

COMPORTAMIENTO FRENTE AL DESGASTE DE ALÚMINA Y ALÚMINA REFORZADA CON ZIRCONIA

Antonia Martín, José Ygnacio Pastor, y Javier LLorca

Departamento de Ciencia de Materiales
Universidad Politécnica de Madrid
E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos
C/ Profesor Aranguren s/n
28040-Madrid

José F. Bartolomé y José S. Moya

Departamento de Materiales Particulados
Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (ICMM)
Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)
Campus de Cantoblanco
28049-Madrid

Resumen. El principal objetivo de esta investigación es estudiar el comportamiento tribológico (coeficiente de fricción y desgaste) de una alúmina de alta pureza frente a una alúmina reforzada con 7% vol. de circonia monoclinica y a otra alúmina reforzada con 14% vol. de circonia tetragonal. Se ha analizado la influencia de la carga y el refuerzo en el desgaste de los materiales. Los ensayos se han realizado empleando fuerzas normales entre 50, 100, 125 y 150 N, sin lubricación ni retirada de productos de fricción, a una frecuencia de 5 Hz en una máquina con movimiento oscilatorio.

Abstract. The main goal of this research is to study the tribological behaviour (wear and friction coefficient) in a reference alumina and two aluminas reinforced with zirconia (7 % vol. monoclinic and 14 % TZY). The tests have been performed in an oscillating friction machine at 50, 100, 125, and 150 N, without lubrication, debris removing, and at 5 Hz frequency. The influence in the wear behaviour of the load and reinforcing particles has been analyzed.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos estructurales avanzados han sido estudiados con gran interés durante los últimos años, debido a su potencialidad para sustituir con ventaja a muchos de los materiales utilizados tradicionalmente en la industria. Un buen ejemplo de la sustitución de piezas metálicas por cerámicas podemos encontrarlo en aplicaciones donde se necesite una gran resistencia al desgaste y ambientes agresivos (grifos, prótesis óseas,...).

Como es bien conocido en la literatura las propiedades mecánicas de la alúmina mejoran con la adición de partículas de circonia (ZTA), la resistencia al desgaste no es una excepción y la presencia de partículas de

refuerzo produce cambios en la velocidad de desgaste del compuesto.

Dado que el desgaste es un fenómeno mayoritariamente superficial, la adición de segundas fases, que induzcan tensiones residuales, a materiales que de por sí exhiban un buen comportamiento tribológico haría esperar una mejora en el mismo.

Un procedimiento para desarrollar materiales cerámicos más resistentes al desgaste consiste en el refinado de grano (limitar el crecimiento de grano durante el proceso de sinterización). Partiendo de una fase homogénea la alúmina, matriz, se puede limitar su tamaño de grano mediante una segunda fase que actúa

como refuerzo. Por otro, está bien referenciado en la literatura (1-4) que la adición de circonia a una matriz de alúmina (*alúminas tenacificadas con circonia*, ZTA) da lugar a mejoras sustanciales en la tenacidad de fractura y la resistencia mecánica, debido a la creación de tensiones residuales y a la transformación tenaz inducida por la circonia tetragonal.

Así en los cerámicos ZTA ambos procesos pueden contribuir a mejorar el comportamiento frente al desgaste: i) refinado de grano. La circonia es insoluble en alumina evitando el desarrollo de un grano grueso, y homogenizando la microestructura (5)., ii) tensiones residuales., de tipo termoplástico, inducidas durante el enfriamiento en la producción del material (los coeficientes de dilatación de la alúmina y de la circonia son muy diferentes), o las generadas por la transformación tenaz de la circonia tetragonal.

El aumento de la resistencia al desgaste por la adición de circonia a la alúmina ha sido estudiado por varios investigadores (6-8), no habiendo una opinión unánime sobre su efecto en el comportamiento tribológico. Trabelsi *et al.* (9) establecieron que la adición de circonia a la alúmina da como resultado un material con una baja resistencia al desgaste, debido a la disminución en la dureza superficial del compuesto. Sin embargo, otros investigadores (10-13) observaron que una cantidad óptima de circonia, de 10-12% en volumen, mejora la tenacidad y disminuye el tamaño de grano compensando la pérdida de dureza, y dando lugar a un aumento de la resistencia al desgaste.

En este trabajo se estudia la influencia de la carga en la resistencia al desgaste de dos materiales ZTA (7% vol. de circonia monoclinica y 14% vol. de circonia tetragonal) frente a una alúmina de referencia.

2. DESCRIPCIÓN DE LOS MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

En este estudio se han empleado tres materiales distintos, una alúmina de 99.9% de pureza, una alúmina reforzada con un 7 % en volumen de circonia monoclinica, y alúmina reforzada con un 14 % en volumen de circonia tetragonal estabilizada con itria.

Los materiales anteriores fueron procesados por una ruta convencional de mezclado de polvos y posterior sinterizado a 1600 °C. Para ello se utilizó alúmina de alta pureza (>99.9%, Condea HPA 0.5, Ceralox Division, Arizona, USA) que se mezcló con 14 % vol.

de polvos de circonia estabilizada con itria (3Y-TZP, Tosoh TZ-3YS, Tosoh Corporation, Tokyo, Japan) o con 7 % vol. de circonia monoclinica (Tosoh TZ-O). De esta forma se obtuvieron placas de 100×100×4 mm. Las placas sinterizadas se mecanizaron en forma de probetas de 100×50×3 mm. Las figuras 1, 2 y 3 muestran la microestructura de estos materiales cerámicos.

Los fenómenos de rozamiento tienen lugar, en la práctica, durante periodos muy dilatados de tiempo; esto obliga a emplear procedimientos acelerados para la realización de ensayos, en los que el factor tiempo se sustituye por un endurecimiento de las condiciones en que tienen lugar los procesos.

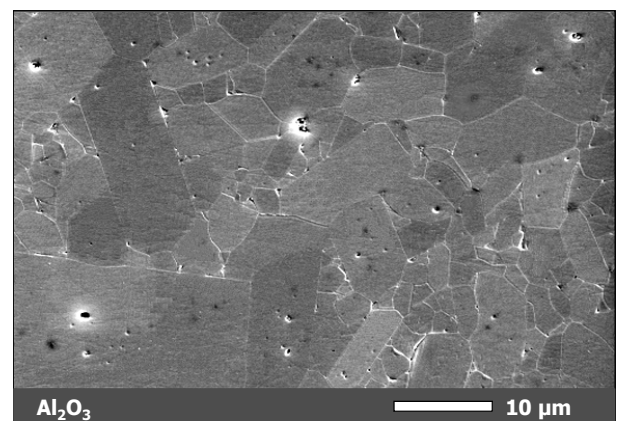


Fig.1. Microestructura de la alúmina 99.9%.

Para caracterizar el comportamiento tribológico de estos materiales, se ha utilizado una máquina de fricción alternativa Cameron Plint, modelo TE77. El sistema consiste en una bancada en la que se ha instalado un motor capaz de girar de 2,5 a 50 Hz. Su eje está conectado a una excéntrica graduable, que transforma el giro en un movimiento de vaivén con la misma frecuencia, con un recorrido máximo de 15 mm, que es el que se ha utilizado en esta investigación. Roscado a este eje se coloca un brazo en el que se adaptan diferentes tipos de mordazas para sujetar el contracuerpo de referencia con el que se provoca el desgaste en la muestra. Por otra parte, un sistema de palanca ejerce sobre la cabeza del contracuerpo la fuerza normal deseada. La Fig.4. muestra un esquema simplificado del dispositivo de ensayo empleado.

En nuestro caso el contracuerpo fue una esfera de circonia Mg-PSZ de 5 mm de diámetro, con un fajín alrededor de su diámetro principal que permitió su perfecto encastre en la mordaza, impidiéndose la rodadura durante el ensayo.

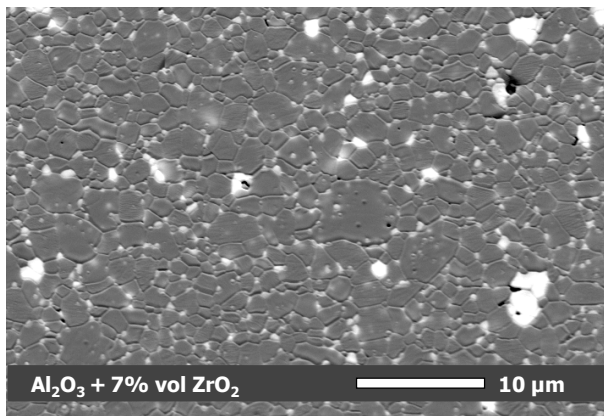


Fig.2. Microestructura de la alúmina con 7% en volumen de circonia monoclinica.

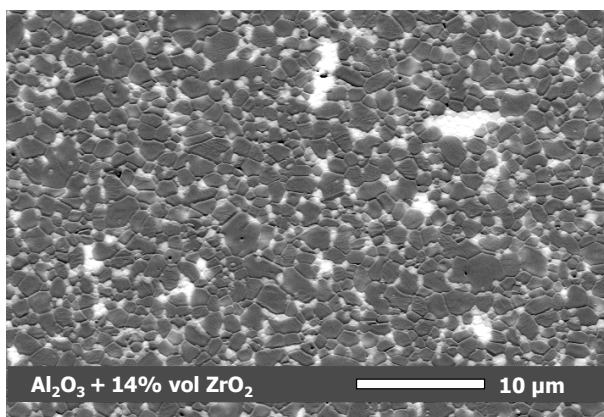


Fig.3. Microestructura de la alúmina con 14 % en volumen de circonia tetragonal estabilizada con itria.

En todos los casos el peso de las muestras y de los contracuerpos se determinó antes y después del ensayo en una balanza electrónica (Mettler-Toledo, Suiza) con una resolución de $\pm 0,01\text{mg}$.

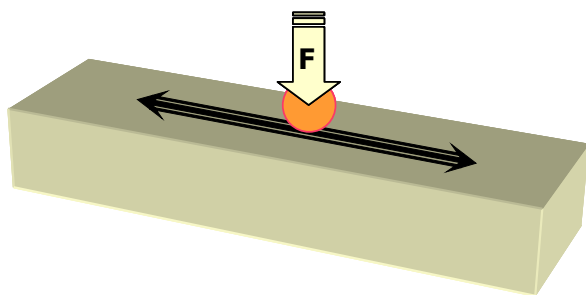


Fig.4. Esquema del dispositivo experimental empleado en los ensayos de desgaste.

Los ensayos se han realizado con fuerzas normales de 50, 100, 125 y 150 N, a temperatura ambiente (25°C aproximadamente), recorrido total de 270 m y velocidad de desplazamiento de 0,15 m/s. Todos los

experimentos se han hecho sin lubricantes y sin retirar los productos de desgaste. Las muestras, después de ser ensayadas, fueron limpiadas con metil-etil cetona en un baño de ultrasonidos durante varios minutos para finalmente ser secadas con un chorro de aire caliente. Las probetas utilizadas fueron prismas de $20 \times 4 \times 3\text{ mm}$, con caras planas y paralelas entre si.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En los ensayos de desgaste la práctica experimental ha evidenciado una importante dispersión en los valores obtenidos, por lo que es conveniente su repetición y la utilización de técnicas estadísticas para el tratamiento de los resultados (14). En nuestro estudio hemos realizado, como mínimo, cinco ensayos para cada material y condición experimental, de forma que se pueda obtener la mínima dispersión posible.

El coeficiente de rozamiento obtenido se ha calculado como el cociente entre la fuerza normal aplicada y la fuerza tangencial medida continuamente a lo largo del ensayo mediante una célula de carga, conectada a un sistema de adquisición de datos. Este parámetro aumenta ligeramente con el aumento de la carga, estando sus valores comprendidos entre 0,8 y 1. No obstante, no se aprecian diferencias significativas en los valores determinados para los tres materiales.

El valor medio del desgaste específico, W , definido como el volumen de material desgastado dividido por la unidad de carga normal aplicada, y la unidad de distancia recorrida, se ha representado en escala logarítmica frente a la carga aplicada. En la Fig. 5 se muestran los resultados experimentales obtenidos para Al_2O_3 . Se observa, que la velocidad de desgaste específico aumenta a medida que aumenta la carga, de forma aproximadamente lineal en esta representación, pasando de valores medios de $3 \cdot 10^{-6}\text{ mm}^3/\text{N.m}$ para cargas de 50 N a valores cercanos a $4 \cdot 10^{-5}\text{ mm}^3/\text{N.m}$ para cargas de 150 N. Este es el comportamiento habitual frente al desgaste de un material cerámico monolítico.

En la Fig. 6 se muestran los resultados experimentales para la alúmina reforzada al 7 % vol. de ZrO_2 monolítica. Resulta evidente que hay una gran variación en la velocidad de desgaste específico, cuando pasamos de una carga de 50N a 100 N en valor medio del desgaste pasa de $3 \cdot 10^{-6}$ a $4 \cdot 10^{-5}\text{ mm}^3/\text{N.m}$. No obstante, para cargas superiores la velocidad de desgaste específico se mantiene constante, con ligeras variaciones debido a la dispersión de los resultados. Las velocidades de desgaste específico para este

material son superiores a la alúmina de referencia para cargas intermedias (100 y 125 N), igualándose a 150 N.

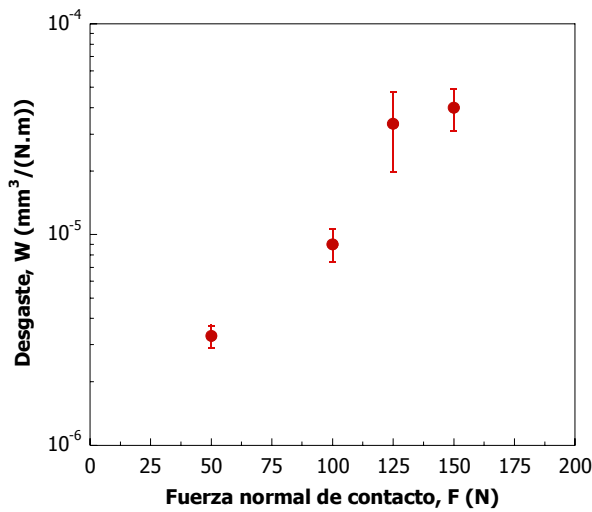


Fig.5. Desgaste específico de la alúmina en función de la carga.

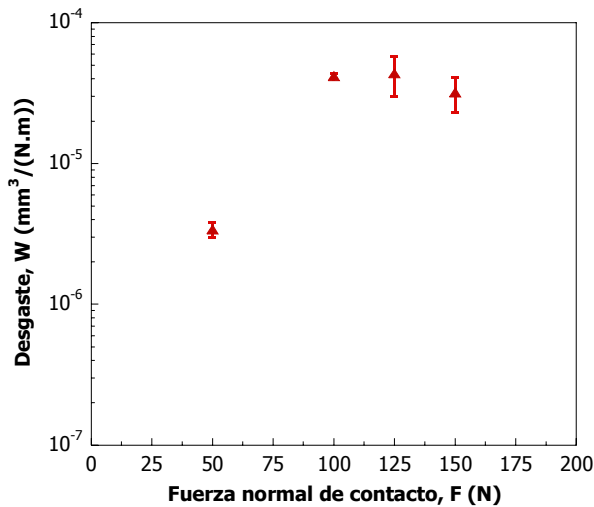


Fig.6. Desgaste específico en función de la carga de la alúmina con 7 % en volumen de circonia monoclinica.

Por último, en la Fig. 7 se muestran los resultados experimentales para la alúmina reforzada con 14 % vol. de circonia tetragonal. Aquí, la evolución del desgaste específico evoluciona frente a la carga de manera similar al caso anterior, pero el plató de desgaste se sitúa a $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$. Este valor es sensiblemente inferior al encontrado para el material anterior, y también es significativamente más bajo que el obtenido para la alúmina de referencia a 150 N. No obstante, hay que resaltar la gran dispersión que aparece en los resultados a cargas elevadas (125 y 150 N).

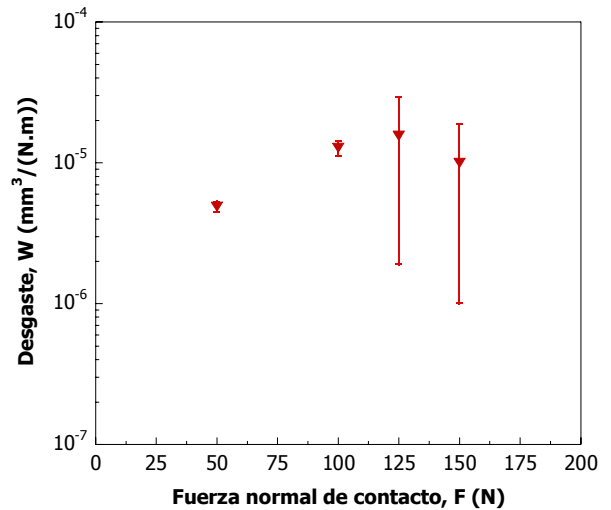


Fig.7. Desgaste específico en función de la carga de la alúmina con 14 % en volumen de circonia tetragonal estabilizada con itria.

Tabla 1. Valores de la densidad, resistencia a flexión n tres puntos y tenacidad de los tres materiales caracterizados

Material	ρ (g/cm³)	σ_f (MPa)	K_{IC} (MPa.m ^{1/2})
Al ₂ O ₃	3.907	225	4.3
Al ₂ O ₃ +7% ZrO ₂	4.056	615	5.5
Al ₂ O ₃ +14% ZrO	4.216	640	4.9

4. CONCLUSIONES

La evolución de la resistencia al desgaste con la carga normal aplicada, de las dos alúminas reforzadas con circonia, es similar; el desgaste aumenta con la carga entre 50 y 100 N, y a partir de ahí aparece un plató, de forma que la carga parece no afectar al desgaste del material. Por algún tipo de mecanismo, que no se ha podido identificar, la resistencia al desgaste permanece constante. La diferencia entre los materiales aparece en el nivel de la meseta. Mientras en el material reforzado con 7 % vol. de circonia monoclinica esta meseta se sitúa en $4 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$, en la alúmina reforzada con 14 % de circonia se queda en $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$. Esto da lugar a que la segunda de las alúminas reforzadas tenga un comportamiento tribológico ligeramente mejor que el de la alúmina de referencia. Esto no es debido a una mayor tenacidad de la alúmina con 14 % de circonia, Tabla 1, que es mejor en la reforzada con 7 %, más bien parece consecuencia de dos factores, i) refinado del tamaño de grano (Figs. 1, 2, y 3) y ii) creaciones de

tensiones residuales en la superficie . Esto podría explicar el diferente comportamiento frente al desgaste de los dos materiales, pero para poder establecer conclusiones definitivas habrá que realizar un intenso trabajo de microscopía en trabajos futuros.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer la financiación aportada por la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología. (CICYT), a través del proyecto MAT2003-05202-C02-02, para la realización de este trabajo.

6. REFERENCIAS

- [1] Brandt G. and Mikus M., "An electron microprobe and cathodoluminescence study of chemical reactions between tool and workpiece when turning steel with alumina-based ceramics". *Wear*, **115**, 243-263. (1987).
- [2] Ma Q. and Clarke D.R., "Piezo-spectroscopic determination of residual stresses in polycrystalline alumina", *J. Am. Ceram. Soc.* **77**, 298-302. (1994).
- [3] Ma Q., Pompe W., French J. D. and Clarke D.R., "Residual stresses in Al_2O_3 - ZrO_2 composites: a test of stochastic stress models", *Acta Metall. Mater.*, **42**, 1673-1681. (1994).
- [4] Ma Q. and Clarke D.R., "Measurement of residual stresses in sapphire fiber composites using optical fluorescence", *Acta Metall. Mater.* **41**, 1817-1823. (1993).
- [5] Lipkin D.M. and Clarke D.R., "Sample-probe interactions in spectroscopy: sampling microscopic property gradients", *J. Appl. Phys.* **77**, 1855-1863. (1995).
- [6] Cherif K., Gueroult B. and Rigaud M., "Wear Behaviour of alumina toughened zirconia materials", *Wear*, **199**, 113-12. (1996).
- [7] Ravikiran A., Subbannna G.R. and Pramila Bai B.N., "Effect of interface layers formed during dry sliding of zirconia-toughened alumina (ZTA) and monolithic alumina against steel", *Wear*, **192**, 56-65. (1996).
- [8] He Y.J., Winnubst A. J.A., Schipper D.J., Burggraaf A.J. and Verweij H., "Effects of a second phase on the tribological properties of Al_2O_3 and ZrO_2 ceramic", *Wear*, **210**, 178-187. (1997).
- [9] Trabelsi R., Treheux D., Orange G., fantozzi G., Homerin P. and Thevenot F., "Relationship between mechanical properties and wear resistance of alumina-zirconia ceramic composites", *Tribol. Trans.*, **32** (1), 77-84. (1989).
- [10] He C., Wang Y.S., Wallace J. S. and Hsu S.M. "Effect of microstructure on the wear transition of zirconia-toughened alumina!", *Wear*, **162-164**, 314-321. (1993).
- [11] He Y.J., Winnubst A. J.A., Burggraaf A.J. and verweij H. "Grain-size dependence of sliding wear in tetragonal zirconia polycrystals", *J. Am. Ceram. Soc.*, **79** (12), 3090-3096. (1996).
- [12] Hsu S. M. and Shen M. C., "Ceramic wear maps". *Wear*, **200**, 154-175. (1996).
- [13] Konsztowicz K.J. and Langlois R. "Effects of heteroflocculation of powders on mechanical properties of zirconia-alumina composites", *J. Mater. Sci.*, **31**, 1633-1641. (1996).
- [14] Rodríguez J., Martín A., Pastor J.Y., LLorca J. Bartolomé J.F. y Moya J.S., "Sliding wear of Alumina/Silicon-Carbide nanocomposites", *J. Am. Ceram. Soc.*, **82** (8), 2252-2254. (1999).