

## TENACIDAD Y FRACTOGRAFÍA DE DOS SÍLEX DE DISTINTA PROCEDENCIA

J. Gil Sevillano, C. Zubillaga Domínguez, R. Elizalde González

CEIT (Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa) y TECNUN (Universidad de Navarra), Paseo de M. Lardizábal, 15, 20018 San Sebastián.

**Resumen.** El sílex, variedad microcristalina (y, muchas veces, sub-microcristalina) de cuarzo, presenta una combinación de dureza, tenacidad y superficie de fractura que le hizo ser el material paleolítico por excelencia. En este trabajo se presenta un estudio de la estructura, tenacidad (medida por indentación) y características geométricas de la superficie de fractura de dos muestras de sílex de distinta procedencia.

**Abstract.** A good combination of high hardness, adequate toughness, isotropy and smooth fracture surface made of flint or chert the paleolithic material par excellence. This paper presents the results of a study of the internal structure, indentation toughness and geometrical characteristics of the fracture surface (roughness, fractal dimension) of two different samples of flint, one from the Basque coast (San Sebastian, Spain) and the other from Roskilde (Denmark).

## 1. INTRODUCCIÓN

El sílex o pedernal es el material paleolítico por excelencia. Su composición y estructura, sílice micro- o sub-microcristalina compacta, le confieren una combinación de propiedades óptima para la confección de herramientas cortantes mediante fractura por percusión o por presión [1]. La tenacidad del sílex, suficientemente baja para admitir la fractura controlada en labores de retoque fino de los filos de las herramientas, es la más alta de los minerales o rocas síliceos cristalinos o amorfos y es suficiente para asegurar la integridad de raspadores, punzones, hachas o cuchillos en un uso normal. Su isotropía macroscópica y microscópica y su grano fino dan lugar a una facies de rotura concoidea característica, de muy baja rugosidad y tacto suave, que no requiere pulimento final. Su dureza y resistencia al desgaste son, finalmente, más que suficientes para el corte de cualquier material orgánico.

En este artículo se presentan medidas de dureza, tenacidad y características geométricas de la superficie de fractura de dos muestras de sílex, que confirman cuantitativamente, con parámetros típicos de un ingeniero actual, la validez de la selección de materiales

realizada empíricamente por nuestros antepasados hace cientos de miles de años.

## 2. MATERIAL ENSAYADO Y TÉCNICAS

Se han estudiado muestras extraídas del interior de dos nódulos de pedernal (evitando la capa meteorizada), uno recogido en la playa de la Concha de San Sebastián (ref. Pico del Loro, PL) y otro recogido en un fiordo de Dinamarca (ref. Roskilde, R), ambos de unos 10 cm de tamaño (fig 1). El primero es gris oscuro, casi negro y el segundo, de textura más fina y homogénea, de color marrón acaramelado oscuro. Las observaciones microscópicas de la superficie de fractura y las medidas de rugosidad se realizaron en fracturas recientes. La microestructura se observó en superficies pulidas y ligeramente atacadas con fluorhídrico diluido (microscopía óptica y electrónica de barrido). La tenacidad se obtuvo a partir del tamaño de las grietas generadas por indentaciones Vickers obtenidas con 5 kg, utilizando la expresión [2],

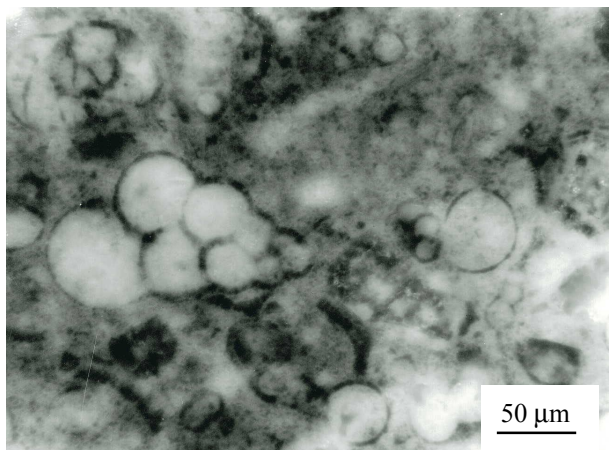
$$K_k = 0.0515 \left( P/a^{3/2} \right) \quad (1)$$

Donde  $P$  es la carga utilizada y  $a$  el semi-tamaño de las grietas.

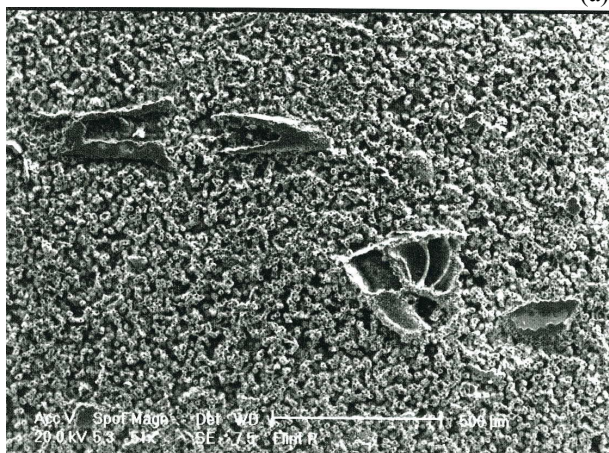


Fig. 1. Nódulos de pedernal recogidos en la playa de la Concha de San Sebastián (izda, ref. PL) y en un fiordo de Dinamarca (dcha, ref. R).

También se realizaron observaciones de alta resolución de la superficie de fractura mediante microscopía de fuerza atómica (AFM, Digital Instruments, tapping mode) y medidas de rugosidad mediante AFM y mediante un profilómetro Alpha-Step 200 (Tencor Instruments), con una punta estándar (cono de  $60^\circ$ ,  $12.5 \mu\text{m}$  de radio).



(a)



(b)

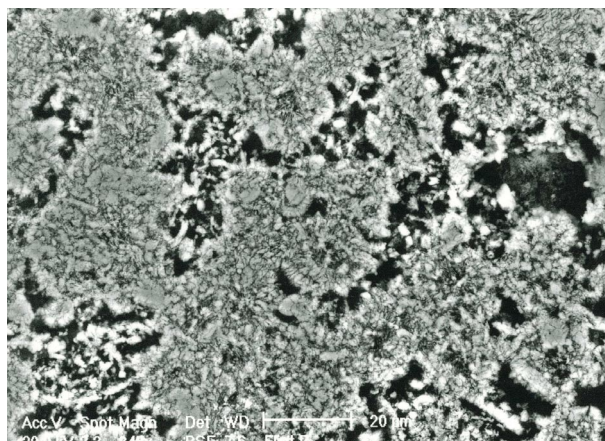
Fig. 2. Micrografía óptica del pedernal PL (a) y micrografía electrónica de barrido del pedernal R (b).

### 3. RESULTADOS

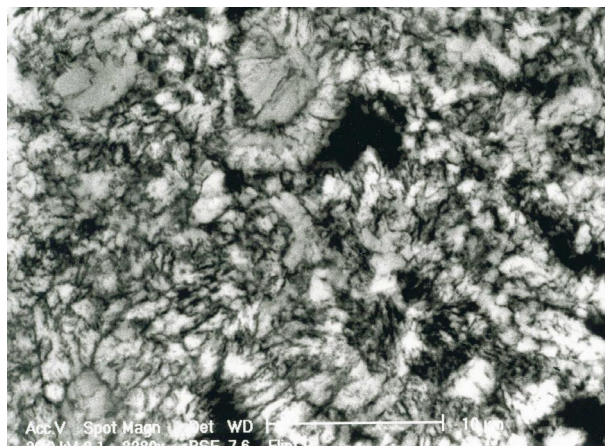
#### 3.1 Estructura

La microscopía óptica revela una estructura compacta de grano muy fino, sólo parcialmente resoluble a partir de 700 aumentos. Engloba una gran densidad de microfósiles, esqueletos silíceos o silicificados de diatomeas, radiolarios y globigerinas, típicos del sílex, más abundantes en la muestra PL, fig. 2. Las imágenes de electrones primarios en el microscopio electrónico de barrido permiten distinguir una estructura de agregados nodulares de unas  $30 \mu\text{m}$  con estructura radial de tipo calcedónico, de cristales menores de  $1 \mu\text{m}$  crecidos alrededor de un núcleo central de varios cristales equiaxiales de unas  $3 \mu\text{m}$  (fig. 3).

La estructura de ambas muestras es densa, con muy baja porosidad. Por ejemplo, la densidad de la muestra PL medida mediante picnómetro de helio es  $2.599 \pm 0.004 \text{ g/cm}^3$ , cuando la densidad del cuarzo es  $2.650 \text{ g/cm}^3$  y el sílex contiene entre un 0.2 y un 2% de agua [3].



(a)



(b)

Fig. 3. Micrografías electrónicas de barrido de electrones primarios del pedernal R.



### 3.2. Dureza y tenacidad

Los resultados de las medidas de dureza Vickers y de tenacidad se presentan en la Tabla 1. Los valores de dureza son límites inferiores del valor real, porque las indentaciones produjeron fractura, a partir de la cual se calculó la tenacidad.

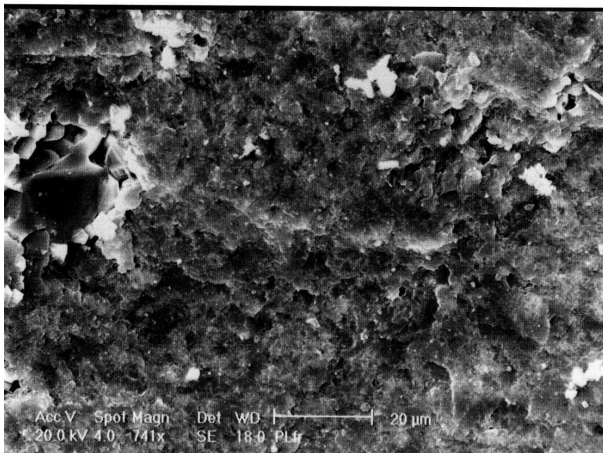
**Tabla 1.** Medidas de dureza Vickers y tenacidad para los dos pedernales (media e intervalo de confianza al 95%).

	$H_v$ (kg/mm <sup>2</sup> )	$K_{Ic}$ (MPam <sup>1/2</sup> )
PL	746±47	1.37±0.13
R	737±21	1.16±0.03

En la bibliografía se reportan valores en los intervalos  $750 < HV$  (kg/mm<sup>2</sup>)  $< 1110$  y  $1.2 < K_{Ic}$  (MPam<sup>1/2</sup>)  $< 1.8$ , compatibles con los valores obtenidos en este trabajo [1].

### 3.3 Rugosidad y geometría fractal de la superficie de fractura

En el microscopio electrónico de barrido, fig. 4, las superficies de fractura presentan una rugosidad baja y uniforme. Las imágenes de AFM indican que la estructura de esas superficies sigue manteniendo rugosidad hasta escalas submicroscópicas, figs. 5 y 6.



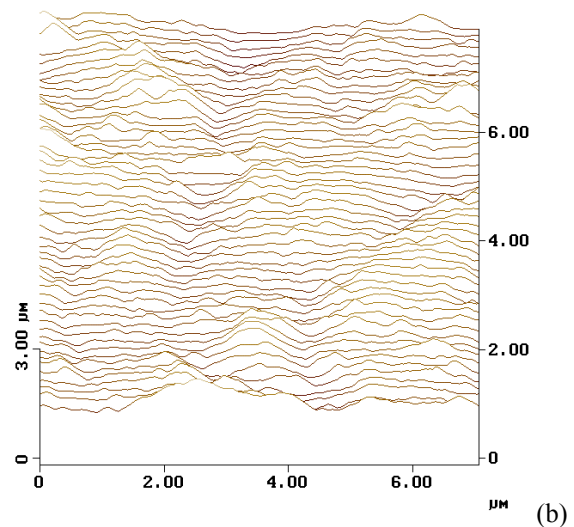
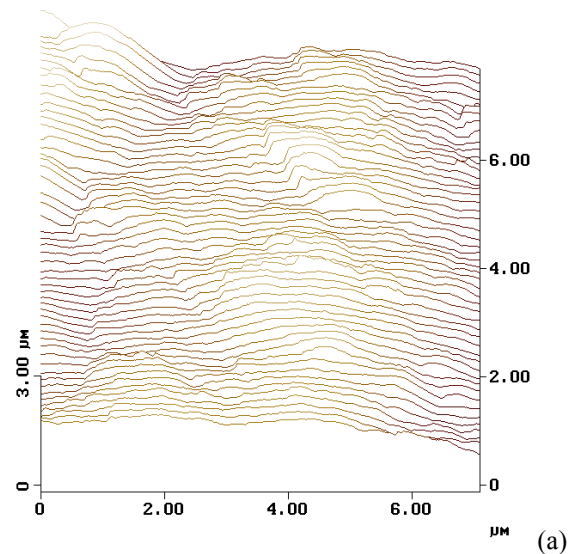
**Fig. 4.** Micrografía electrónica de barrido de la superficie de fractura del pedernal PL.

Mediante el perfilómetro se realizaron medidas de rugosidad media  $R_a$  (media aritmética de la desviación respecto al perfil medio) sobre longitudes de test que abarcaron tres órdenes de magnitud, hasta una longitud máxima de milímetros (estudio de longitudes mayores exigiría filtrar la ondulación macroscópica -waviness- superpuesta a la rugosidad microscópica [4]). Se observó una clara dependencia de la rugosidad con la longitud de test,  $L$ , fig. 7. Los resultados son muy parecidos para ambas muestras y admiten un ajuste potencial,

$$Ra \sim L^\alpha \quad (2)$$

de donde se deduce que las secciones de la superficie de fractura de las dos muestras son autoafines con una dimensión fractal  $D$  dada por [5]

$$D = 2 - \alpha \quad (3)$$

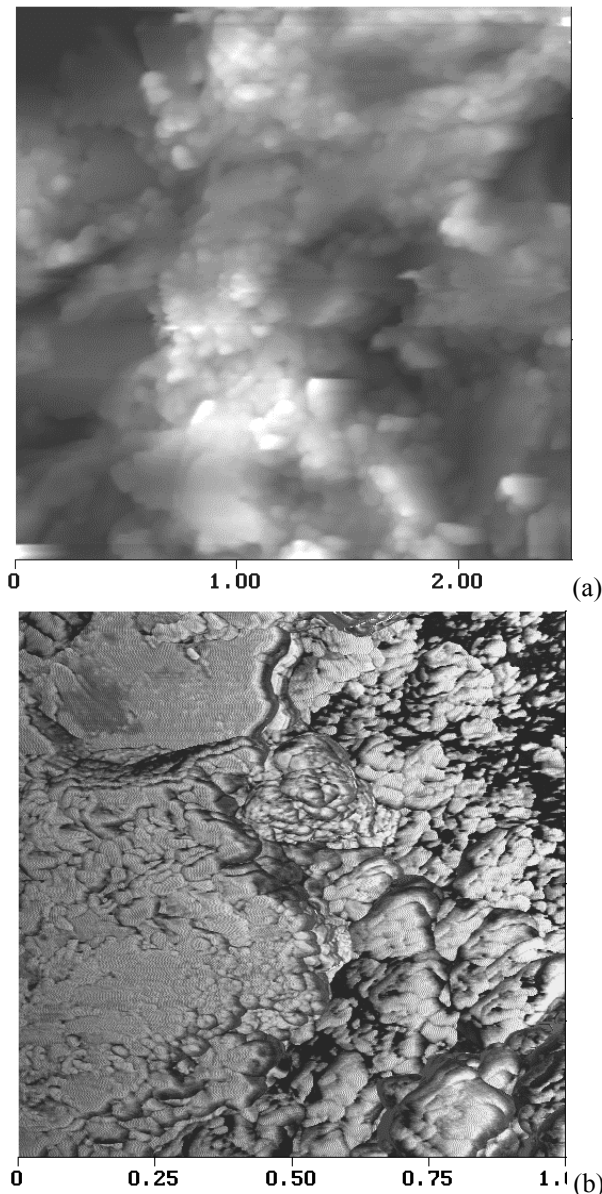


**Fig. 5.** Imagen AFM de líneas de barrido de la superficie de fractura del pedernal (a) PL y (b) R.

Aunque el valor de la dimensión fractal no ha podido precisarse a partir de las medidas de rugosidad, el carácter fractal de las superficies de fractura se confirma mediante medidas de AFM. La dimensión fractal de la superficie obtenida mediante un método de recubrimiento a partir de imágenes de AFM es del mismo orden que la derivada de las medidas de rugosidad, Tabla 2. Las medidas de rugosidad  $R_a$  obtenidas de imágenes de AFM se han incluido también en la fig. 7.

**Tabla 2.** Dimensión fractal obtenida a partir de medidas de rugosidad (media e intervalo de confianza al 95%) y de imágenes de AFM.

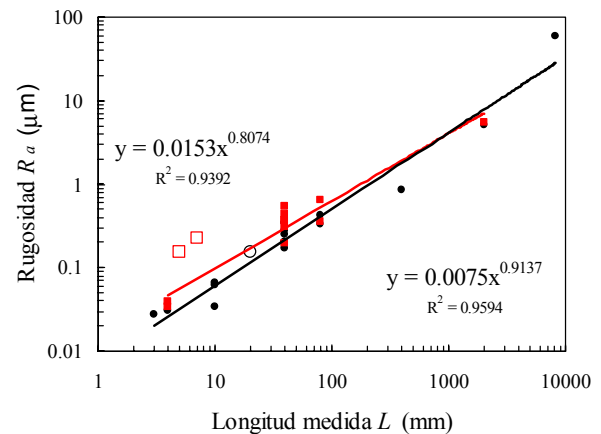
	(D-1), perfiles	(D-2), superficie, AFM
PL	$0.193 \pm 0.176$	0.067
R	$0.086 \pm 0.100$	0.140



**Fig. 6.** Imagen AFM de la superficie de fractura del pedernal (a) en altura para R y (b) detalle en fase para PL (escala en  $\mu\text{m}$ ).

La bibliografía reporta medidas de la dimensión fractal de perfiles de superficies de fractura de un pedernal tratado térmicamente. Varía en el intervalo  $0.15 < D-1 < 0.32$  (medidas obtenidas mediante el método de obtener secciones paralelas al plano macroscópico de fractura, "slit island method"). Se encontró en ese caso una correlación de la dimensión fractal con la tenacidad, que decrece con la temperatura de tratamiento [6]. El carácter fractal de la mayoría de las superficies de

fractura se acepta actualmente de manera general, aunque la correlación entre dimensión fractal y tenacidad, que inicialmente se supuso general, no se ha confirmado [7]. Para un gran número de materiales frágiles muy diversos se han medido valores de la parte fraccionaria de la dimensión fractal entre 0.04 y 0.33, de tal manera que se ha llegado a postular la existencia de una dimensión fractal "universal" de las superficies de fractura [8], hipótesis que tampoco parece ser correcta [9].



**Fig. 7.** Rugosidad media  $R_a$  frente a longitud medida obtenida con el profilómetro para la muestra PL (■) y R (●) y con el AFM para la muestra PL (□) y R (○).

El valor de  $R_a$  para longitudes de test de 1 mm, fig. 7, es aproximadamente  $3 \mu\text{m}$ . Es equivalente a un acabado por mecanizado fino o semi-fino [10], aceptable para una tolerancia dimensional  $\pm 0.1 \text{ mm}$ , tal como el que imparten un torneado o fresado finos o un rectificado basto.

#### 4. CONCLUSIONES

- La estructura de dos muestras de sílex nodular de distinta procedencia es en ambos casos submicrocristalina. Las imágenes AFM muestran detalles estructurales inferiores a  $100 \text{ nm}$ , probablemente asociados al tamaño local de los granos de sílice, cuya distribución es heterogénea.
- La tenacidad medida por indentación Vickers es de  $1.16 \text{ MPam}^{1/2}$  (muestra R) y  $1.37 \text{ MPam}^{1/2}$  (muestra PL). Son valores del mismo orden que los reportados en la bibliografía para el sílex o pedernal.
- La superficie de fractura de ambas muestras es de una rugosidad comparable a la que se suele especificar para el mecanizado fino o medio de una superficie metálica.
- La geometría de la superficie de fractura de ambas muestras es fractal con una parte fraccionaria de la dimensión entre 0.07 y 0.19.

## 5. REFERENCIAS

- [1] Gil Sevillano, J., J. Mater. Sci. Letters, **16**, 465 (1997).
- [2] Ponton, C.B., Rawlings, R.D., Mater. Sci. Technol., **5**, 865 (1989).
- [3] Knauth, L. P., "Silica. Physical Behavior, Geochemistry and Materials Applications", p. 233. Reviews in Mineralogy, **29**, P. J. Heaney, C. T. Prewitt, G. V. Gibbs, eds., Mineralogical Soc. of America, Washington, 1994.
- [4] De Chiffre, L., Lonardo, P., Trumpold, H., Lucca, D. A., Goch, G., Brown, C. A., Raja, J., Hansen, H. N., CIRP Annals, **49**, 635 (2000).
- [5] Barabási, A. L., Stanley, H. E., "Fractal Concepts in Surface Growth", Cambridge University press, Cambridge, UK (1995).
- [6] Mecholski, J. J., Mackin, T.J., J. Mater. Sci. Letters, **7**, 1145 (1988).
- [7] Mandelbrot, B. B., Passoja, D. E., Paullay, A. J., Nature, **308**, 731 (1984).
- [8] Bouchaud, E., Lapasset, G., Planès, J., Europhys. Letters, **13**, 73 (1990).
- [9] Milman, V., Stelmashenko, N., Blumenfeld, R., Progr. Mater. Science, **38**, 425 (1994).
- [10] "Metals Handbook", 9th ed., Vol 16, p. 19. ASM, Metals Park, Ohio, USA, 1989.