

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MATERIALES ESTRUCTURALES LAMINADOS DE ALÚMINA – TITANATO DE ALUMINIO

S. Bueno, C. Baudín

Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC.
Camino de Valdelatas s/n. Campus de Cantoblanco, 28049 Madrid, España

Resumen. Se ha estudiado el comportamiento mecánico de materiales monolíticos compuestos de alúmina con 10, 30 y 40 % en volumen de titanato de aluminio y de un material de alúmina de referencia. En función del comportamiento mostrado por estos materiales, se propone el diseño de dos estructuras laminadas de cinco capas en las que materiales con tolerancia a los defectos se localizan entre capas de materiales con alta tensión de rotura. Se analiza el comportamiento durante la fractura de monolíticos y laminados en ensayos de flexión en tres puntos. Se han realizado observaciones de la fractura mediante MEB. Los resultados obtenidos en los materiales laminados se discuten en función de las propiedades de los materiales monolíticos y se evalúan las tensiones residuales desarrolladas y su influencia sobre la tensión de rotura de los materiales laminados.

Abstract. The mechanical behaviour of alumina based composite monolithic materials with contents of 10, 30 and 40 % vol. of aluminium titanate and of an alumina reference material was studied. According to the exhibited behaviour, the design of two laminated structures with five layers, in which flaw tolerant materials are located between high-strength layers was proposed. The fracture behaviour of monolithic and laminated samples in three-point bending tests was analysed. Fracture surfaces were characterised by SEM. Obtained results in laminated materials are discussed on the basis of the properties of monolithic materials and the residual stresses developed were calculated in order to establish their influence on strength of the laminates.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de Al_2O_3 – Al_2TiO_5 presentan mayor tolerancia a los defectos que los materiales monolíticos de alúmina [1-6]. Por una parte, los granos de Al_2TiO_5 actúan como “ligamentos resistentes” durante la fractura, debido a las tensiones residuales de compresión desarrolladas durante el enfriamiento del material desde la temperatura de sinterización, al menos en algunas orientaciones cristalográficas entre los granos de titanato de aluminio y la matriz de alúmina. Asimismo, estas tensiones residuales originan un aumento en la efectividad de los granos de alúmina que actúan como ligamentos resistentes incluso en los materiales de alúmina monofásicos.

Por otra parte, las tensiones locales extremas que se desarrollan en estos compuestos pueden dar lugar a un refuerzo por microgrietas, generadas durante el enfriamiento o durante la propagación de la grieta principal [4-5]. En este aspecto, la microestructura de los materiales tiene que estar controlada para que no se produzca el fallo generalizado del material durante el enfriamiento.

El uso de materiales laminados permite minimizar el principal inconveniente de los materiales cerámicos en aplicaciones estructurales: su inherente fragilidad y la falta de fiabilidad asociada al comportamiento frágil.

Existen enfoques diferentes al diseño de laminados dependiendo de las propiedades mecánicas que se pueden mejorar [7]. En concreto, en el refuerzo inducido por diferencias entre las propiedades mecánicas y elásticas de las láminas y/o interfases, es posible alcanzar alta tolerancia a los defectos sin pérdida de resistencia mecánica. Las estructuras en las que un material que presenta curva R se localiza entre capas con alta tensión de rotura, dotan al laminado de un comportamiento de tipo “dientes de sierra” durante la fractura [8].

En un trabajo anterior [9-10] se estudió el comportamiento mecánico de materiales compuestos alúmina – titanato de aluminio con hasta un 40 % en volumen de segunda fase. Se obtuvieron dos tipos de materiales según la linealidad o no (ductilidad aparente) de las relaciones tensión-deformación.

En este trabajo se propone el diseño de dos estructuras laminadas, basadas en los materiales compuestos previamente estudiados, que contienen capas exteriores de elevada tensión de rotura y capas interiores con alta densidad de microgrietas y se compara su comportamiento durante la fractura con el de los materiales monolíticos que constituyen las capas externas correspondientes. Por último, se estudia la influencia de las tensiones residuales desarrolladas en los materiales laminados y su influencia sobre los valores de tensión de rotura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales se prepararon a partir de la filtración coloidal de suspensiones de polvos de alúmina y titania (Alumina Condea, HPA05 w/o MgO, EEUU y Titania Merck 808, Alemania) y sinterización reactiva, utilizando las condiciones óptimas previamente establecidas [9-10]. Se han obtenido materiales monolíticos de alúmina monofásica y compuestos de alúmina con un 10, 30 y 40 % en volumen de titanato de aluminio como fase dispersa (Alumina, A10(A+T), A30(A+T) y A40(A+T)). Asimismo, se han obtenido estructuras laminadas, AA10 y A10A40, con 5 capas. En la primera de ellas se combinan las capas gruesas externa y central de alúmina monofásica con dos capas internas de A10(A+T). En la segunda, las capas exteriores y central son del material A10(A+T) y las dos capas delgadas interiores están constituidas por A40(A+T).

Los materiales fueron fabricados en forma de placas de 70x70x10mm³, a partir de las cuales se obtuvieron probetas paralelepípedas utilizando un equipo de corte y rectificado (RS50/25, GER, Alemania) y discos y muela de diamante.

Los ensayos mecánicos se realizaron sobre cuatro probetas de cada material de 25x5.5x3.5mm³, en flexión en 3 puntos, con una separación entre apoyos de 20 mm y una velocidad de aplicación de la carga de 0.5 mm/min usando una máquina universal (EM1/50/FR, Microtest, España). Se registraron las curvas carga-desplazamiento del marco de carga y, a partir de ellas y de las dimensiones de las probetas, se calculó la tensión nominal y la deformación aparente en la línea central de la probeta en la cara en tracción, asumiendo comportamiento elástico lineal. Los valores de la tensión de rotura se calcularon como el valor medio de los valores máximos obtenidos y el error como la desviación estándar de éstos.

Mediante microscopia electrónica de barrido (DSM-950, Zeiss, Alemania) se realizó el análisis microestructural de las superficies de fractura, una vez recubiertas en vacío con una capa de oro.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Tabla 1 se resumen las propiedades de los materiales monolíticos previamente determinadas. A partir de los valores del coeficiente de expansión térmica, el módulo de elasticidad, la tensión de rotura, las curvas de la Figura 1 y la observación de las superficies de fractura (Figura 2), es posible deducir la presencia de microgrietas en los materiales con mayor contenido de segunda fase (A30(A+T) y A40(A+T)) [9-10].

Tabla 1. Propiedades de los materiales monolíticos previamente estudiados. Para la determinación del módulo de elasticidad y la tensión de rotura se utilizaron probetas de 25 x 2 x 2.5 mm³.

	Alúmina	A10(A+T)	A30(A+T)	A40(A+T)
Densidad % teórica	98.2 ± 0.5	97.6 ± 0.4	97.8 ± 0.5	97.1 ± 0.4
$\alpha_{200-850}$ 10 ⁻⁶ °C ⁻¹	8.8 ± 0.2	8.6 ± 0.3	3.8 ± 0.2	3.2 ± 0.1
E _{dinám} , GPa	388 ± 5	333 ± 9	146 ± 6	107 ± 3
E _{estático} , GPa	376 ± 6	202 ± 10	60 ± 8	43 ± 1
σ , MPa	-	230 ± 1	76 ± 4	61 ± 1

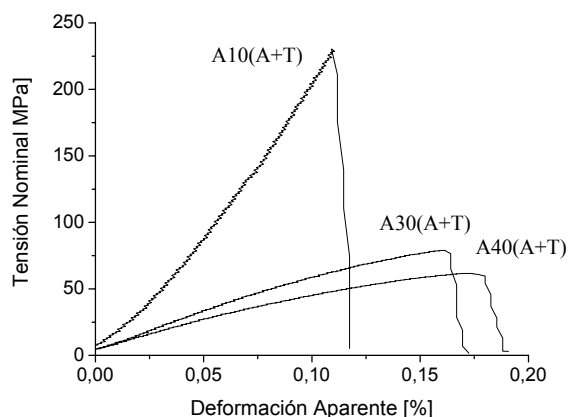


Fig. 1. Curvas tensión nominal – deformación aparente de los materiales monolíticos, determinadas en probetas de pequeño tamaño (25 x 2 x 2.5 mm³)

A partir de estos resultados, se propone el diseño de 2 laminados de 5 capas. En el sistema A10A40 se combinan capas externas y central de A10(A+T), con alta tensión de rotura, con capas internas de A40(A+T), con una alta densidad de microgrietas, por lo que presentará una mayor tolerancia a la propagación de defectos. En el sistema AA10 las capas externas son de alúmina y se combinan con capas internas de A10(A+T). Es de esperar que en este último sistema las capas internas desarrollen microgrietas durante la fractura.

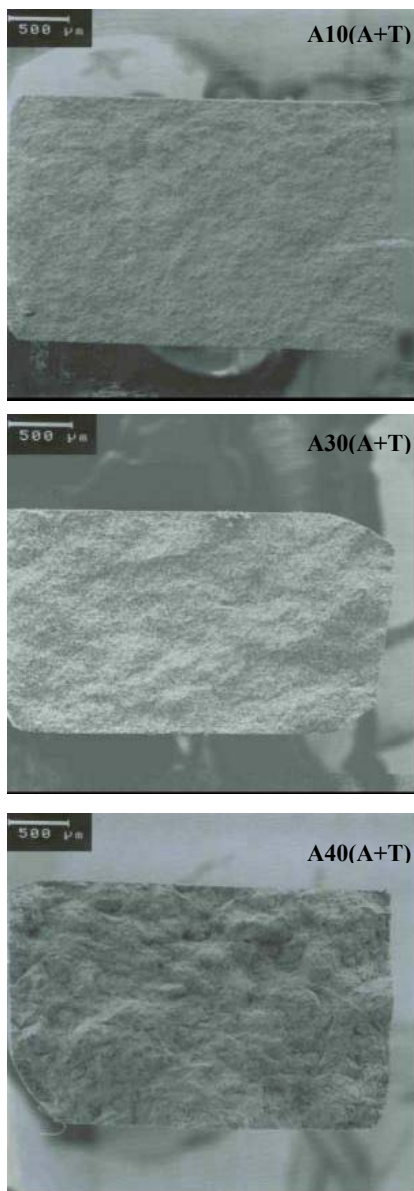


Fig. 2. Superficies de fractura de los materiales compuestos monolíticos (probetas de $25 \times 2 \times 2.5 \text{ mm}^3$) La cara en tracción se encuentra en la parte inferior de las imágenes.

A partir de los valores de los coeficientes de expansión térmica de la Tabla 1 se deduce que, en ambos sistemas, las capas externas y la central, de mayor coeficiente, estarán sometidas a tracción. Por ello, se prepararon laminados en los que estas capas tuvieran un mayor espesor ($\approx 1200 \text{ µm}$ frente a espesores $\approx 300 \text{ µm}$ de las capas en compresión).

En la Figura 3 se muestran las curvas tensión nominal – deformación aparente de los materiales laminados, comparadas con las correspondientes curvas para los materiales monolíticos con composición igual a la de las capas exteriores. Al igual que los materiales monolíticos de igual composición a la de las capas externas, los

materiales laminados presentan relaciones lineales hasta la fractura. Dado que el comportamiento de las capas internas de los dos laminados estudiados es muy diferente -lineal en el caso A10(A+T) y con ductilidad aparente en el caso A40(A+T)- parece claro que las capas externas, sin microgrietas, dominan la deformación de estos materiales. El efecto de las capas interiores se revela en los valores de la pendiente de las curvas, menor en los materiales laminados debido al menor módulo de Young de los materiales constituyentes de las capas interiores (Tabla 1).

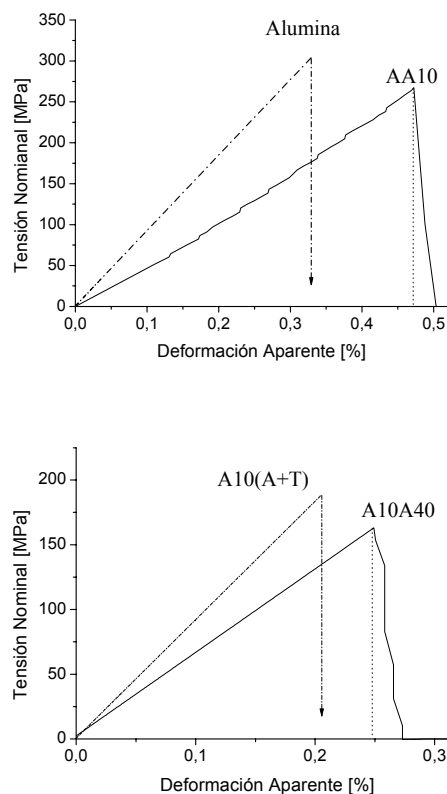


Fig. 3. Comparación de las curvas tensión nominal – deformación aparente de los materiales laminados y monolíticos, con composición igual a la capa exterior, de igual tamaño (probetas de $25 \times 5.5 \times 3.5 \text{ mm}^3$).

La fractura de los materiales monolíticos, una vez alcanzada la tensión máxima, es de tipo catastrófico como se desprende de la coincidencia entre los valores de la deformación para las tensiones máxima y nula (Figura 3). En las mismas condiciones de ensayo, no se alcanzan valores de tensión nula en los materiales laminados hasta deformaciones aparentes del orden de 6-12% superiores a la del punto de máxima tensión (Figura 3), lo cual revela procesos adicionales de consumo de energía durante la fractura de los materiales laminados. Este comportamiento se puede relacionar con el aspecto de las superficies de fractura de los materiales laminados (Figura 4), en las cuales se

observa claramente el cambio de la dirección de propagación de la grieta principal una vez que alcanza las interfases entre capas de distinta composición. En principio, esta forma de fractura puede ser debida a la deflexión de grieta, debido a variaciones en la tenacidad de las capas, o a la bifurcación de la misma, originada por las tensiones de compresión desarrolladas.

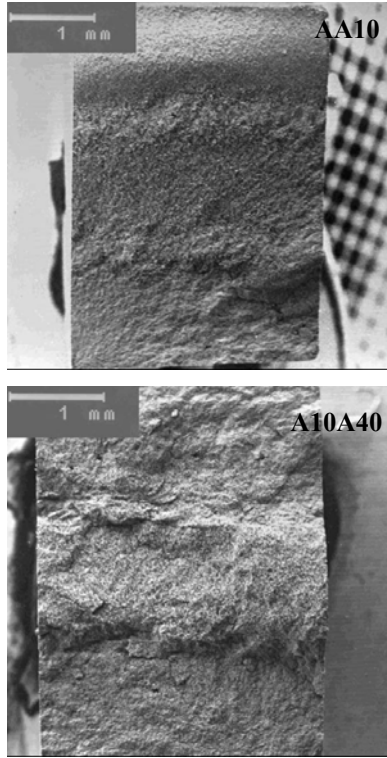


Fig. 4. Superficies de fractura de los materiales laminados (probetas de 25 x 5.5 x 3.5 mm³). La cara en tracción se encuentra en la parte inferior de las imágenes.

En la Tabla 2, se comparan los valores de tensión de rotura de los materiales laminados y de los monolíticos con igual tamaño de probeta (25x5.5x3.5mm³). Los valores para los materiales monolíticos son inferiores a los obtenidos utilizando las probetas de pequeño tamaño (25x2x2.5mm³) debido al efecto Weibull.

Los valores de tensión de rotura de los materiales laminados son inferiores que los correspondientes a los materiales monolíticos con composición igual a la de las capas externas. En el sistema A10A40 la pérdida de resistencia mecánica es de aproximadamente un 25% con respecto a los materiales A10(A+T), mientras que en el sistema AA10 es de un 10% con respecto a la alúmina monofásica. Este descenso de resistencia mecánica en los materiales laminados se puede atribuir a las tensiones residuales de tracción desarrolladas en las capas exteriores.

Tabla 2. Valores de tensión de rotura de los materiales laminados y de los monolíticos (probetas de 25 x 5.5 x 3.5 mm³)

Material	Tensión de rotura. MPa
Monolíticos (25 x 5.5 x 3.5 mm ³)	
Alumina	304 ± 36
A10(A+T)	189 ± 6
A30(A+T)	62 ± 2
A40(A+T)	43 ± 1
Laminados	
AA10	272 ± 32
A10A40	147 ± 20

Para el cálculo de las tensiones residuales desarrolladas en los materiales laminados se puede utilizar un modelo simple [11], en el cual se asume una distribución simétrica de las capas, materiales totalmente elásticos y con el mismo coeficiente de Poisson, y no se consideran los efectos microestructurales asociados con la interfase entre cada dos capas.

Tomando un material con dos tipos de capas, $i=1, 2$, con módulo de Young E_i , coeficiente de Poisson ν y espesores d_i , se tiene que las tensiones desarrolladas en las capas, σ_i , vienen dadas por (1) y (2):

$$\sigma_1 = \frac{\Delta \varepsilon \cdot E_1}{(1 - \nu) \cdot (1 + (n \cdot d_1 / (n - 1) \cdot d_2) \cdot (E_1 / E_2))} \quad (1)$$

$$\sigma_2 = \frac{\Delta \varepsilon \cdot E_2}{(1 - \nu) \cdot (1 + ((n - 1) \cdot d_2 / n \cdot d_1) \cdot (E_2 / E_1))} \quad (2)$$

Dónde, $\Delta \varepsilon$ es la diferencia entre las deformaciones unitarias que sufrirían las capas durante el enfriamiento si no estuvieran unidas.

Los cálculos usando este modelo [11] indican una pérdida de tensión de rotura para el sistema AA10 (6%) del mismo orden que la obtenida experimentalmente (Tabla 2). Por el contrario, la disminución experimental para el sistema A10A40 (25%, Tabla 2) es inferior a la esperada a partir de este modelo (40%), lo cual parece indicar que existen mecanismos adicionales de relajación de tensiones en este sistema laminado.

4. CONCLUSIONES

El sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{TiO}_5$ es adecuado para el diseño de materiales laminados que aúnen valores aceptables de la tensión de rotura para ser considerados materiales estructurales y tolerancia a los defectos.

En particular, se han obtenido dos estructuras laminadas en que admiten mayores deformaciones a la fractura que los materiales monolíticos con composiciones iguales a las de las capas externas y en los que tienen lugar procesos adicionales de absorción de energía durante la fractura.

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo ha sido financiado por la CICYT dentro de los Proyectos MAT 00-949, MAT2003-00836 y con la Beca I3P – BPD2001-1 (CSIC)

REFERENCIAS

- [1] Padture, N. P., Bennison, S. J. y Chan, H. M., “Flaw-Tolerance and Crack-Resistance Properties of Alumina-Aluminium Titanate Composites with Tailored Microstructures”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 76 (9), 2312-2320 (1993).
- [2] Runyan, J. L. y Bennison, S. J., “Fabrication of Flaw-tolerant Aluminum-titanate-reinforced Alumina”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 7, 93-99 (1991).
- [3] Lawn, B. R., Padture, N. P., Braun, L. M. y Bennison, S. J., “Model for Toughness Curves in Two-Phase Ceramics: I, Basic Fracture Mechanics” *J. Am. Ceram. Soc.*, 76 (9), 2235-2240 (1993).
- [4] Padture, N. P., Runyan, J. L., Bennison, S. J., Braun, L. M y Lawn, B. R., “Model for Toughness Curves in Two-Phase Ceramics: II, Microstructural Variables” *J. Am. Ceram. Soc.*, 76 (9), 2241-2247 (1993).
- [5] Uribe, R. y Baudín, C., “Influence of a Dispersion of Aluminum Titanate Particles of Controlled Size on the Thermal Shock Resistance of Alumina”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 86 (5), 846-850 (2003).
- [6] Bartolomé, J., Requena, J., Moya, J. S., Li, M. y Guiu, F., “Cyclic fatigue crack growth resistance of Al_2O_3 - Al_2TiO_5 composites”, *Acta mater.*, 44 (4), 1361-1370 (1996).
- [7] Chan, H. M., “Layered Ceramics: Processing and Mechanical Behavior”, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 27, 249-282 (1997).
- [8] Russo, C. J., Harmer, M. P., Chan, H. M. y Miller, G. A., “Design of a laminated ceramic composite for improved strength and toughness”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 75 (12), 3396-3400 (1992).
- [9] Bueno, S., Baudín, C., “Comportamiento mecánico de materiales compuestos de alúmina-titanato de aluminio”, *Anales de Mecánica de la Fractura*, 20, 391-396 (2003).
- [10] Bueno, S., Moreno, R., Baudín, C., “Reaction sintered Al_2O_3 / Al_2TiO_5 microcrack-free composites obtained by colloidal filtration”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, en prensa.
- [11] Virkar, A.V., Huang, J. L. y Cutler, R. A., “Strengthening of Oxide Ceramics by Transformation-Induced Stresses”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 70, 164-170 (1987).