen de saturación plástica. En el presente trabajo, además de aceptar esta metodología, se ha optado por complementar los valores del CAR calculados según [6], que se han denominado CAR-Hv(Pq), con aquellos otros resultantes de emplear, en el modelo de abrasión de Hutchings, el valor promedio de la dureza Knoop de la probeta; a estas últimas medidas se las ha llamado CAR-Hk. Un análisis de los resultados obtenidos muestra como ambos procedimientos originan valores medios de la resistencia a la acción de la abrasión bastante similares entre sí. Sin embargo la desviación típica de las medidas es mucho menor en los resultados de CAR-Hk que en los CAR-Hv(Pq), estando este hecho motivado por haber utilizado en el cálculo de la dureza Knoop el valor medio obtenido para cada uno de las probetas ensayadas por esta técnica, en vez de tratar todo el conjunto de datos. Se considera más adecuada para conocer la resistencia a la abrasión del material la alternativa de CAR-Hk frente a la de CAR-Hv(Pq), por presentar una dispersión menor, estar la primera contenida dentro del intervalo de CAR-Hv(Pq) y parecer que se adecua mejor al mecanismo físico de la abrasión.

Los resultados relativos a los valores medios y las desviaciones características de las diferentes propiedades mecánicas de los dos tipos de gres porcelánico analizados se presentan en la siguiente tabla resumen.

<i>Familia</i>	GP1	GP2
<i>Propiedad</i>		
Hk [GPa]	4.176±0.706	4.501±0.614
K_{IC} [MPa·m^{0.5}]	1.784±0.222	1.980±0.227
CAR-Hv(Pq) [(GPa·(N/m ^{0.5}) ^{0.25})-1]	0.313±0.077	0.274±0.058
CAR-Hk [(GPa·(N/m ^{0.5}) ^{0.25})-1]	0.321±0.036	0.285±0.030

Tabla 1. Resumen de las propiedades mecánicas calculadas en los materiales sujetos a estudio.

Los valores obtenidos para las diferentes propiedades mecánicas de los gres porcelánicos estudiados son similares a los presentados por otros autores sobre diferentes variedades de este material, [5, 9-10].

A la vista de dicha tabla, se puede concluir que el gres porcelánico GP2 presenta mejores propiedades mecánicas que el GP1, ya que los valores medios de su dureza y tenacidad a la fractura son mayores, (7.8% y 11%, respectivamente). En el caso del Coeficiente de Abrasión Relativo, esta diferencia es mayor, independientemente de la alternativa de cálculo que se emplee de entre las presentadas, llegando a ser CAR(GP2) hasta un 12.5% menor que CAR(GP1), y con ello, la resistencia al desgaste por abrasión en el primero de los materiales mencionados, hasta un 14.2% mayor que en el segundo. El material GP1, además, muestra en sus magnitudes estudiadas una mayor dispersión, tanto en términos relativos como absolutos, lo que indica que se trata de un material sensiblemente menos homogéneo en la distribución de tamaño de los cristales presentes que GP2, pudiendo deberse esto a una falta de cocción del producto y/o a una insuficiente molienda de las materias primas constitutivas.

El gres porcelánico se ha usado tradicionalmente como solería y revestimientos de fachadas. Para estas aplicaciones, la dureza, la resistencia al desgaste (abrasivo y erosivo) y mínima adsorción de suciedad, son las propiedades más importantes. En la búsqueda de nuevos nichos de mercado para este tipo de productos se ha decidido extender el uso del gres porcelánico hacia nuevas aplicaciones, tales como encimeras sanitarias y de cocina, remates y otras piezas especiales. En el caso de estos usos, los esfuerzos a los que se halla sometido el material difieren sensiblemente de los que se observan en las aplicaciones tradicionales, apareciendo la flexión como uno de los dominantes. En este caso, el conocimiento y control de la tenacidad a la fractura en un material que es intrínsecamente frágil resulta fundamental para garantizar un funcionamiento satisfactorio de las piezas. Las medidas efectuadas para la tenacidad a la fractura de ambos gres porcelánicos estudiados se ajustan a distribuciones de Weibull según

confirman los test Kolgomorov-Smirnov realizados al conjunto de valores experimentales, para un intervalo de confianza del 90%. La obtención de los parámetros de ajuste de los datos a variables aleatorias de Weibull se ha efectuado mediante el método de los mínimos cuadrados.

En el caso de GP1, éste es un ajuste unimodal casi perfecto (Figura 1.), con lo que se puede asegurar que, en este tipo de gres porcelánico, el mecanismo de fallo, tanto en las muestras que poseen mayor tenacidad de fractura como en las que presentan menor, es único. La ecuación de la función de densidad de probabilidad del modelo estadístico de Weibull de GP1 es la siguiente:

$$P_{fallo}(K_{IC}) = 1 - e^{-\left(\frac{K_{IC}}{K_0}\right)^m} \quad (6)$$

siendo $m=9.3286$,
 $K_0=1.8815 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$

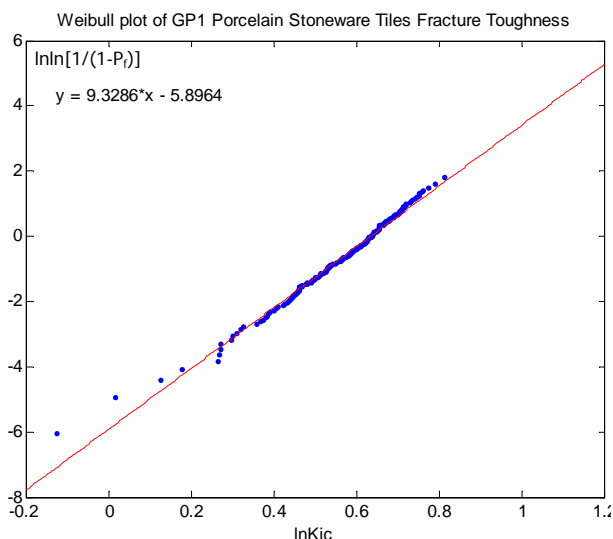


Figura 1. Gráfica de ajuste unimodal de la tenacidad a la fractura de GP1 a una distribución de Weibull.

El material GP2, por su parte, presenta un ajuste de Weibull diferente al de GP1. En este segundo caso, los valores experimentales se ajustan mayoritariamente a una distribución de Weibull cuya función de densidad de probabilidad responde al siguiente modelo:

$$P_{fallo}(K_{IC}) = 1 - e^{-\left(\frac{K_{IC}}{K_0}\right)^m} \quad (7)$$

con $m=10.882$,
 $K_0=2.0643 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$

Además, las muestras de GP2 con valores más elevados de la tenacidad a la fractura evidencian la existencia de otro ajuste en el espacio representado, (Figura 2.), que se hace según una recta de menor pendiente que la principal y cuya distribución de Weibull viene

determinada por la siguiente función de densidad de probabilidad.

$$P_{fallo}(K_{IC}) = 1 - e^{-\left(\frac{K_{IC}}{K_0}\right)^m} \quad (8)$$

siendo $m=7.0299$,
 $K_0=2.0184 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$

Esta clara manifestación bimodal evidencia que el material GP2 presenta dos mecanismos de fallo bien diferenciados que controlan la tenacidad a la fractura, permitiendo el segundo de los referidos que el material alcance mayores regímenes de carga sin fallar. Para intentar justificar este hecho se debe recurrir al estudio microestructural y composicional del material, lo que queda fuera del alcance del presente trabajo, [7, 10]. Estudios realizados por diferentes autores, demuestran que este tipo de efectos puede tener diversos motivos, desde un cambio en la morfología de propagación de la grieta de fractura bajo el indentador (transición de morfología Palmqvist a Half-Penny, [11]) hasta la acción de la porosidad subsuperficial sobre la superficial en la contención del avance de grieta, [10, 12].

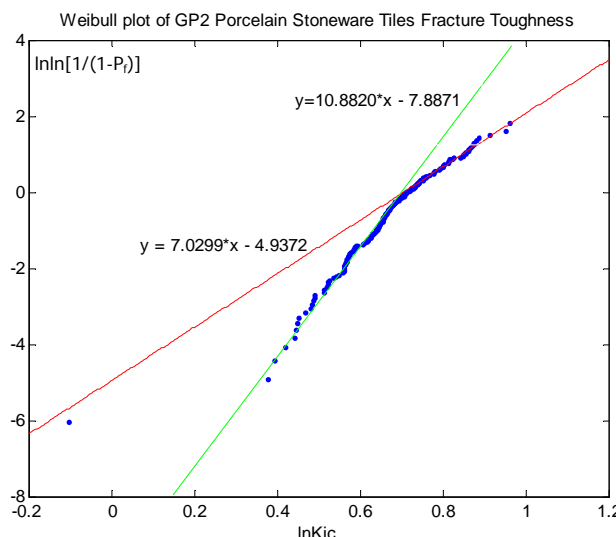


Figura 2. Gráfica de ajuste bimodal de la tenacidad a la fractura de GP2 a distribuciones de Weibull.

4. CONCLUSIONES.

1. El gres porcelánico GP1 presenta menor dureza, tenacidad a la fractura y resistencia al desgaste por abrasión que el GP2, así como mayor dispersión en las medidas experimentales realizadas.

2. La distribución de probabilidad de Weibull biparamétrica resulta apropiada para modelar y describir la propiedad ‘Tenacidad a la fractura’ en ambos materiales.

3. La tenacidad a la fractura en el gres porcelánico GP1 presenta un ajuste a Weibull unimodal muy exacto, por lo que se puede afirmar que existe un único mecanismo que controla el avance de grieta en dicho material.

4. En el gres porcelánico GP2, el ajuste de Weibull de la tenacidad a la fractura se modela mejor como la superposición de dos distribuciones, también de Weibull, lo que se manifiesta como una bimodalidad en la representación logarítmica de éste. Esta tendencia bimodal, que se manifiesta en los items con mayores K_{IC} , indica que los mecanismos que controlan el avance de grieta en GP2 son distintos dependiendo de la zona donde se induce el fallo.

5. Se considera que, para una mejor comprensión de las propiedades mecánicas obtenidas en los gres porcelánicos vistos, se debe complementar el presente estudio con otros que aborden la composición y microestructura de los materiales referidos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo agradecen la financiación aportada por la CICYT a través del proyecto MAT99-1017-C03-03.

REFERENCIAS

- [1] Gong, J., "Indentation toughness of ceramics: a statistical analysis.", *Ceramics International*, 28, (2002), pag. 767-772.
- [2] Niihara, K., *Journal of Materials Science Letters*, 2, (1983), pag. 221.
- [3] Lima, M.M., Godoy, C., Avelar-Batista, J. C., Modenesi, P. J., "Toughness evaluation of HVOF WC-Co coatings using non-linear regression analysis.", *Materials Science and Engineering*, A357, (2003), pag. 337-345.
- [4] Evans, A.G. en Freiman, S. W. (Ed.), "*Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials*." STP678, Philadelphia, PA, USA, ASTM, 1979, 112-135.
- [5] Hutchings, L.M., "*Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials*", Edward Arnold Ed., London, (1992).
- [6] Tenorio Cavalcante, P.M., Dondi, M., Ercolani, G., et al., "The influence of microstructure on the performance of white porcelain stoneware", *Ceramics International*, 30, (2004) 953-963.
- [7] Cabezas Jiménez, J. A. "*Relación comportamiento mecánico-porosidad superficial del gres porcelánico*.", E.T.S. Ingenieros Industriales. Universidad de Málaga, 2005.
- [8] Marshall, D.B., Noma, T. & Evans, A. G. "A simple method for determining elastic-modulus-to-hardness ratios using Knoop indentation measurements", *Journal of the American Ceramics Society*, 65, (1982) C 175-176.
- [9] Esposito, L., Tucci, A., Naldi, D., "The reliability of polished porcelain stoneware tiles.", *Journal of the European Ceramics Society*, (2004), accepted May 23rd.
- [10] Cabezas Jiménez, J. A., Galiano Serrano, J. C., Carda Castelló, J. B., Gil, C., Navarro, E., Pascual Cosp, J. "Estudio comparativo de los parámetros determinantes del comportamiento químico-físico y mecánico de diferentes gres porcelánicos", *IX Congreso Mundial de Calidad Cerámica, Qualicer 2006*, Castellón, 2006.
- [11] Wang, J., Gong, J., Guan, Z., "Variation in the indentation toughness of silicon nitride", *Materials Letters*, 57, (2002), pag. 643-646.
- [12] Leonelli, C., Bondioli, F., Veronesi, P., Romagnoli, M., et al., "Enhancing the mechanical properties of porcelain stoneware tiles: a microstructural approach", *Journal of the European Ceramics Society*, 21, (2001), pag. 785-793.