



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5314280061

10/10/93 22

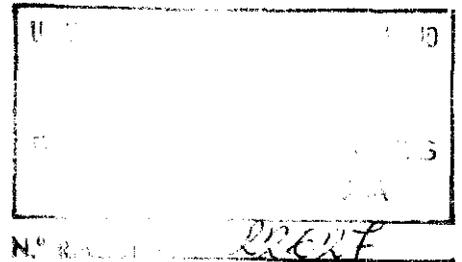
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES  
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

**FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS  
ESTRUCTURALES AVANZADOS**

**Jose Ygnacio Pastor Caño**

Licenciado en Ciencias Físicas

Memoria para la obtención del grado de Doctor en Ciencias Físicas



Directores de tesis:

**Jaime Planas Rosselló**

Doctor Ingeniero de Caminos

Catedrático de Universidad

**Manuel Elices Calafat**

Doctor Ingeniero de Caminos

Catedrático de Universidad

Departamento de Ciencia de Materiales  
ETSI de Caminos. Universidad Politécnica de Madrid

Madrid, 1993

616139069  
i25309596

A mis padres, Félix y Gregoria,  
a quienes todo debo.

A Yohana,  
mi compañera.



# CONTENIDO

<b>Agradecimientos</b>	<b>xi</b>
<b>Resumen</b>	<b>xiii</b>
<b>Abstract</b>	<b>xv</b>
<b>Notaciones</b>	<b>xvii</b>
<b>1 Prólogo</b>	<b>1</b>
1.1 Acercamiento al problema	1
1.2 Objetivos de la tesis	3
1.3 Contenido de la tesis	4
<b>2 Física de la fractura en materiales cerámicos</b>	<b>8</b>
2.1 Antecedentes	8
2.2 Mecanismos de aumento de la tenacidad	9
2.2.1 Clasificación de los mecanismos de aumento de tenacidad	9
2.2.2 Micromecanismos de corto alcance	13
2.2.2.1 Anclado del frente de grieta	13
2.2.2.2 Desviación del plano de grieta	14
2.2.3 Interacciones de largo alcance	15
2.2.3.1 Mecanismos de zona de apantallamiento	15
2.2.3.1.1 Microfisuración	17
2.2.3.1.2 Transformación tenaz	18
2.2.3.2 Mecanismos de anclado de la cola de la grieta	20
2.2.3.2.1 Reforzamiento por fibras	21
2.2.3.2.2 Ligamentos resistentes	23
2.2.4 Aumento de la tenacidad a alta temperatura	24

2.3	Modelos de fractura en materiales cerámicos	26
2.3.1	Tensión de rotura. Teoría clásica de agotamiento	26
2.3.2	Tenacidad de fractura. Mecánica de la fractura elástica lineal	26
2.3.3	Energía de fractura. Modelos de fractura no lineales	27
2.3.4	Comportamiento de curva R	30
<b>3</b>	<b>Caracterización en fractura de los materiales cerámicos</b>	<b>33</b>
3.1	Materiales utilizados	33
3.1.1	Circonia parcialmente estabilizada con magnesia	33
3.1.2	Alúmina 99.7%	35
3.2	Análisis de los errores más frecuentes cometidos en los ensayos mecánicos	36
3.3	Métodos de ensayo en fractura	37
3.4	Grietas superficiales controladas	47
3.5	Vigas en flexión	58
3.5.1	Probetas con entalla recta	61
3.5.2	Probetas con entalla triangular	65
3.5.3	Probetas prefisuradas con grietas cortas	69
3.5.4	Probetas prefisuradas con grietas largas	73
3.5.4.1	Efecto del generador de grieta	80
3.5.4.2	Efecto de la carga máxima	82
3.5.4.3	Efecto de la luz entre apoyos	83
3.5.4.4	Efecto de la longitud de los apoyos	83
3.6	Comparación de los resultados de la tenacidad medida por distintos métodos	84
3.7	Dispositivo experimental para ensayos estables a temperatura ambiente y a alta temperatura.	88
3.7.1	Sistemas de medida de deformaciones a alta temperatura	89
3.7.2	Descripción del material utilizado	92
3.7.3	Dispositivo de ensayo a alta temperatura	93
3.7.4	Sistema de retrocontrol de la máquina de ensayos	98
3.7.5	Efecto del promediado en el error de la medida	99
3.7.6	Efecto de la temperatura en el error de la medida	101
3.7.7	Influencia del paralelismo de las espigas en los resultados	102
3.7.8	Análisis de la histéresis del dispositivo de ensayo	103
3.8	Resultados de $K_{IC}$ , $G_F$ , y curvas R	105

3.9	Ensayos complementarios	108
3.9.1	Dilatometría	108
3.9.2	Ensayos de tracción indirecta	109
3.9.3	Medida del módulo de elasticidad	112
3.9.4	Efecto de tamaño	114
3.10	Extensiones y limitaciones de la técnica	114
<b>4</b>	<b>Análisis microestructural</b>	<b>117</b>
4.1	Análisis microestructural de la Mg-PSZ	117
4.2	Análisis microestructural de la Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	121
4.3	Análisis microestructural y de los resultados de fractura de la 3Y-TZP en función de la temperatura	126
4.3.1	Influencia del generador de pregrieta	126
4.3.2	Fractura a temperatura ambiente	127
4.3.3	Análisis de los resultados de fractura en la circonia itriada en función de la temperatura	131
<b>5</b>	<b>Conclusiones y trabajo futuro</b>	<b>135</b>
5.1	Conclusiones	135
5.2	Líneas de trabajo futuro	137
<b>6</b>	<b>Referencias</b>	<b>139</b>
	<b>Apéndice: Procedimiento de cálculo de la curva-R</b>	<b>153</b>



## AGRADECIMIENTOS

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a mis dos directores de tesis, los Profesores D. Jaime Planas Rosselló, y D. Manuel Elices Calafat, por su dedicación, ayuda, y aliento durante el desarrollo de esta investigación. Gracias por permitirme hacer realidad un sueño.

A Gustavo V. Guinea, que me abrió las puertas al mundo de las propiedades mecánicas y fue compañero de mis primeros pasos en la investigación. A Jesús Ruiz y Jesús Rodríguez, compañeros de tesis y amigos. A los miembros de taller mecánico, Pascual Colás y Juan Serrano, y en especial a David Culebras, sin cuya ayuda y colaboración los montajes experimentales habrían sido mucho más difíciles, cuando no imposibles. A Jose Miguel Martinez, por su colaboración en el diseño gráfico y la fotografía, y a Rosa Morena y Elena González por su ayuda en múltiples trámites administrativos.

A todos y cada uno de los miembros del Departamento de Ciencia de Materiales de la ETS de Ingenieros de Caminos de la UPM, que siempre me han prestado una ayuda desinteresada, y cuya enriquecedora amistad ha hecho del laboratorio un lugar acogedor.

A D<sup>a</sup> Carmen Baudin y a D<sup>a</sup> Pilar Miranzo, investigadoras del Instituto de Cerámica y Vidrio del CSIC, por la atención y ayuda que me prestaron en diversos momentos.

A mi tutora D<sup>a</sup> Eloísa López, y al Departamento de Física de Materiales de la UCM por acoger esta Tesis.

Por último agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la beca de Formación de Personal Investigador que permitió iniciar esta tesis, y el Proyecto de Investigación PB90-276 y la Acción Especial MAT 90-1153-E, de la CICYT, que financiaron este trabajo.

En Madrid, a veintiseis de Octubre de 1993



## RESUMEN

Esta Tesis Doctoral presenta un nuevo método experimental que permite la completa caracterización (tenacidad, energía de fractura, curva-R, resistencia a tracción, módulo de elasticidad, y curva dilatométrica) del comportamiento en fractura de materiales cerámicos estructurales avanzados a alta temperatura.

A fin de determinar la geometría de ensayo más adecuada se comparan, analítica y experimentalmente, diversos métodos de caracterización de la fractura en materiales cerámicos. Los resultados experimentales, para una circonia parcialmente estabilizada con un 8.5% molar de magnesia y una alúmina de 99.7% de pureza, mostraron que las probetas prefisuradas ensayadas por flexión en tres puntos son las que permiten una mejor determinación de la tenacidad fractura, tanto a temperatura ambiente como a temperaturas elevadas.

Para poder conseguir probetas prefisuradas de una forma rápida se ha puesto a punto una técnica recientemente desarrollada, y llamada “puente en compresión” (*Bridge Indentation*). Esta técnica permite obtener, en pocos minutos, grietas de varios milímetros de longitud, sin necesidad de someter a fatiga el material. Para mejorar la repetitividad del método se realiza un estudio pormenorizado del sistema de prefisuración, determinándose la influencia de las diferentes variables involucradas en la técnica sobre la longitud de grieta obtenida.

Ante la dificultad de obtener ensayos de fractura estables en materiales cerámicos se ha puesto a punto una técnica, totalmente original, consistente en controlar una máquina de ensayos servohidráulica usando la señal analógica que envía un sistema de extensometría láser, que mide el CMOD de la probeta.

Los ensayos estables obtenidos con esta técnica proporcionan más información (información que de otra forma es imposible obtener) que los ensayos tradicionales de fractura, basados sólo en la medida de la carga máxima o de la longitud de grietas superficiales introducidas con una punta Vickers. Las ramas de descarga después del máximo, y ciclos de descarga y re-carga permiten la determinación de la energía de fractura y de la curva-R. Como ejemplo de las potencialidades del método se estudia el comportamiento en fractura de una circonia itriada (3Y-TZP) a alta temperatura.

También se ha realizado un análisis riguroso de la técnica propuesta estudiándose:

- a) La influencia que la temperatura y el promedio sobre el número de lecturas tiene sobre el error en la medida del CMOD. Se verá que un buen aislamiento térmico y un promediado sobre un número de lecturas adecuado es fundamental para reducir el ruido de la señal y poder controlar la máquina de ensayos.
- b) El efecto que el paralelismo de las espigas tiene sobre el CMOD medido en tres situaciones: espigas paralelas, convergentes, y divergentes. Se propone una ecuación que explica este efecto en función desplazamiento del punto de carga.
- c) La linealidad y histeresis del equipo experimental. Los resultados indican que esta última es muy pequeña y despreciable frente a las medidas que estamos realizando.

Haciendo pequeñas modificaciones en la configuración del sistema de metrología láser ha sido posible emplearlo como dilatómetro (se ha obtenido la curva dilatométrica de la circónia itriada hasta los 1100 °C), y se ha determinado el módulo de elasticidad a alta temperatura, a partir del cambio en la pendiente de la curva Fuerza-Desplazamiento.

Se propone el método de tracción indirecta para la determinación de la resistencia a tracción a alta temperatura en materiales cerámicos, ya que los métodos de tracción directa presentan serios inconvenientes (mordazas frías y/o problemas de alineación de las probetas). En estos ensayos se configura el sistema de metrología láser para poder medir la deformación transversal (efecto Poisson) tanto a temperatura ambiente y como a alta temperatura.

Finalmente, se realiza una observación microscópica de las superficies y perfiles de fractura de los tres materiales ensayados. En este análisis se encuentra que:

- a) No parece existir una influencia del generador de grieta en la tenacidad medida en probetas prefisuradas.
- b) Los ligamentos resistentes y la ramificación de la grieta principal son micromecanismos importantes que contribuyen a aumentar la tenacidad de los tres materiales cerámicos estudiados, con independiencia del tamaño de grano del material (desde 32 nm hasta más de 50  $\mu\text{m}$ ) y de la existencia de otros micromecanismos de refuerzo como la transformación martensítica debida a partículas tetragonales de circonia.

## ABSTRACT

This PhD. Thesis presents an original experimental method for the whole fracture characterization (toughness, fracture energy, R-curve, tensile strength, elastic modulus, and dilatometric curve) of structural advanced ceramics at room and at high temperature.

Looking for the most suitable testing geometry several testing methods for fracture characterization of ceramics were compared. The toughness of a partially stabilized zirconia with 8.5 mole percent of magnesia and a 99.7% purity alumina were determined by five different methods. The experimental results show that the precracked specimens, tested in three point bending configuration, give the best determination of the fracture toughness at room and at high temperature.

To obtain precracked specimen in an easy way, we developed a technique recently proposed by Nose and Fujii (Nose and Fujii 1988). This technique allows us obtaining, in a few minutes, samples with length cracks of several millimetres, avoiding the tedious fatigue methods. To improve the repetitively of this new procedure, a detailed study about the precracking conditions is carried out, where the influence, over the final crack length, of the variables involved on the crack growth process was ascertained.

Fracture tests in ceramic materials are often unstable. To avoid this problem, a new and original technique has been developed. The new technique is based in controlling a servo hydraulic testing machine with an analog output from a laser extensometer. More precisely using CMOD as the feed-back output. Stable fracture tests on precracked specimens may be achieved at room and at high temperatures.

Stable fracture tests provide more information than the traditional fracture tests based only on the measurement of the maximum load or on indentation techniques. The post-peak branches and unloading-reloading curves allow the determination of toughness, fracture energy and crack growth resistance curves.

The new technique is employed to characterize the fracture behaviour of a 3 mole per cent Y-TZP ceramic (3Y-TZP) at room and at high temperature.

A rigorous analysis of the experimental set-up shows:

- a) A very good thermal insulation of the furnace is essential to achieve low fluctuation measurements. Multiple scan averaging further reduces the fluctuations of the output. However, the averaging cannot be extended to a large number of scans because large output update intervals make the machine run out of control.
- b) The influence on the CMOD of the misalignment between the alumina pins was determined, and corrected.
- c) The linearity and hysteresis of the set-up were checked. It was found that the hysteresis of the device was negligible.

With few modifications, the equipment has been employed to obtain the dilatometric curve of the 3Y-TZP up to 1100 °C, and its elastic modulus (determined from the changes in the slope of the Load-Displacement curve) at high temperature.

The splitting test is proposed for tensile strength characterization of ceramics at high temperature. This method has been found quite simple and repetitive, and without disadvantages (misalignment and/or cold grips) of the direct tensile methods. In this kind of tests, the laser extensometer can be used to measure the transversal strain (Poisson effect) of the sample at room and at high temperatures.

Finally, a SEM observation of the surface and profile fracture was carried out. This analysis shows:

- a) It seems that there is no influence of the crack starter on the measured toughness for precracked specimens.
- b) Crack's bridging and branching appear in the three materials studied as two important micromechanisms for increasing toughening, with independence of the microstructural scale of the material (average grain size from 32 nm to 50  $\mu\text{m}$ ) and other micromechanisms (as the martensitic transformation of tetragonal zirconia grains).

## NOTACIONES

A	Área de contacto fibra-matriz
a	Longitud de grieta
$a_0$	Longitud inicial de grieta, o entalla
$A_f$	Temperatura final de la transformación espontánea monoclinico→tetragonal
$a_l$	Longitud total de la entalla triangular
$A_s$	Temperatura inicial de la transformación espontánea monoclinico → tetragonal
B	Espesor de la probeta
c	Longitud de grieta superficial
C	Flexibilidad medida ( $C_{ext}+C_0$ )
$C_0$	Flexibilidad medida para la longitud de grieta inicial ( $C_{ext}+C_{p0}$ )
$C_{ext}$	Flexibilidad del equipo de ensayo
$C_p$	Flexibilidad para una viga TPB prefisurada
$C_{p0}$	Flexibilidad para una viga TPB prefisurada con longitud de grieta inicial $a_0$
CMOD	Apertura de la boca de la grieta
CMOD( $\theta$ )	Apertura de la boca de la grieta en función del ángulo entre espigas
CN	Probetas con entalla triangular
CVN	Probetas con entalla triangular en “V”
D	Canto de la probeta, diámetro de las fibras, distancia entre partículas
D	Distancia entre apoyos del dispositivo de prefisuración
d	Longitud de la impronta Vickers
d	Tamaño de los refuerzos microestructurales o partículas
DCB	Probetas de doble voladizo
E	Módulo de elasticidad
$E'$	Módulo de elasticidad generalizado
F	Fuerza aplicada
f	Fracción del plano de grieta con ligamentos remanentes
f(w)	Función de ablandamiento
$F_{imp}$	Carga del penetrador Vickers
$F_{máx}$	Fuerza máxima aplicada
FPB	Dispositivo de flexión en cuatro puntos

G	Fuerza de crecimiento de grieta
G <sub>C</sub>	Tasa crítica de liberación de energía
G <sub>F</sub>	Energía de fractura
h	Anchura de la zona transformada
H	Dureza, presión media de contacto
H <sub>V</sub>	Dureza Vickers
I	Momento de inercia
IF	Grietas superficiales controladas
IS	Probetas prefisuradas con grietas cortas
K	Factor de intensidad de tensiones
K <sub>a</sub>	Tenacidad aparente
K <sub>C</sub>	Tenacidad de fractura, factor crítico de intensidad de tensiones
K <sub>I</sub> (CA)	Incremento de la tenacidad asociado a interacciones de corto alcance
K <sub>I</sub> (LA)	Incremento de la tenacidad asociado a interacciones de largo alcance
K <sub>I</sub>	Factor de intensidad de tensiones
K <sub>I0</sub>	Tenacidad de la matriz
K <sub>IC</sub>	Tenacidad de fractura, factor crítico de intensidad de tensiones en modo I
K <sub>Q</sub>	Tenacidad aparente
K <sub>∞</sub>	$(E G_F)^{1/2}$
l	Longitud de una grieta Palmqvist (c-d), longitud promedio de fibra
L	Longitud entre apoyos en probetas TPB
L <sub>1</sub>	Longitud entre apoyos inferiores en probetas FPB
L <sub>2</sub>	Longitud entre apoyos superiores en probetas FPB
L <sub>a</sub>	Longitud del apoyo superior del dispositivo de prefisuración
L <sub>ch</sub>	Longitud característica $(E G_F/\sigma_t^2)$
m	Constante de fluencia
M	Momento
MEB	Microscopía electrónica de barrido
MFEL	Mecánica de la fractura elástica lineal
M <sub>S</sub>	Temperatura de transformación espontánea t→m
N	Cociente entre el número de lecturas promediadas y la velocidad del barrido láser
P	Carga aplicada
PSZ	Circonia parcialmente estabilizada
RMS	Error cuadrático medio
s	Distancia entre apoyos
SEI	Imagen de electrones secundarios
SENB	Probetas con entalla recta
SEPB	Probetas con pregrieta recta
SEVNB	Probetas con entalla recta en "V"

$t$	Tiempo
$T_1$	Temperatura del termopar 1
$T_2$	Temperatura del termopar 2
$t \rightarrow m$	Transformación tetragonal a monoclinica
$T_{cc}$	Temperatura de la célula de carga
$t_f$	Tiempo hasta fractura
$T_{H_2O}$	Temperatura del agua del circuito de refrigeración
TPB	Dispositivo de flexión en tres puntos
TZP	Circonia tetragonal policristalina
$V_f$	Volumen de material sometido a mecanismos de zona de apantallamiento
$V_2 \left( \frac{a}{D} \right)$	Factor adimensional que depende de la geometría de la probeta
$W$	Canto de la probeta
$w$	Separación entre caras de la grieta
$Y$	Factor geométrico adimensional

### Simbolos griegos:

$\chi$	Factor geométrico adimensional
$\delta$	Desplazamiento del punto de carga
$\Delta\alpha$	Coefficiente de desajuste de expansión térmica
$\delta a$	Incremento virtual de longitud de grieta
$\Delta C$	Aumento de flexibilidad al aumentar la longitud de grieta de $a_0$ hasta $a$
$\Delta C_{\text{ensayo}}$	Flexibilidad medida durante un ensayo
$\Delta\delta$	Incremento en el desplazamiento del punto de carga
$\Delta G^{t \rightarrow m}$	Energía libre de la transformación $t \rightarrow m$
$\Delta P$	Incremento de la carga aplicada
$\Delta S$	Incremento de entropía
$\Delta T$	Incremento de temperatura
$\Delta t_u$	Intervalo de tiempo entre datos
$\epsilon$	Deformación termoelástica
$\epsilon_m$	Velocidad de deformación en fluencia
$\epsilon^t$	Dilatación producida por mecanismos de zona de apantallamiento
$\phi$	Diámetro de la probeta, factor de constricción de Lankford
$\varphi$	Ángulo de cambio de plano de grieta en giro
$\lambda$	Longitud de la zona de proceso de fractura

$\nu$	Coefficiente de Poisson
$\theta$	Ángulo de cambio de plano de grieta en torsión
$\theta$	Semiángulo del penetrador Vickers, ángulo entre espigas
$\rho$	Densidad de fibras por unidad de área
$\sigma(w)$	Tensión de cierre de grieta en función de la apertura de la grieta
$\sigma(x)$	Tensión de cierre de grieta en función de la distancia al fondo de la misma
$\sigma_a$	Tensión crítica de rotura del ligamento
$\sigma_b(x)$	Tensión normal de rotura del ligamento en función de la distancia al fondo de grieta
$\sigma_C$	Tensión crítica de rotura, tensión hidrostática crítica
$\sigma_t$	Tensión de rotura máxima
$\tau$	Distancia entre refuerzos
$\tau_i$	Tensión de fricción fibra-matriz

## 1.1 ACERCAMIENTO AL PROBLEMA

La palabra “cerámicos” cita hoy en día no sólo a los materiales convencionales tales como la porcelana, la loza, la alfarería,... sino que incluye una gran cantidad de nuevos materiales, de muy diversas características, los cuales han sido desarrollados durante los últimos veinticinco años, y que tienen una aplicación preferente en el sector industrial como prótesis óseas, superconductores, semiconductores, sustratos electrónicos, aislantes radiactivos, refractarios, vitrocerámicos, motores, rodamientos, protecciones de aeronaves,... (Lehman 1992, Sheppard 1991, MacBeth 1992, Sims 1991). Estos nuevos materiales cerámicos pueden clasificarse en dos grandes grupos: *materiales cerámicos funcionales*, y *materiales cerámicos estructurales*.

Los materiales cerámicos funcionales son componentes cerámicos con importantes propiedades semiconductoras, magnéticas, dieléctricas, ópticas, superconductoras, o de otro tipo. Por otro lado, los materiales cerámicos estructurales son materiales que están destinados a soportar esfuerzos mecánicos. El comportamiento mecánico de estos materiales cerámicos estructurales, también llamados materiales cerámicos avanzados o ingenieriles (*advanced or structural ceramics*) en Estados Unidos, y cerámica fina (*fine ceramics*) en Japón, son los que centran la atención de esta tesis.

El interés en el uso estructural de los materiales cerámicos se debe a que presentan una gran estabilidad fisicoquímica, una buena resistencia al desgaste, elevada dureza, alta resistencia a la compresión, y estabilidad estructural a alta temperatura (Wachtman 1989, Guilemany *et al.* 1990). Todo esto, unido a lo abundante de las materias primas a partir de las cuales se pueden obtener, ha hecho que en los últimos años estos materiales hayan ido ganando importancia, y presencia en aplicaciones estructurales. En la Tabla 1.1 se pueden ver aplicaciones de algunos de los materiales cerámicos más utilizados.

No obstante, estos materiales tienen un punto débil, su comportamiento aparentemente frágil (dada la naturaleza de sus enlaces atómicos de tipo covalente e iónico muy rígidos y

direccionales) que limita fuertemente sus aplicaciones estructurales. De hecho se han desarrollado grandes proyectos de investigación (Suzuki 1985) dirigidos al aumento de la resistencia a rotura, y sobre todo de la tenacidad de estos materiales. Los principales progresos se han logrado gracias a la mejora continua en la reproducibilidad de sus propiedades (Sheppard 1991, Eagar 1991) —asociada al control en los procesos de fabricación y acabado final— y a un aumento en sus prestaciones mecánicas mediante un detallado diseño de su microestructura (Becher 1991, Evans 1990), que permite aumentar la tenacidad de estos materiales con mecanismos como desviación de grietas, microagrietamiento, transformación tenaz, segundas fases,... (Lawn 1993, Steinbrech 1992).

Tabla 1.1. Aplicaciones de los materiales cerámicos estructurales.

Material	Propiedades	Aplicaciones.
$\text{Al}_2\text{O}_3$	Resistencia al desgaste y a la corrosión, buen aislante térmico.	Procesado de materiales, ingeniería química, implantes biológicos.
Circonias	Gran resistencia y tenacidad, elevada rigidez, y pequeña conductividad térmica.	Construcción de motores, piezas antidesgaste, procesado de materiales.
$\text{Si}_3\text{N}_4$	Buena resistencia mecánica a alta temperatura, resistente a la corrosión.	Construcción de motores, ingeniería química, industria militar.
SiC	Gran dureza, resistencia al desgaste y a la corrosión, buen comportamiento a altas temperaturas.	Construcción de motores, procesado de materiales, bolas de cojinetes.

Paralelamente, y gracias al uso de grietas controladas, se ha conseguido mejorar la comprensión de los procesos de fractura, y como afecta la microestructura a la propagación de la grieta. No obstante, durante mucho tiempo en el mundo de los materiales cerámicos se ha estudiado la fractura a partir de la tensión de rotura del material producida por una población de grietas intrínsecas que se encuentran estadísticamente distribuidas en todo material cerámico policristalino. La utilización de modelos estocásticos, como el desarrollado por Weibull (Weibull 1951, Evans 1978, Davidge 1986, Kittl y Díaz 1988), permite establecer un criterio de rotura para el diseño con estos materiales. Por contra, esta visión estadística de la fractura, de gran éxito en su aplicación, aporta poco al entendimiento del proceso físico de la fractura, y tiende a infravalorar la resistencia mecánica de estos materiales. Esta situación ha sido corregida con el uso de defectos (grietas o entallas) introducidos deliberadamente en el material, y sobre los que se tiene un control en su evolución durante el experimento en virtud de su tamaño, localización y campo de tensiones creado usando la formulación de la mecánica de la fractura (Elices 1992). Gracias a esta formulación del problema, hoy es posible empezar a diseñar complejas microestructuras para propósitos específicos. En consecuencia es objetivo prioritario poder caracterizar el comportamiento en fractura de estos materiales, para posteriormente tratar de comprender como afecta la microestructura a la propagación de la grieta en el material.

Para poder entender el proceso de fractura de los materiales cerámicos hay que darse cuenta de que al ser materiales eminentemente frágiles, la deformación plástica a temperatura ambiente no está asociada al movimiento de dislocaciones de forma que las grietas pueden considerarse "afiladas a nivel atómico" (Lawn 1993). La resistencia a la fractura vendrá dada por la propia red cristalina, y otros mecanismos de aumento de la tenacidad que se exponen más adelante, y no por el movimiento de dislocaciones como ocurre en los metales. No obstante, y aunque como primera aproximación se pueden tratar estos materiales a través de la Mecánica de la Fractura Elástica y Lineal, hay mecanismos físicos como son las zonas microfisuradas, zonas con transformaciones martensíticas, o interacciones entre los labios de la fisura en la cola de la grieta que originan una zona capaz de transmitir carga a pesar de que el material se encuentre fracturado. A esta región se la denomina zona cohesiva (Petersson 1981), y es la responsable de que se originen comportamientos no lineales, como es la aparición de una dependencia de la tenacidad de fractura aparente con el tamaño de la probeta (Planas y Elices 1989, Bazant y Mohammad 1990, McKinney y Rice 1981, Buresch 1978). En los últimos quince años han aparecido nuevos modelos (Elices y Planas 1989) que intentan describir de forma más precisa el comportamiento de los materiales cuasifrágiles<sup>1</sup>.

## 1.2 OBJETIVOS DE LA TESIS

Como se ha visto, el uso de los materiales cerámicos estructurales en la industria presenta todavía muchos problemas, como es la falta de reproducibilidad de las propiedades mecánicas de una hornada a otra del mismo material —lo que origina una gran dispersión de resultados—, o bien el efecto del ambiente sobre el crecimiento lento de grietas. No obstante, el principal obstáculo es la baja tenacidad de estos materiales. Este problema se agrava debido a que el comportamiento a alta temperatura no es bien conocido y, sobre todo, porque los métodos de ensayo disponibles actualmente para la caracterización en fractura (Butler 1988, Loveday y Morrell 1988, Grathwohl 1988, Roche y Loveday 1992) no están normalizados de forma universalmente aceptada. Este hecho se debe a que ninguno de los métodos propuestos permite realizar ensayos de fractura estables<sup>2</sup>, de forma que la caracterización no puede ser tan completa y general como se consigue en los materiales metálicos. Consecuencia de la necesidad de encontrar una técnica de caracterización en fractura adecuada para estos materiales, en los últimos cinco años se han iniciado varios proyectos internacionales<sup>3</sup> para la contrastación de resultados por diversos métodos y en distintos laboratorios.

---

<sup>1</sup>Dentro de los materiales cuasifrágiles se engloban además de los materiales cerámicos, otros materiales como las rocas, el hormigón,...

<sup>2</sup>En general las probetas de material cerámico ensayadas con los métodos propuestos hasta el momento se rompen bruscamente después de alcanzar la carga máxima.

<sup>3</sup>Parte de las investigaciones realizadas en esta tesis se encuadran dentro de un "Round-Robin" europeo, organizado por el Comité Técnico nº6 de Materiales Cerámicos, perteneciente al ESIS (European Structural Integrity Society), anteriormente Grupo Europeo de Fractura.

Dentro de este marco, el objetivo fundamental de esta tesis se centrará en tratar de establecer si los equipos y técnicas experimentales que habitualmente se utilizan en la caracterización en fractura de los materiales cerámicos (tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura) son válidos, o si bien es necesario desarrollar nuevas técnicas de ensayo que permitan conseguir ensayos estables. Para ello se seguirá la siguiente metodología:

1. Evaluar los métodos que permiten la caracterización en fractura de los materiales cerámicos.
2. Hacer una comparación experimental en nuestro laboratorio entre los resultados obtenidos con los métodos elegidos como válidos, tanto para temperatura ambiente como para alta temperatura. Dada la diversidad de materiales cerámicos existentes se elegirán dos materiales oxídicos, alúmina 99,7% y circonia parcialmente estabilizada con magnesia, con tenacidades muy diferentes, en los cuales los mecanismos de aumento de la tenacidad dominantes son claramente distintos (microagrietamiento en la alúmina, y transformación tenaz en la circonia).
3. Determinar el método de caracterización que aporte una mayor cantidad de información, y cuyos resultados estén mejor fundamentados teóricamente. En su defecto se desarrollaran las técnicas que permitan una completa caracterización de estos materiales a temperatura ambiente.
4. Extender las técnicas desarrolladas a temperatura ambiente a condiciones de alta temperatura.
5. Evaluar los resultados obtenidos a la luz del análisis microscópico de las superficies y perfiles de fractura de cada material.

### **1.3 CONTENIDO DE LA TESIS**

En esta tesis se realiza un estudio detallado de los principales métodos de caracterización en fractura de materiales cerámicos, tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura. Adicionalmente, y como aportación original de esta investigación, se propone una nueva técnica experimental que permite obtener mucha más información<sup>4</sup> acerca del comportamiento en fractura del material con un único ensayo. Es más, la información adicional obtenida con la técnica propuesta, no se puede obtener con los métodos de caracterización tradicionales.

---

<sup>4</sup>Los métodos tradicionales de caracterización en fractura de los materiales cerámicos al no poder conseguir en general ensayos estables, sólo permiten determinar la tenacidad de fractura obtenida a partir de la carga máxima de rotura. Por contra, cuando se obtienen ensayos estables de fractura es posible medir no sólo la tenacidad, sino que también se obtiene la energía de fractura, y la curva-R, como se verá en el capítulo tres de esta tesis.

Esta tesis se divide en seis capítulos. El primero de ellos es un prólogo, que nos acerca al planteamiento del problema. El capítulo segundo hace una introducción a los mecanismos de aumento de tenacidad en los materiales cerámicos, así como a los parámetros de caracterización en fractura (tensión de rotura, tenacidad, energía de fractura, y curva-R).

El tercer capítulo forma el núcleo central de la tesis, y en él se presentan las principales aportaciones de la investigación realizada. El capítulo comienza con una caracterización física y microestructural de los materiales que se van a utilizar, y un análisis de los errores más frecuentes en la experimentación mecánica. A continuación se hace una comparación entre las principales técnicas de ensayo en fractura, que permitirá elegir la más adecuada para nuestros propósitos. Los resultados obtenidos con los métodos seleccionados son comparados y analizados en profundidad; como conclusión de los mismos se presenta la necesidad de desarrollar una nueva técnica experimental que conduzca a ensayos de fractura estables. Un examen en profundidad de la técnica, y de sus posibles fallos, se presenta a continuación. Por último se muestra el equipo experimental, que diseñado especialmente para esta tesis, permite la extensión de la nueva técnica a condiciones de ensayo de alta temperatura. Este capítulo se cierra con los resultados de tenacidad, energía de fractura, y curvas-R obtenidas para distintas temperaturas. Igualmente, se hace una reflexión sobre las limitaciones y posibles extensiones de la técnica propuesta, y se presentan los resultados de algunos ensayos complementarios.

El cuarto capítulo se dedica al análisis microestructural de las superficies de fractura, y de los perfiles de grieta, que complementa la caracterización mecánica. Se trata de identificar los micromecanismos que contribuyen al aumento de la tenacidad, y se analiza la influencia del generador de grieta en la tenacidad de fractura de los tres materiales estudiados. También, se analiza el efecto de la temperatura en los parámetros de fractura medidos para la circonia itriada, y se intenta relacionar con el comportamiento microestructural del material.

El quinto capítulo recoge las conclusiones del trabajo realizado, y las posibles líneas de trabajo futuro. Finalmente, el capítulo seis presenta las referencias bibliográficas citadas en los capítulos previos.



# FÍSICA DE LA FRACTURA EN MATERIALES CERÁMICOS

Este capítulo se inicia con una aproximación histórica a lo que ha sido la mejora de las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos. Una vez centrados temporalmente en el problema, se hace una descripción cualitativa de los mecanismos físicos conocidos que contribuyen al aumento de la tenacidad de fractura. Para terminar, se presentan de forma sucinta los modelos de caracterización en fractura habitualmente utilizados en materiales cerámicos.

### 2.1 ANTECEDENTES

Los materiales cerámicos han estado presentes en la historia del hombre desde hace milenios para fines muy diversos, desde aplicaciones puramente decorativas como las porcelanas, hasta elementos de construcción. No obstante, al contrario de lo que ocurrió con los metales, a los materiales cerámicos, y debido a su fragilidad intrínseca, nunca se les llegó a considerar como estructuralmente importantes. Las principales aplicaciones estructurales, con cierta innovación tecnológica, de los materiales cerámicos no tradicionales no pasaba a principios de siglo de su uso como material refractario en las fundiciones de los altos hornos. Fue sólo a partir de principios del siglo XX cuando por necesidad de la industria eléctrica se mejoraron ciertas propiedades mecánicas de los cerámicos (Kingery 1989). En los años veinte se consigue aumentar la resistencia mecánica de un aislante eléctrico mediante un proceso de enfibrado (Hilling 1987). Sin embargo, el aumento en la resistencia introducida por este proceso de enfibrado no fue aprovechada hasta los años treinta, en los que se consiguieron porcelanas eléctricas con resistencias a tracción proximas a los 250 MPa. Fue en los años cincuenta con la aparición de la cerámica de oxidos ( $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $BeO$ ,  $MgO$ ) cuando los materiales cerámicos empezaron a atraer el interés de un número importante de investigadores que especularon sobre su aplicación en motores de aviones, y en ambientes agresivos (altas temperaturas y ambientes corrosivos). Este hecho coincidió en el tiempo con el descubrimiento de que muchos materiales cerámicos se podían obtener en forma de

"whiskers"<sup>5</sup>, pequeñas fibras prácticamente libres de defectos que pueden soportar cargas extremadamente altas. Con éstas ideas se empezó en los sesenta a desarrollar las bases necesarias (nivel de adherencia fibra-matriz y resistencia de cada una de ellas) para obtener materiales cerámicos de alta resistencia reforzados por fibras. En paralelo se hicieron importantes progresos en el proceso de obtención y procesado, lo que mejoró de forma sustancial las propiedades de los materiales monolíticos.

Durante este periodo también se probó a utilizar hilos finos de metal para el reforzamiento de los materiales cerámicos, pero se encontró que el resultado no era beneficioso en general, ya que la gran elongación debida a la ductilidad del metal permitía a la matriz agrietarse fácilmente.

La demostración más clara de que las propiedades de los materiales cerámicos pueden mejorarse sustancialmente mediante su enfibrado fue dada por Crevelli-Visconti y Cooper (Crevelli-Visconti y Cooper 1969). Estos autores encontraron en 1969 que una matriz de vidrio de sílice reforzado con fibras de carbono presentaba una tensión de rotura de 380 MPa, cuando se ensayaba a flexión en tres puntos. Estos avances en las cerámicas reforzadas por fibras se detuvieron parcialmente a principios de los setenta debido a que simultáneamente se logró sinterizar materiales cerámicos monolíticos de alta resistencia como el nitruro de silicio, carburo de silicio, y el Si-Al-O-N. Esta parada se debió a que mientras los materiales reforzados con fibras presentan problemas para su conformado, los materiales cerámicos monolíticos son relativamente fáciles de fabricar en formas complicadas.

En 1975 los trabajos de Garvie (Garvie *et al.* 1975) dan lugar a una nueva familia de cerámicos basados en la adición de óxido de circonio. Estos materiales consiguen mejorar sus propiedades mecánicas gracias a la transformación martensítica originada por el polimorfismo (cúbico, tetragonal, y monoclinico) de la circonia ( $ZrO_2$ ) dando lugar a una expansión volumétrica (Subbarao 1981, Jiménez y Domínguez 1991) en la transformación tetragonal a monoclinica. Estos materiales cerámicos presentan resistencias a la rotura de más de 1000 MPa, y tenacidades cercanas a los 20 MPa  $m^{1/2}$  a temperatura ambiente, siendo su proceso de conformación es relativamente sencillo. Su principal inconveniente es que su uso a alta temperatura está limitado por la temperatura a la cual la transformación ocurre espontáneamente.

En los últimos quince años el avance conseguido en las propiedades mecánicas de todos los tipos de materiales cerámicos (monolíticos, con transformación tenaz, reforzados por fibras, reforzados por partículas,...) ha sido importante, pero no lo suficiente como para llegar a su utilización industrial a gran escala.

---

<sup>5</sup>En lo posible se ha tratado de trasladar al castellano los términos técnicos habitualmente utilizados en otras lenguas. Lamentablemente hay barbarismos como *whiskers*, *platelets*,... de uso muy extendido para los que no se ha encontrado una buena traducción

## 2.2 MECANISMOS DE AUMENTO DE LA TENACIDAD.

### 2.2.1 Clasificación de los mecanismos de aumento de la tenacidad

Como se comentó en el prólogo, los materiales cerámicos presentan muy buenas propiedades físicas y químicas para su uso en la industria en múltiples campos, entre los que destaca su uso como elemento estructural. El mayor reto que se presenta actualmente en la aplicación estructural de los cerámicos es superar su marcada fragilidad haciendo que su microestructura sea capaz de mostrar una resistencia al crecimiento de grietas cada vez mayor.

En los materiales cerámicos al no haber un movimiento apreciable de dislocaciones (Lawn 1993, Kingery *et al.* 1986), al menos a temperatura ambiente, no se crea una zona plastificada en el frente de grieta como sucede en muchos metales. La fractura a temperatura ambiente se producirá por clivaje una vez alcanzada la tensión necesaria para la propagación de defectos. No obstante, hay múltiples mecanismos que aumentan la tenacidad en estos materiales, y crean una zona en proceso de fractura alrededor del fondo de la grieta. Hacer una clasificación de estos mecanismos es cuando menos arriesgado ya que existen numerosos trabajos dedicados al estudio de este tema (Lawn 1993, Steinbrech 1992, Rühle y Evans 1989, Wiederhorn 1984, Mai y Lawn 1986, Clarke y Faber 1987, Swain y Rose 1984, Freiman 1988, Evans 1989), cada uno de ellos con su propio punto de vista a la hora de clasificar los mecanismos, y de especificar cómo contribuyen al incremento de la tenacidad. Además, varios mecanismos de reforzamiento pueden operar simultáneamente, de forma que separar el efecto de cada uno de ellos en la tenacidad final es difícil. En líneas generales se conviene que para los materiales cerámicos policristalinos existen al menos seis mecanismos que en mayor o menor grado contribuyen al aumento de la tenacidad (Tabla 2.1):

- 1) Transformación tenaz
- 2) Desviación del plano de la grieta
- 3) Microfisuración
- 4) Reforzamiento por fibras, *platelets*, o *whiskers*
- 5) Ligamentos resistentes (*crack bridging*)
- 6) Anclado del frente de grieta (*crack front bowing*)

Los mecanismos anteriormente citados dificultan el avance de la fisura reduciendo localmente el factor de intensidad de tensiones en el fondo de la grieta (Lawn 1993, Guiu y Stevens 1991). Esta reducción puede obedecer a dos causas. Una es que la microestructura de la grieta interactúe con el frente de grieta produciendo su anclaje o el giro del plano de la misma, con lo cual la concentración local de tensiones ya no es la máxima posible. Otra, es

que las tensiones internas originadas por la propia naturaleza del material tiendan a cerrar la grieta, oponiéndose a las tensiones externas aplicadas.

Tabla 2.1. Ejemplos de aumento efectivo máximo de la tenacidad por diferentes mecanismos en materiales cerámicos.

Mecanismo.	$\Delta K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> ).	Ejemplo de material.	Limitaciones.
Transformación tenaz.	~15-20	Mg-PSZ HfO <sub>2</sub>	$T_{m\acute{a}x} \leq 900$ K
Desviación de la grieta.	~1-3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , zafiro	Baja tenacidad.
Microfisuración.	~2-4	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZrO <sub>2</sub> Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /SiC	$T_{m\acute{a}x} \leq 1300$ K Resistencia mecánica.
Fibras.	~25-30	C/C, SiC/C SiC/SiC Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /SiC	$T_{m\acute{a}x} = ?$ Oxidación, procesado, interfases, recubrimiento.
Whiskers.	~15	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /SiC	$T_{m\acute{a}x} < 1500$ K Oxidación, interfase.
Ligamentos resistentes.	~1-2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Baja tenacidad.
Anclado de grieta.	~1-2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /ZrO <sub>2</sub> Mullita/ZrO <sub>2</sub>	Mecanismo no predominante.
Dirpersiones metálicas.	~20-25	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Al, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Ni SrB <sub>2</sub> /Fr	$T_{m\acute{a}x} \leq 1300$ K Oxidación.

Conceptualmente es interesante dividir los mecanismos de fractura en dos grupos dependiendo del cociente  $\tau/\lambda$ , donde  $\tau$  es el radio de acción del mecanismo y  $\lambda$  es la distancia entre los "refuerzos" o parámetros microestructurales. Así, distinguiremos entre *mecanismos de interacción de corto alcance*, cuando  $\tau/\lambda \leq 1$ , y *mecanismos de interacción de largo alcance*, donde  $\tau/\lambda \gg 1$ . Obtendremos que la tenacidad aparente de fractura,  $K_a$ , resultante será:

$$K_a = K_{I0} + \Delta K_I (\text{C.A.}) + \Delta K_I (\text{L.A.})$$

donde  $K_{I0}$  es la tenacidad de la matriz,  $\Delta K_I$  (C.A.) el incremento de tenacidad asociado a la interacción de corto alcance y  $\Delta K_I$  (L.A.) el incremento de tenacidad asociado a la interacción de largo alcance.

A los mecanismos de corto alcance se les puede denominar *Mecanismos de Interacción con el Frente de Grieta*. En este grupo se incluyen la desviación y giro del plano de grieta, y el anclaje de la misma. Las interacciones entre micromecanismos y frentes de grieta no es acumulativa, dando lugar por tanto a un aumento de la tenacidad pequeño. Cuando el tamaño

de la grieta es mucho menor que el tamaño de la microestructura del material, la tenacidad viene determinada por los detalles de la microestructura (tamaño de grano y frontera de grano en que esté localizada). Conforme la grieta crece, intersecciona diferentes granos y fronteras de grano, con orientaciones distintas a la del plano de grieta inicial, de forma que la tensión necesaria para que la grieta avance crecerá gradualmente hasta que tenga un tamaño suficientemente grande, para el cual la resistencia al avance de grietas será similar a la del material policristalino correspondiente. A partir de este momento la grieta puede tratarse macroscópicamente como si estuviera en un sólido homogéneo e isotrópico. Lo anteriormente descrito explicaría un comportamiento de curva-R de tipo microestructural (Rice *et al.* 1980, Rice 1981). En general, no es posible realizar la medida experimental de la curva-R asociada al efecto de la microestructura y de las interacciones de corto alcance, ya que la naturaleza no acumulativa de estos efectos hace que su contribución al aumento de la tenacidad sea muy tenue y por tanto difícil de medir.

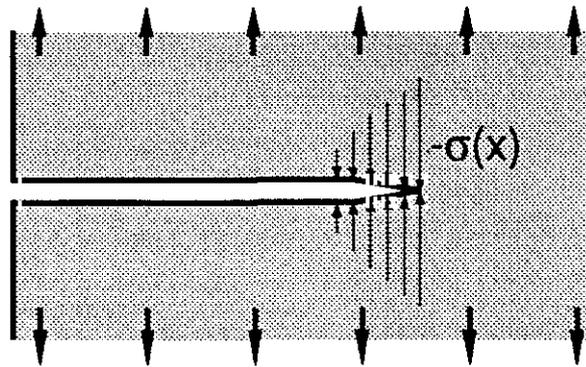


Fig. 2.1. Zona cohesiva actuando sobre la grieta.

Dentro de los mecanismos de largo alcance es útil, como veremos más adelante, clasificarlos en dos grupos principales. Uno es el de los *Mecanismos de Zona de Apantallamiento (Shielding Zone Mechanisms)*, dentro de éstos estarían incluidos la transformación tenaz, la microfisuración, el movimiento de dislocaciones,... Los llamados *Mecanismos de Apantallamiento por Contacto (Contact Shielding Mechanisms)*, o en traducción libre, *Mecanismos de Anclado de la Cola de la Grieta*. Estos incluyen el reforzamiento por partículas, fibras, *platelets*, y *whiskers*, y las tracciones sobre los labios de la grieta (*crack bridging and interlocking*), que denominaremos en adelante *Ligamentos Resistentes*.

En la descripción de la interacción de largo alcance es posible usar con muy buenos resultados (Llorca y Steinbrech 1991, Llorca y Elices 1992) una representación del sólido como un continuo, al que en vez de aplicar un modelo ideal como el de Griffith que supone tensiones infinitas en la punta de la grieta, se le aplica un modelo tipo Barenblatt-Dugdale (Elices y Planas 1989). En este modelo se supone una fuerza cohesiva (Fig. 2.1), distribuida

sobre la cola de la grieta, que se opone a las tensiones aplicadas. Microestructuralmente el modelo estaría justificado por los micromecanismos de aumento de la tenacidad que hemos visto anteriormente. Este planteamiento es particularmente satisfactorio ya que permite explicar el comportamiento de curva-R creciente (Planas y Elices 1989). Una descripción un poco más detallada de los modelos cohesivos aparece recogida en el apartado 2.3 de este capítulo.

La curva-R en estos materiales es resultado de la activación de los distintos micromecanismos de aumento de la tenacidad según va creciendo la grieta (el tamaño de la zona cohesiva va creciendo conforme la grieta se propaga en el material) hasta que alcanza un tamaño crítico (un estado estacionario en el que el tamaño de la zona cohesiva se mantiene uniforme, y se desplaza con el frente de grieta) que determina el inicio de la zona de la meseta, o asintota de la curva-R (Fig. 2.2).

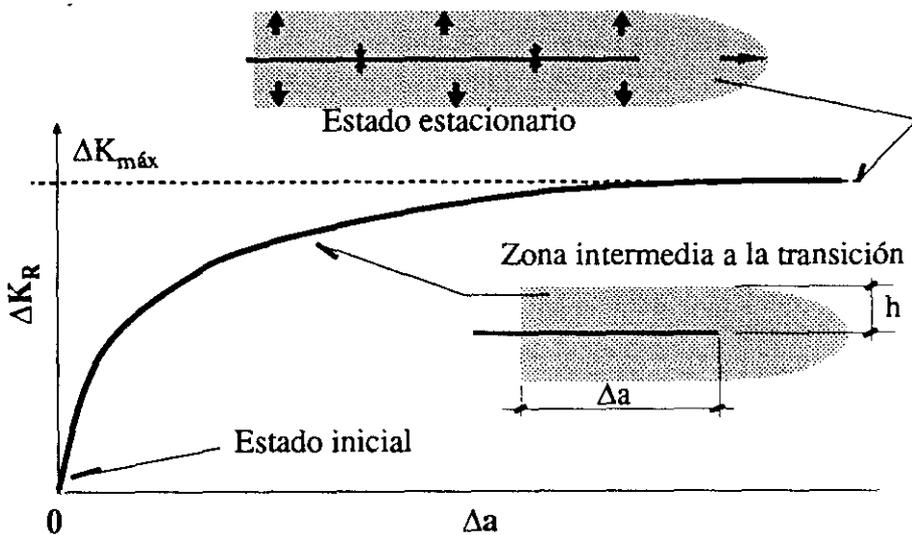


Fig. 2.2. Curva R- $\Delta a$ .

La anterior división en mecanismos de corto y largo alcance es especialmente interesante por tres motivos: el primero es que mediante la clasificación en estos dos tipos de interacciones es posible definir el tamaño de defecto a partir del cual se produce el paso de considerar al material como un sistema heterogeneo a un sistema homogeo. El segundo es que el comportamiento de curva-R asociado a cada uno de estos mecanismos sucede para una longitud comparable con el rango de la propia interacción,  $\tau$ . Como el rango de las interacciones de corto alcance es del orden de las dimensiones microestructurales,  $\lambda$ , esto explica porqué es tan difícil, cuando no imposible, observar la curva-R asociada a estos fenómenos. El último motivo, es que el efecto de las interacciones de largo alcance sobre la grieta se puede considerar como una fuerza cohesiva que tiende a cerrar la grieta, cuyo

tratamiento macroscópico se puede realizar mediante los modelos de fisura cohesiva recientemente desarrollados.

En la práctica lo que se observa es que más de un mecanismo de aumento de la tenacidad suele estar presente en cada caso, y en algunos casos la interacción entre mecanismos es beneficiosa de forma que se producen sinergias entre mecanismos y la tenacidad total es mayor que la suma del incremento de las tenacidades individuales (Budiansky *et al.* 1988). Por contra en otros casos la presencia de varios de estos mecanismos es perjudicial, no consiguiéndose el aumento de tenacidad deseado. Las interacciones entre dos o más mecanismos son desconocidas por el momento salvo en casos muy concretos (Evans y Cannon 1986).

## 2.2.2 Micromecanismos de corto alcance

### 2.2.2.1 Anclado del frente de grieta

El anclado de la grieta ocurre cuando el frente de grieta queda "pinchado" en uno o varios puntos por alguna de las inclusiones debidas a segundas fases (Fig. 2.3) o bien en la propia microestructura de la matriz de forma que las porciones del frente de grieta que no están ancladas por los obstáculos continúan su avance formando una especie de bucles entre los obstáculos, conceptualmente similar a como ocurre en el anclado de dislocaciones.

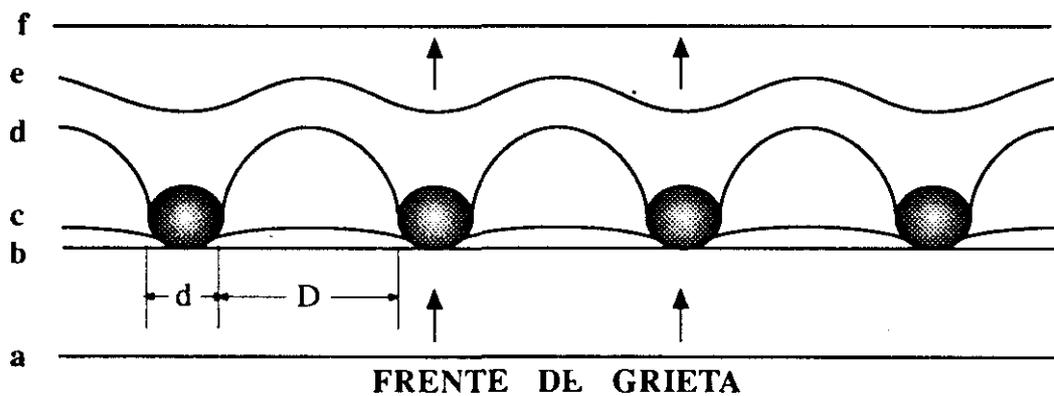


Fig. 2.3. Secuencia de anclado de la grieta por segundas fases: a) aproximación; b) intersección; c) anclado; d) coalescencia; e-f) alejamiento.

Lange en 1969 fue el primero en sugerir este comportamiento para materiales cerámicos, planteando una discusión en términos de tensión de línea de la grieta. El análisis se puede hacer suponiendo el anclado de las grietas por pequeños obstáculos impenetrables de

tamaño finito, entonces el trozo de grieta atrapado entre dos obstáculos,  $D$ , se combe, y toma una forma elíptica. Estudios más detallados para partículas no impenetrables por la grieta dan valores de energía de fractura menores. El incremento en la tenacidad depende de la fracción de partículas añadidas, y de su grado de impenetrabilidad por la grieta. En la práctica el máximo aumento de tenacidad se alcanza cuando la distancia entre partículas,  $D$ , es del tamaño de las mismas,  $d$ , y estas tienen una tenacidad muy superior a la de la matriz, siendo su fracción en volumen del orden del 25% (Wiederhorn 1984).

### 2.2.2.2 Desviación del plano de la grieta

Este es el mecanismo de refuerzo más simple en policristales. El aumento de la tenacidad es debido al cambio de orientación en la dirección de propagación de la grieta (Fig. 2.4), que además puede dar lugar a un ramificación (*branching*) en varios frentes de la grieta inicial. El plano de movimiento de la grieta puede ser girado, o torsionado por la presencia de partículas en la matriz o bien por efecto de campos de tensiones residuales muy localizados .

Las fronteras de grano y las superficies de anisotropía en policristales son fuentes de debilitamiento (de hecho la energía de fractura de éstos es la mitad aproximadamente que en monocristales). Estos serán caminos preferentes para el avance de la grieta, produciéndose la propagación de la grieta en estos planos de clivaje fácil, o a lo largo de las fronteras de grano. Al llegar a otro grano deberá producirse un cambio, al menos parcial, en su dirección de avance de la grieta, ya que los granos tienen distintas orientaciones, dando como resultado una rugosidad en la superficie de fractura proporcional al grado de desviación de la grieta.

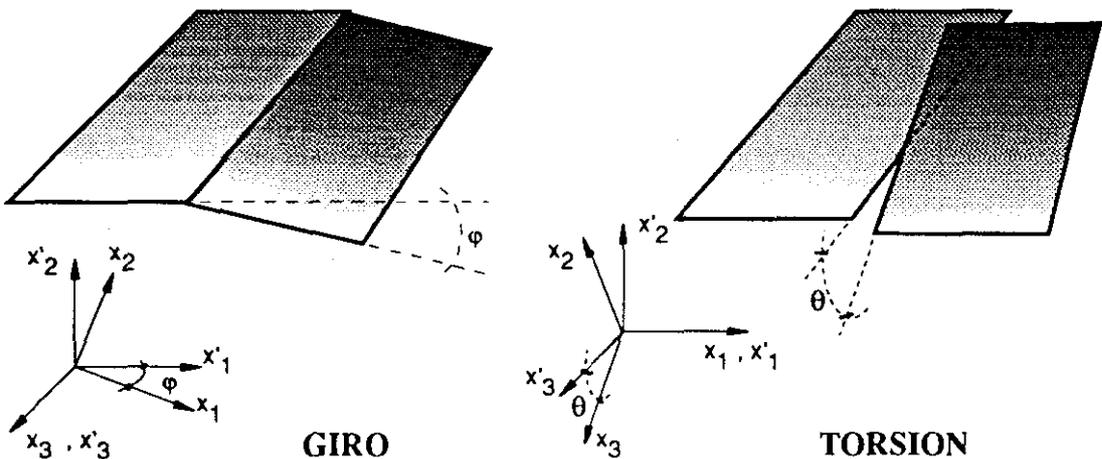


Fig. 2.4. Cambio de orientación en el plano de la grieta.

Faber y Evans (Faber y Evans 1983) han propuesto un modelo en el que se presenta el efecto de desviación de la grieta debido a distintos tipos de partículas en la matriz cerámica. En el modelo se expone que cuando una grieta que está creciendo en Modo I es desviada de

su plano de avance, el campo de tensiones aplicado sobre la grieta pasa a ser de modo mixto. Ahora el factor de intensidad de tensiones en la grieta estará formado por componentes de Modo I, Modo II y Modo III. La variación producida en la tenacidad se puede calcular considerando que el factor de intensidad de tensiones requerido para que crezca la grieta en el nuevo plano de fractura girado o torsionado respecto al original será:

$$K(\varphi) = K_{IC} \sec^2 (\varphi/2) \quad \text{en giro}$$

$$K(\theta) = K_{IC} \sec^2 (\theta) \quad \text{en torsión}$$

Para un mismo ángulo de desviación,  $\theta$ , es más efectiva la torsión que el giro simple,  $\varphi$ . El aumento de tenacidad debido a la desviación de la grieta depende sólo de la forma de la partícula y de la densidad de su distribución, pero no del tamaño de las mismas. Se puede demostrar que la eficacia de este mecanismo es máxima para partículas en forma de disco o barra con una relación 1:12 y un 10% en volumen de partículas, alcanzándose valores del doble de  $K_{IC}$ . Además, experimentalmente se ha comprobado que este mecanismo es independiente de la temperatura. En resumen, cuanto más tortuoso es el camino de la grieta mayor es el aumento de tenacidad, como era de esperar de forma intuitiva.

### 2.2.3 Interacciones de largo alcance

Las interacciones de largo alcance pueden ser consideradas como consecuencia de los procesos que ocurren alrededor del frente y en la estela de la grieta, siendo la resultante una zona de fuerzas cohesivas de compresión que tienden a cerrar los labios de la grieta. Estas tensiones de compresión pueden agruparse en dos tipos, debidas a tracciones directas entre las dos labios de la fisura (*shielding contact*), y originadas por las zonas alrededor del frente de grieta (*shielding zone*). Con éstos mecanismos se consigue que el factor de intensidad de tensiones local disminuya, produciéndose un aumento de la tenacidad aparente.

#### 2.2.3.1 Mecanismos de zona de apantallamiento

Dos procesos son los responsables de este tipo de mecanismos: la *transformación tenaz*, que resulta como consecuencia de una transformación martensítica, y la *microfisuración*, que consiste en el agrietamiento del material, por sus fronteras de grano o en el interior de los mismos, en los alrededores de la grieta principal debido al campo de tensiones creado por la fisura.

El mecanismo en ambos casos es similar (Clarke y Faber 1987). En un primer momento alrededor de la punta de la grieta habrá un volumen de material,  $V_f$  que estará sometido a una

tensión suficiente como para que se produzca la transformación tenaz o la microfisuración. Esto originará una dilatación,  $\epsilon^t$ , inducida por la transformación que expandirá el volumen que ahora será,  $V_f \epsilon^t$ ; pero como esta dilatación no se puede producir, lo que sucede es que aparece una presión sobre el frente de grieta que dificulta su avance. Esta presión corresponde a las tensiones necesarias para que la zona transformada no aumente su volumen.

En un momento posterior, al avanzar la grieta a través de la zona transformada, se produce una tensión de cierre de fisura en ambas caras de la grieta recién creada debido a la dilatación del material transformado, o microfisurado. Se crea así una tensión de compresión a lo largo de la estela de la grieta que produce un aumento de la tenacidad aparente que, como se expuso anteriormente, dependerá de la longitud de grieta (efecto curva-R), hasta alcanzar un estado estacionario. Para el caso de crecimiento de la grieta en estado estacionario el análisis de McMeeking-Evans (McMeeking y Evans 1982) conduce a una expresión del aumento del factor de intensidad de tensiones debido a procesos puramente dilatacionales, que por tanto subestiman (Swain 1984) el incremento de tenacidad aparente,

$$\Delta K = -0.22 V_f \epsilon^t E \frac{\sqrt{h}}{(1-\nu)}$$

donde  $h$  es la anchura de la zona transformada y  $\nu$  el coeficiente de Poisson (Clarke 1984). El signo negativo indica que el factor de intensidad de tensiones disminuye localmente, y que por tanto aumentará la tenacidad de fractura en una cantidad equivalente a ésta, respecto a la del material sin zona de apantallamiento,  $K_{I0}$ . Ahora el factor de intensidad de tensiones crítico es:

$$K_{IC} = K_{I0} + 0.22 V_f \epsilon^t E \frac{\sqrt{h}}{(1-\nu)}$$

En la zona en proceso de fractura, el tamaño y forma de la misma está dado por la condición de que la tensión en la región es igual a la necesaria para nuclear el proceso. En el supuesto de la transformación irreversible y completa de toda la zona, el tamaño de  $h$  (Clarke 1984) es:

$$h = \frac{\sqrt{3} (1+\nu)^2 K_{IC}^2}{\sigma_c^2 (12\pi)}$$

donde  $\sigma_c$  es la tensión hidrostática necesaria para nuclear la transformación.

### 2.2.3.1.1. Microfisuración

Este mecanismo implica la aparición de microgrietas en el campo de tensiones de la grieta principal. La microfisuración (Fig. 2.5) puede ocurrir por razones muy diversas en materiales cerámicos. Normalmente, es el resultado de las tensiones residuales presentes en el sólido después de su sinterización consecuencia de:

- i) la expansión térmico-anisótropa (TEA) que se produce en materiales de simetría no cúbica.
- ii) inclusiones de segundas fases con diferentes coeficientes de expansión térmica de la matriz.
- iii) transformación de una segunda fase.

El denominador común en todos estos casos es la presencia de tensiones residuales internas antes de generarse la grieta “macroscópica”. Este fenómeno ha sido estudiado durante los últimos treinta años, pero en pocas ocasiones ha sido detectado experimentalmente. Hoy hay indicios que indican que la microfisuración efectivamente conduce a un pequeño aumento de tenacidad.

Para explicar la forma en que las microgrietas afectan a la fisura hay tres modelos según el origen de las microgrietas:

- i) Microgrietas creadas delante y a los lados de la grieta principal debido al aumento de tensiones cerca del fondo de la grieta. La propagación de la grieta principal se hará por un proceso de unión entre ésta y las microgrietas creadas. Este proceso de aumento de la tenacidad debido a las microgrietas inducidas por el campo de tensiones de la grieta principal es similar al que veremos a continuación de la transformación tenaz (aunque los detalles físicos en ambos son bastante distintos) pues en ambos casos hay un volumen que cambia sus características mecánicas a una tensión crítica (zona de apantallamiento). La diferencia principal entre los dos mecanismos es que mientras en este caso el aumento de tenacidad va acompañado de una reducción en el módulo de elasticidad de la zona en proceso, durante la transformación tenaz esto no siempre ocurre. Esta reducción del módulo de elasticidad trae como consecuencia que la región alrededor de la zona microfisurada parezca más rígida, y que por tanto la tensión de compresión sea mayor, con el consecuente aumento de la tenacidad aparente.
- ii) Rice y Freiman (Rice *et al.* 1980) sugirieron la microfisuración como mecanismo para explicar la dependencia del tamaño de grano en cerámicos. Dado que la anisotropía termoelástica se incrementa con el tamaño de grano, el número de microgrietas aumentará con el tamaño de grano, pero llegará un

tamaño a partir del cual la tenacidad decrezca ya que las tensiones termoelásticas excederán la resistencia de fractura local del material y se producirán macrogrietas.

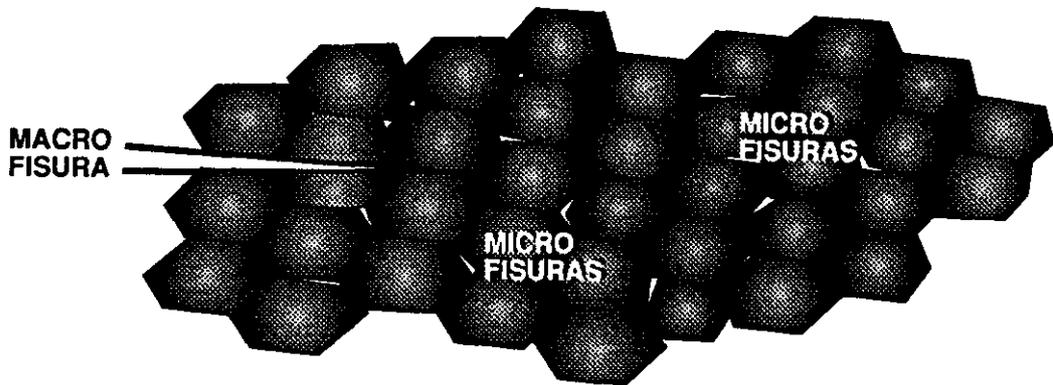


Fig. 2.5. Microagrietamiento producido alrededor del fondo de grieta.

- iii) Evans y Faber (Wiederhorn 1984) describen el efecto de la microfisuración sobre la tenacidad de fractura como contribución de los dos procesos anteriores: una disminución del módulo de elasticidad en la zona de microfractura alrededor del frente de grieta; y una dilatación de la zona microagrietada debido a las microgrietas, con las consiguientes tensiones que tienden a cerrar la grieta principal.

En el caso de las tensiones residuales consecuencia de la anisotropía termoelástica la deformación por microfisuración,  $\epsilon$ , está relacionada con el incremento de temperatura  $\Delta t$ , por  $\epsilon = \Delta\alpha \Delta t$ , donde  $\epsilon$  reemplaza a  $\epsilon^t$  en la ecuación anterior.  $\Delta\alpha$  es el coeficiente de desajuste de expansión térmica, y  $\Delta t$  es la diferencia de temperatura entre el estado inicial y el final.

#### 2.2.3.2.2 Transformación tenaz

El fenómeno de la transformación tenaz, que conlleva un aumento de tenacidad, es conocido desde los años sesenta para ciertos aceros; sin embargo, no fue hasta 1975 (Garvie *et al.* 1975) cuando se empezó a utilizar este mecanismo de reforzamiento en los materiales cerámicos. A partir de ese momento surgió toda una nueva familia de materiales cerámicos que es una de las que más interés y expectativas de aplicación práctica han suscitado. El aumento de tenacidad en este caso ocurre como consecuencia de la transformación martensítica de partículas de óxido de circonio en fase tetragonal a fase monoclinica, inducida por el campo de tensiones de una grieta.

Las características de esta transformación son:

- a) Es una transformación martensítica, y por tanto adifusional.

- b) En la transformación de la fase tetragonal (estable a alta temperatura) a la monoclinica (estable a baja temperatura) la celda unidad aumenta su volumen entre un 3 y un 5%.
- c) La temperatura de transformación espontánea puede modificarse con el uso de pequeñas proporciones de ciertos óxidos como magnesia (MgO), itria ( $Y_2O_3$ ), ceria, ( $CeO_2$ ), o calcia (CaO).

Esta última característica ha sido la base que ha propiciado el uso de éste mecanismo de refuerzo en materiales cerámicos, ya que ni la fase tetragonal ni la fase cúbica de la circonia son estables por sí mismas a temperatura ambiente. La grieta al propagarse en material lleva asociado un campo de tensiones que es máximo en la punta de la misma. Este campo de tensiones es capaz de inducir la transformación de las partículas tetragonales, metaestables a temperatura ambiente con la adición de óxidos, en una región alrededor del fondo de la grieta. El aumento de volumen asociado a la transformación martensítica genera una tensión de compresión sobre el frente de grieta que reduce localmente el factor de intensidad de tensiones, y por tanto aumenta la tenacidad. En materiales con este tipo de transformación (la matriz normalmente es circonia cúbica o tetragonal, alúmina, o mullita) se han conseguido tenacidades de hasta  $20 \text{ MPa m}^{1/2}$  a temperatura ambiente.

Los modelos de transformación tenaz hacen predicciones específicas de cómo contribuye ésta al aumento de tenacidad. Este aumento depende del criterio de transformación elegido, de la forma, y del tamaño de las partículas y de la zona a transformar. En la literatura se encuentran dos enfoques, uno basado en el análisis de las tensiones inducidas por la transformación de fase (McMeeking y Evans 1982, Heuer 1987) enunciado de forma general anteriormente. El otro enfoque corresponde a un análisis del balance de energías puestas en juego en el proceso (Marshall *et al.* 1983, Lange 1983). Estos modelos consideran una grieta con una zona totalmente transformada en sus flancos, que es el estado estacionario. Entonces, un incremento de longitud de grieta,  $\delta a$ , tendrá como efecto el transformar la zona de material que está por delante del fondo de grieta. La energía liberada en el crecimiento de grieta se supone igual a la necesaria para transformar un volumen de material de longitud  $\delta a$ , anchura  $h$ , y espesor unidad, obteniéndose que la energía liberada será:

$$\Delta G = 2 V_f \epsilon^t \sigma_c h$$

donde  $\sigma_c$  es la tensión hidrostática crítica para inducir la transformación. Esta expresión es esencialmente igual que la obtenida por el otro método para el estado estacionario, aunque los dos enfoques no son equivalentes en el estado inicial de crecimiento de grieta (Swain y Rose 1984). Asimismo, estos modelos predicen que el estado estacionario se alcanzará para un aumento de la longitud de la grieta de cinco veces la anchura de la zona transformada. La existencia del comportamiento de curva-R es una consecuencia natural de estos modelos.

Para entender el mecanismo de aumento de la tenacidad debido a la fase tetragonal es interesante considerar el balance termodinámico de la energía libre  $\Delta G^{t \rightarrow m}$ , de la transformación tetragonal  $\rightarrow$  monoclinica:

$$\Delta G^{t \rightarrow m} = (T - M_s) \Delta S$$

donde  $T$  es la temperatura de ensayo,  $M_s$  la temperatura a la cual se produce la transformación  $t \rightarrow m$  espontáneamente ( $\Delta G^{t \rightarrow m} = 0$ ), y  $\Delta S$  es el incremento de entropía asociado al cambio. La base microestructural de diseño en estos materiales es el control de la energía libre  $\Delta G^{t \rightarrow m}$  a través de la concentración de óxido estabilizador. Esto afecta al valor de la temperatura  $M_s$  a la cual la transformación empieza espontáneamente. Así, cuando  $T > M_s$ , la transformación no ocurre, mientras que si  $T < M_s$ , la transformación ocurre autocatalíticamente. El aumento de tenacidad alcanza su máximo cuando la temperatura  $T$  disminuye hasta un valor muy cercano a la temperatura  $M_s$  (Evans 1989), ya que en éste caso la tensión,  $\sigma_c$ , necesaria para iniciar la transformación es mínima. La transformación tenaz no afecta sólo al aumento de tenacidad sino también a la resistencia al crecimiento lento de grietas (Becher 1986). Añadiendo circonia parcialmente estabilizada (PSZ) a una matriz de alúmina, la curva velocidad de crecimiento de grieta frente a  $K_{Ic}$  se desliza hacia valores mayores del  $K_{Ic}$ , lo cual implica que la transformación tenaz se inicia para valores por debajo del  $K_{Ic}$ .

Para confirmar estos modelos, que implican una zona de anchura  $h$  transformada alrededor del fondo de grieta, se han realizado observaciones mediante microscopía electrónica de transmisión, técnicas de difracción de rayos X y espectroscopía Raman (Martinez *et al.* 1991, Dadkhah *et al.* 1991). Los resultados han sido diversos, y mientras la microscopía de transmisión presenta problemas por el uso de las láminas delgadas, los otros dos métodos han dado valores que parecen coherentes con los modelos (Clarke y Faber 1987). El análisis de la zona transformada revela que el aumento de tenacidad debido a la transformación tenaz puede atribuirse mayormente, pero no por completo, a la dilatación en la zona transformada, cuya forma y tamaño está determinada por un valor crítico del campo de tensiones en el fondo de grieta. Los mecanismos responsables del resto de aumento de tenacidad son varios: microfisuración, desviación de la grieta, y efectos de ligamentos resistentes.

### 2.2.3.2 Mecanismos de anclado en la cola de la grieta

Estos mecanismos de interacción de largo alcance aumentan la resistencia a fractura de las matrices mediante la unión de los labios de la fisura por trozos de ligamento que hacen de *puentes* entre las dos superficies de la grieta (Becher *et al.* 1988). Estos *puentes* al ser sometidos a carga actúan restringiendo la apertura de la grieta, y por tanto crean unas fuerzas cohesivas de cierre. Este fenómeno, debido a partículas, fibras, *whiskers*, *platelets*, o

ligamentos sin romper, puede actuar sobre un amplio intervalo de escalas de interacción que van desde la desviación y anclado de la grieta a nivel del tamaño de grano, fibras de refuerzo, o las partículas dúctiles del metal (interacción de corto alcance), hasta la zona en proceso de fractura detrás del frente de grieta (interacción de largo alcance).

En este caso, el comportamiento de curva-R aparece debido a que cuando la grieta es corta son pocos los ligamentos que *cosen* la grieta. Según la fisura se va propagando aumenta el número de estos ligamentos, lo que contribuye a aumentar la tenacidad, hasta alcanzar la asíntota de la curva-R, que corresponde a las condiciones de estado estacionario. Esta situación se alcanza cuando los ligamentos más lejanos de la punta de grieta empiezan a romperse y el número de los que quedan sin romperse permanece constante, independientemente de la longitud de la grieta, cuando la fisura se propaga por el material. La presencia de un comportamiento de curva-R tan marcado hace que estos mecanismos de refuerzo sean muy usados en aplicaciones técnicas donde la tolerancia a los defectos es necesaria.

Del cálculo de la contribución de este fenómeno al aumento de tenacidad en estado estacionario (Evans y Cannon 1986) para el caso en que la zona de embrizado (distancia entre fibras, ligamentos,...)  $D$  es pequeña comparada con la longitud de la grieta, se obtiene que:

$$\Delta K = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \int_0^D \frac{\sigma_a f \sigma_b(x)}{\sqrt{x}} dx$$

$f$ : fracción de plano de grieta conteniendo puentes

$\sigma_b(x)$ : tensión normal sobre el ligamento.

$\sigma_a$ : tensión crítica de rotura del ligamento.

### 2.2.3.2.1 Reforzamiento por fibras

El reforzamiento de materiales por fibras ha sido una práctica común en materiales metálicos y poliméricos. Desde hace poco se viene intentando la aplicación de este tipo de refuerzo a materiales cerámicos con resultados espectaculares. Mientras un vidrio puede llegar a tener una tenacidad de  $1 \text{ MPa m}^{1/2}$  y un policristal de SiC es de  $2 \text{ MPa m}^{1/2}$ , la tenacidad del mismo material enfibrado puede llegar hasta cerca de los  $25\text{-}30 \text{ MPa m}^{1/2}$ .

En estos materiales el aumento de tenacidad se produce primordialmente por efecto del arranque (pull-out) de las fibras. El análisis de la fractura en éstos materiales es muy complejo debido a la gran cantidad de factores que influyen en el mismo: fuerza de unión matriz-fibra, tenacidad y tensión de rotura relativa de la matriz y las fibras, densidad de las fibras, espaciado y tamaño de las mismas. Lo que sí está claro en todo este problema es que el

aumento de tenacidad y reforzamiento sólo se consigue cuando la unión fibra-matriz es relativamente débil.

El avance de la grieta en los materiales enfibrados se puede describir como sigue (Fig. 2.6): (a-b) la grieta se propaga por la matriz sin romper debido a las tensiones generadas por la carga exterior aplicada. (c) Las fibras en su camino producen una desviación de la grieta a través de la fibra-matriz, avanzando por la interfase. (d) Al crecer la grieta aumenta la delaminación de las fibras, de forma que éstas son libres para deslizarse en la matriz (ya que se han despegado) produciendo una cierta fricción. (e) Si la grieta crece aún más las fibras alcanzan su tensión de rotura y se rompen, o bien, en el caso de fibras cortas, la fuerza de tracción es suficiente como para superar la fricción y las fibras son extraídas de la matriz. De esta forma la tensión soportada por las fibras realiza una fuerza de cierre de la grieta, reduciendo las tensiones en la misma y aumentando por tanto la tenacidad del material.

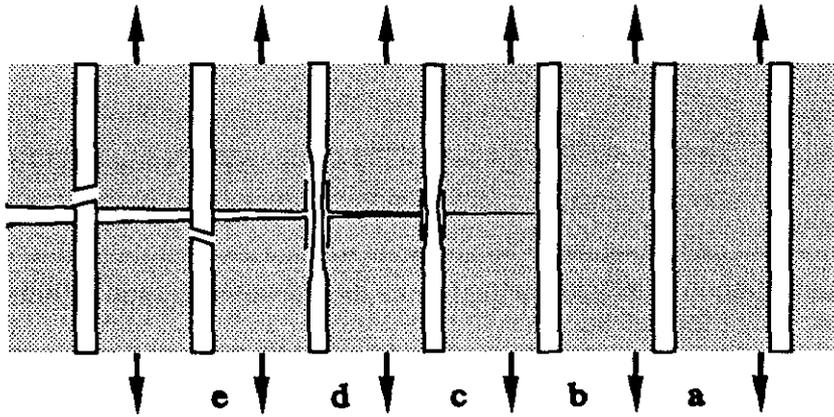


Fig. 2.6. Secuencia de progreso de las grietas a través de las fibras.

Una complicación añadida al análisis del proceso de rotura de fibras es que estas tensiones generan una variación estadística de su resistencia, por tanto rompen en cualquier punto de su longitud y no necesariamente entre las caras de la grieta, lo cual facilitaría el análisis. Normalmente, los materiales compuestos cerámicos están fabricados con fibras que tienen una deformación mayor que la matriz con el fin de permitir que la grieta avance perpendicularmente a las fibras tensionadas. Por otra parte, la carga máxima que puede soportar la matriz determina el punto a partir del cual ésta ya no puede proteger a las fibras del ataque ambiental (corrosión y oxidación).

Marshall (Marshall *et al.* 1985) analizó el efecto de las fibras sobre las fuerzas de cierre de la grieta, basándose en el efecto de las fibras despegadas y traccionadas sobre la tenacidad del material. Un análisis simplificado nos permite considerar que la fuerza  $F$  que soporta cada fibra cargada, está determinada por la tensión de la fricción  $\tau_i$  entre fibra y matriz. El área,  $A$ , de contacto fibra-matriz viene dada por  $A = \pi D(l-w)$ , donde  $D$  es el diámetro de la fibra,  $w$  la

apertura de grieta, y  $l$  la longitud promedio de la fibra embebida en la matriz. Si la densidad de fibras por unidad de área que intersecta la superficie de grieta es  $\rho$ , la tensión de cierre de grieta será:

$$\sigma(w) = \tau_i A \rho = \tau_i \rho \pi D (l-w)$$

lo cual, en primera aproximación, permite dar un aumento de la tenacidad (Wiederhorn 1984) en el estado estacionario (meseta de la curva-R)

$$\Delta K = \tau_i A \rho = \tau_i \rho \pi D (l-u)$$

donde  $\lambda$  es la longitud de la zona en proceso de fractura.

Aunque este resultado sugiere que una tensión de rozamiento interfacial elevada sería adecuada para conseguir un aumento de la tenacidad, valores muy altos de  $\tau_i$  conllevan que la tensión de tracción en las fibras aumente, y se rompan a la par que la matriz no originándose el reforzamiento deseado. Lamentablemente, por el momento el conocimiento de las fricciones interfaciales generadas es pequeño, y su medida experimental resulta muy difícil.

#### 2.2.3.2.2 Ligamentos resistentes.

Este mecanismo propuesto por Swanson (Swanson *et al.* 1987) se basa en las tracciones que se producen entre los labios de la fisura, y que pueden ser de dos tipos según su origen: fricción por entrelazamiento de los granos en la superficie de fractura, y unión mediante granos o partículas de segunda fase en la estela de la grieta (Fig. 2.7). Se observa que cuando un material cerámico policristalino se rompe, su superficie de fractura suele ser una mezcla de fractura intergranular y transgranular, lo que es consecuencia de que el avance del frente de grieta no se produce de forma homogénea sino que hay zonas de unión entre labios de la fisura por detrás del frente de grieta.

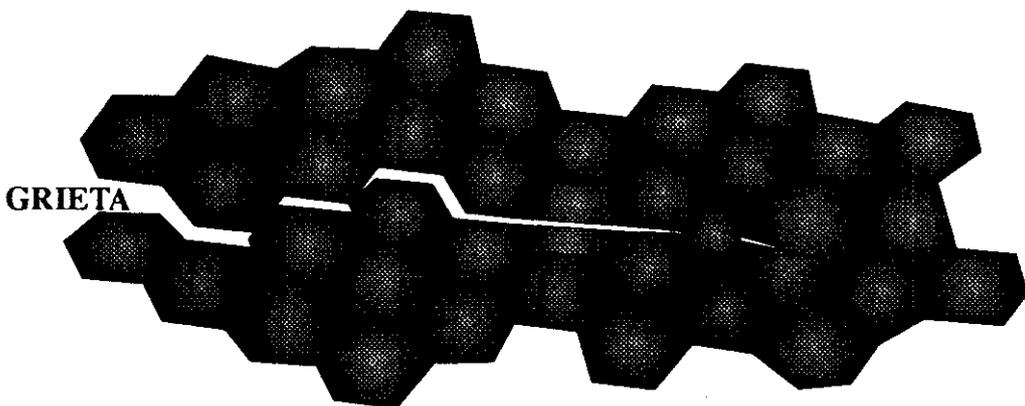


Fig. 2.7. Ligamentos resistentes en el proceso de fractura del material.

El proceso físico de fractura en este caso es el siguiente: para tamaños de grieta pequeña la probabilidad de intersectar un grano grande es reducida, y la tenacidad vendrá dada por las fronteras de grano. Según crece la grieta, la probabilidad de encontrar un grano grande sin romper que actúe como ligamento en el plano de grieta aumenta. Los granos sin romper crean una zona cohesiva que disminuye la tensión sobre el fondo de la fisura, lo que incrementa la tenacidad aparente del material, dando lugar a un comportamiento de curva-R. Cuando los granos más alejados del frente de grieta que actúan como ligamento empiezan a romperse, al alcanzar su tensión de rotura, lo hacen de forma transgranular, y la grieta avanza hasta el siguiente grano interpuesto en su plano de avance. Este modelo da respuesta a la observación de zonas de fractura transgranular y zonas intergranulares en una misma superficie de fractura.

#### 2.2.4 Aumento de la tenacidad a alta temperatura

En contraste con la fractura a baja temperatura, donde la física del proceso es entendida en líneas generales, a alta temperatura la fractura de cerámicos no está bien caracterizada todavía. Los estudios disponibles muestran que la fractura a alta temperatura viene acompañada, en general, de deformaciones permanentes, y presenta una fuerte dependencia de la temperatura, la velocidad de deformación, y de la microestructura<sup>6</sup> (Rief y Kromp 1988). La deformación permanente es debida a procesos de fluencia, y puede tener un gran número de formas, en gran parte debido a su dependencia de la microestructura. Por ejemplo, para materiales monofásicos de tamaño de grano pequeño y gran pureza, hay flujo de dislocaciones y procesos difusionales como en metales, mientras en cerámicos polifásicos conteniendo una fase que se deforma mucho más fácilmente que la otra, o con fases vítreas, se produce un flujo plástico (Bravo-León *et al.* 1990, Dalgleish *et al.* 1984). Dentro de la deformación por fluencia a alta temperatura se encuentran varios tipos (Artz *et al.* 1980, Evans y Rana 1980, Thougless *et al.* 1983, Lange *et al.* 1980):

- Deformación viscoelástica, consistente en deslizamientos bloqueados por la rugosidad en las fronteras de grano.
- Deformación por difusión en los constituyentes del material.
- Deformación por cavitación debida al deslizamiento entre granos.
- Deformación por movimiento de dislocaciones.

Una diferencia importante entre la fractura a alta temperatura, y el comportamiento frágil a temperaturas inferiores, es la iniciación y nucleación de grietas. En el régimen de

---

<sup>6</sup>La excepción es la fractura a velocidades de deformación muy elevadas donde el flujo plástico no puede entrar en acción y el comportamiento es eminentemente elástico.

rotura frágil, las condiciones de propagación e inestabilidad de las grietas están bien definidas. Por contra, a alta temperatura la rotura puede tener como origen una grieta, o bien crearse a partir de una zona muy dañada. La rotura puede ocurrir por acumulación de daño en ciertas regiones, o a partir de fisuras pre-existentes.

Una de las conclusiones más importantes en la rotura en fluencia de cerámicos a alta temperatura es que la fluencia obedece la Ley de Monkman-Grant (Raj 1989, Robertson *et al.* 1991) que relaciona el tiempo hasta fractura,  $t_f$ , con la velocidad de deformación mínima en fluencia,  $\epsilon_m$ :

$$\log t_f + m \log \epsilon_m = \text{cte}$$

siendo  $m$  una constante, y que funciona como con la mayoría de metales y aleaciones. No obstante esta relación debe probarse todavía para una amplia variedad de materiales cerámicos y condiciones de ensayo.

De los mecanismos de aumento de la tenacidad expuestos en los apartados anteriores son los que implican el anclado de la cola de la grieta (por ligamentos resistentes, whiskers, platelets, y/o fibras) los que parecen tener más expectativas de uso a alta temperatura (Ohji *et al.* 1991), ya que la transformación tenaz de las partículas de circonia deja de ser efectiva a partir de cierta temperatura a la que la transformación monoclinica  $\rightarrow$  tetragonal<sup>7</sup> se produce (Becher y Feber 1987, Claussen 1985, Masaki 1986). Temperaturas más elevadas se podrían alcanzar usando hafnia en lugar de circonia, ya que en este caso la transformación ocurre a temperaturas relativamente más altas (alrededor de 1620 °C), o quizás por algún compuesto con transformación martensítica aún por descubrir. En cualquier caso, la temperatura máxima de uso estará limitada por la temperatura a la cual las partículas constreñidas por la matriz se relajan debido al flujo plástico, efecto que limita de igual forma el aumento de la tenacidad por microfisuración.

El anclado y la desviación del plano de grieta siguen siendo operativos, pero su contribución al aumento de la tenacidad es muy pequeña. No obstante, nuevos mecanismos de aumento de la tenacidad aparecen con el incremento de la temperatura. Uno es el enromamiento del fondo de la grieta por fenómenos plásticos (procesos difusionales, movimiento de dislocaciones, y flujo viscoso de fases vítreas) como se ha expuesto anteriormente. Otro es el debido a la fuerza transferida entre los labios de la grieta a través de los ligamentos de las fases vítreas, y un tercero, es la tensión de compresión que puede crear la aparición de cavidades en la región que rodea el fondo de grieta, de forma similar a como ocurre a temperatura ambiente con la microfisuración. La activación de estos nuevos

<sup>7</sup>Entre 300 y 1200°C dependiendo de las condiciones del óxido estabilizante.

mecanismos hace que en algunos casos el comportamiento mecánico a alta temperatura sea mejor que a temperatura ambiente (Torrecillas 1990, Knickerbocker *et al.* 1984).

## 2.3 MODELOS DE FRACTURA EN MATERIALES CERÁMICOS

### 2.3.1 Tensión de rotura. Teoría clásica de agotamiento

El comportamiento aparentemente frágil de los materiales cerámicos se caracteriza por tener poca deformación plástica antes de su rotura en tracción. Por tanto estos materiales no presentan un parámetro análogo a la tensión de cedencia (*yield strength*), similar a como ocurre en metales, y tienen una tolerancia relativamente baja a la presencia de defectos.

El estudio de la fractura en estos materiales se realizó en un principio atendiendo solamente a la *tensión de rotura*,  $\sigma_c$ , que se consideró como una propiedad del material. Dado que la medida experimental de esta magnitud presenta una gran dispersión (debido al acabado de las superficies, alineamiento del dispositivo de ensayo, diferencias en la densidad y el tamaño de grano de una hornada a otra del material, ...), se desarrollaron aproximaciones basadas en el modelo estadístico de Weibull (Weibull 1951, Evans 1978, Davidge 1986) para poder establecer criterios de diseño. No obstante, y aunque en los estadios iniciales se considerase la tensión de rotura como una propiedad del material, experimentalmente se ha encontrado que hay una dependencia con el tipo y el tamaño de probeta (Elices y Planas 1992, Planas y Elices 1989, Rice 1980), que no puede justificar el modelo de Weibull (Bazant *et al.* 1991). Ésto muestra que esta magnitud no debe utilizarse como una propiedad del material.

### 2.3.2 Tenacidad de fractura. Mecánica de fractura elástica lineal

Lo expuesto anteriormente propició la aplicación de la Mecánica de Fractura en régimen Elástico y Lineal (MFEL) al análisis del comportamiento de los materiales cerámicos (Elices 1992). Esta teoría predice que en un material sometido a una tensión remota  $\sigma$ , las tensiones y las deformaciones en el fondo de una grieta de longitud  $a$ , están relacionadas mediante un factor de proporcionalidad de carácter universal llamado *factor de intensidad de tensiones* (FIT). Este factor de proporcionalidad puede entenderse como un parámetro que caracteriza la deformación en el fondo de fisura, y que toma la siguiente expresión:

$$K = Y \sigma \sqrt{a}$$

donde  $Y$  es un factor de corrección debido a la geometría (Elices 1992).

En estas condiciones la grieta se propagará cuando el factor de intensidad de tensiones  $K$ , alcance un valor crítico  $K_{IC}$ , o *tenacidad de fractura*. Este valor crítico se considera dentro de la teoría como una propiedad del material que define la resistencia a la propagación de grietas. Una formulación equivalente se puede hacer en términos de *tasa crítica de liberación de energía*,  $G_C$ , o *fuerza de crecimiento de grieta*,  $G$ , relacionada con el factor de intensidad de tensiones por la clásica relación de Irwin:

$$G = \frac{K^2}{E'}$$

donde  $E'$  es el módulo de elasticidad generalizado ( $E' = E/(1-\nu^2)$  para deformación plana, y  $E' = E$  para estados de tensión plana).

Usando la MFEL, el efecto del tamaño de la probeta sobre la tensión de rotura puede explicarse, ya que para un material con tenacidad de fractura  $K_{IC}$ , la tensión de rotura será:

$$\sigma_c = \frac{K_{IC}}{Y \sqrt{a}}$$

expresión que explica la dependencia del módulo de rotura con el tamaño de grieta.

Las ventajas del uso de MFEL son evidentes:

- 1) Suministra una relación entre tensiones aplicadas, tamaño del defecto crítico, y comportamiento en fractura.
- 2) Permite una caracterización detallada del material en función de la severidad de los defectos (forma, tamaño, orientación, y distribución).
- 3) Analiza condiciones de carga complejas.
- 4) Incluye un análisis para el crecimiento subcrítico de grietas.

### 2.3.3 Energía de fractura. Modelos de fractura no lineales

Aunque la aplicación de la MFEL a la caracterización de estos materiales supuso un gran avance respecto a la situación anterior, tampoco esta teoría explica satisfactoriamente el comportamiento de todos los materiales cerámicos (sobre todo de aquellos que presentan mecanismos de interacción de largo alcance —apartado 2.2.3 de este capítulo— y tenacidades más elevadas). La limitación de este modelo aparece debido a que experimentalmente se ha detectado una dependencia de la tenacidad de fractura con el tipo y tamaño de la probeta (Bazant y Mohamamd 1990, McKinney y Rice 1981, Buresch 1978), con lo que dejaría de

poder considerarse una propiedad del material, como ocurrió con la tensión de rotura. Esto ha inducido al desarrollo de nuevas teorías de fractura de tipo no lineal que tienen en cuenta la influencia de la zona de fractura, evitando las singularidades alrededor del fondo de la grieta inherentes a la MFEL. Los modelos de fractura no lineal se pueden dividir en dos grupos (Planas y Elices 1989): *Modelos de Fractura Elástica Lineal Modificada*, y *Modelos de Fractura Progresiva*.

Los modelos de fractura elástica lineal modificada (Elices y Planas 1992, Planas y Elices 1990, Planas y Elices 1991) conservan la descripción de una fisura que no transmite tensiones entre sus caras, con un extremo bien definido, que avanza en un medio elástico isótropo. Sin embargo difieren de la MFEL en las condiciones de crecimiento e inestabilidad de grieta. Entre estos modelos se encuentra el *Modelo de Dos Parámetros de Shah* (Jenq y Shah 1985), *Modelo de Karihaloo* (Nallathambi y Karihaloo 1989), los *Modelos de Extensión Efectiva Crítica*, y las *Aproximaciones de Curva R*, y *Curva R-CTOD*.

En los modelos de fractura progresiva, el comportamiento del material es contemplado globalmente desde su estado inicial, sin fisurar, hasta la rotura completa. Estos modelos proponen una relación constitutiva de tensión-deformación con ablandamiento (donde a partir de cierto valor de la deformación el material presenta una rigidez negativa), acompañada de un criterio de localización de la deformación. Los modelos de fisuración progresiva pueden clasificarse esencialmente en tres subgrupos: *Modelos de Fisura Cohesiva*, *Modelos de Fisuración en Banda*, y *Modelos No Locales*.

Los modelos no locales representan el más alto grado de sofisticación y complejidad. En ellos la evolución de las tensiones en cualquier punto depende de las deformaciones, no en un sólo punto, sino de todos los puntos situados en un contorno alrededor del punto en cuestión (no localidad). Este planteamiento introduce una gran complejidad en el cálculo, que es su mayor limitación (Bazant *et al.* 1984, Bazant 1986, Bazant *et al.* 1987).

Los modelos de fisuración en banda (Elices 1988, Bazant 1986, Bazant y Oh 1983, Rots *et al.* 1985) suponen que la localización ocurre en una banda de ancho determinado, cuya deformación es constante en dirección transversal (criterio de localización). La relación de ablandamiento se establece entre la tensión y la deformación en la banda. El ancho de la banda, que es una característica del material, se toma habitualmente como varias veces al tamaño máximo del grano. Estos modelos pueden verse como una simplificación numérica de los modelos no locales.

En los modelos de fisura cohesiva (Hillerborg *et al.* 1976, Hillerborg 1985) se considera que la grieta puede transmitir tensiones entre sus dos caras. Estas tensiones dependen de los desplazamientos entre los labios de la fisura. Estos modelos son equivalentes (aunque con

formulación matemática distinta) a los modelos de fisura en banda, donde el espesor de la banda queda reducida a cero, que es el espesor de una fisura.

La idea de una fisura capaz de transmitir tensiones entre sus labios es un concepto relativamente antiguo (Dugdale 1960, Barenblatt 1962), que se ha revelado simple conceptualmente. Estos modelos permiten describir el comportamiento de materiales como los cerámicos, las rocas, y el hormigón, que presentan una zona en proceso de fractura con mecanismos de aumento de la tenacidad como los descritos en el apartado 2.2.

Las hipótesis básicas de los modelos de fisura cohesiva son:

1. El material fuera de la zona de fractura se comporta como elástico y lineal, de forma que se simplifica el modelo, centrando el interés en la zona de fractura.
2. Para la zona de fractura se supone una fisura capaz de transmitir tensiones entre sus labios (Fig. 2.8) según una función que relaciona estas tensiones  $\sigma$ , con la separación entre caras de la grieta,  $w$ . A esta función se la conoce como *curva de ablandamiento* (Fig. 2.9), y es una característica intrínseca para cada material. Esta función tiene un valor inicial igual a la resistencia a tracción  $\sigma_t$  (condición de continuidad de tensiones en el fondo de la grieta) que decrece según aumenta la separación entre labios de la fisura hasta hacerse cero, momento en que tendríamos una grieta clásica que no transfiere tensiones.

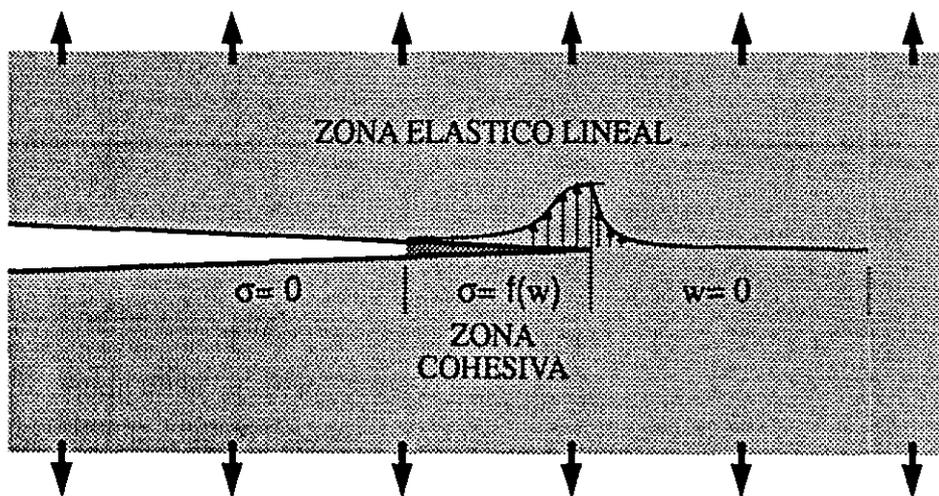


Fig. 2.8. Fisura cohesiva.

3. Esta formulación con ablandamiento debe ir acompañada de un criterio de localización, que en este caso es la fisura cohesiva, pues de otro modo puede suceder que la fractura se concentre en una zona de volumen nulo, no produciéndose disipación de energía (Elices y Planas 1992). El criterio de

localización aparece así como una condición que preserva la consistencia del modelo.

Consecuencia de estas hipótesis surge la *energía específica de fractura*  $G_F$ , como magnitud claramente diferenciada de la tasa crítica de liberación de energía,  $G_C$ , de la fractura elástica lineal. Esta energía específica de fractura se puede interpretar como el área bajo la curva de ablandamiento (Fig. 2.9), esto es, la energía promedio por unidad de área necesaria para propagar completamente una fisura (material completamente roto), que viene dada por:

$$G_F = \int_0^{\infty} \sigma(w) dw$$

La energía así definida es una propiedad del material dado que lo es la curva de ablandamiento. A partir de este planteamiento es posible demostrar (Planas y Elices 1986) que la energía de fractura  $G_F$ , así definida tiende al valor de  $G_C$ , tasa crítica de liberación de energía en MFEL, cuando el tamaño de la zona cohesiva es muy pequeño comparado con cualquiera de las dimensiones iniciales de la probeta, incluida la longitud de grieta inicial. Adicionalmente, partiendo de estos modelos se puede recuperar la MFEL mediante considerando una fisura cohesiva cuya curva de ablandamiento sea una  $\delta$  de Dirac, de modo que los valores de la resistencia a tracción ( $\sigma_t$ ) y la apertura ( $w_C$ ) tiendan respectivamente a infinito y cero.

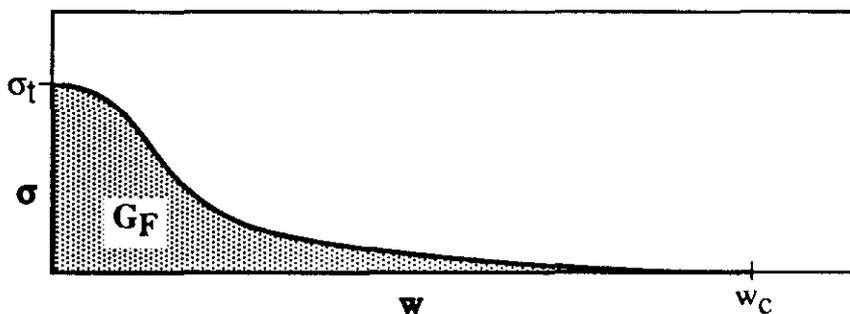


Fig. 2.9. Curva de ablandamiento.

### 2.3.4 Comportamiento de curva R

El concepto de curva  $R-\Delta a$  (Fig. 2.2), que corresponde al aumento de  $K_{IC}$  con la longitud de grieta, es un comportamiento bien conocido en metales. Durante mucho tiempo se pensó que para materiales cerámicos, con un comportamiento eminentemente frágil, este concepto no resultaba útil ya que la correspondiente curva-R era una función escalón, y sólo presentaba un interés académico. Ha sido a partir del desarrollo de los nuevos métodos de aumento de

tenacidad (apartado 2.2.3), que permiten obtener materiales que presentan una gran extensión de grieta, y una mayor tenacidad de fractura aparente, cuando este parámetro ha tomado interés en los materiales cerámicos (Steinbrech 1990, Wieninger *et al.* 1986, Sakai *et al.* 1988, Vekinis *et al.* 1990, Ekkehard *et al.* 1991). El comportamiento de curva-R puede interpretarse como resultado de la activación de los distintos micromecanismos según va creciendo la grieta hasta que alcanza un tamaño crítico, estado estacionario, a partir del cual no aparecen nuevas contribuciones al aumento de la tenacidad. Este punto determinaría el inicio de la zona de la meseta, o asíntota de la curva  $R-\Delta a$  (Fig. 2.2).

El interés por encontrar materiales que presenten este comportamiento de curva R reside en que permitiría un crecimiento estable de la grieta, sin provocar la rotura catastrófica, y por tanto una mejor tolerancia a defectos de fabricación. De hecho, en los últimos años se ha tratado de maximizar este comportamiento de curva R, sobre todo mediante materiales reforzados por fibras o con transformación tenaz, en un intento de mejorar la tolerancia a los pequeños defectos que pueden presentar los materiales cerámicos.



# CARACTERIZACIÓN EN FRACTURA DE LOS MATERIALES CERÁMICOS

Este capítulo constituye el núcleo central de esta tesis y presenta todos los resultados experimentales obtenidos. Se inicia haciendo una revisión de los métodos de medida de la tenacidad en materiales cerámicos, lo que da lugar a una posterior comparación experimental. Las conclusiones obtenidas en estos experimentos, llevan a desarrollar un nuevo dispositivo experimental que permite realizar ensayos estables en todo tipo de materiales cerámicos. Este dispositivo se adapta para su uso a alta temperatura. El capítulo se cierra con los resultados de la aplicación de la nueva técnica propuesta a la caracterización en fractura de un material cerámico.

### 3.1 MATERIALES UTILIZADOS

Para la comparación de los métodos de determinación de la tenacidad de fractura se han utilizado dos materiales cerámicos bien conocidos, alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de 99.7% de pureza, y circonia ( $\text{ZrO}_2$ ) parcialmente estabilizada con un 8.5% molar de magnesia ( $\text{MgO}$ ). A este último material se le suele designar en acrónimos como Mg-PSZ, correspondientes al inglés *Partially Stabilized Zirconia*. La elección de estos dos materiales, y no otros, se debe a que están muy bien documentados en la literatura científica, y tienen grandes posibilidades de aplicación práctica tanto presentes como futuras. Además presentan tenacidades muy diferentes (la alúmina relativamente baja, y la circonia bastante más elevada), y micromecanismos de aumento de la tenacidad en principio distintos.

#### 3.1.1 Circonia parcialmente estabilizada con magnesia

La circonia parcialmente estabilizada es una circonia que no tiene suficiente aditivo estabilizante (8.5% molar de magnesia,  $\text{MgO}$ , en nuestro caso) como para alcanzar el 100% de fase cúbica a temperatura ambiente. Este material está formado por granos relativamente

grandes (de unas 50  $\mu\text{m}$ ) de circonia cúbica que contienen precipitados submicrónicos de circonia tetragonal, coherentes con la matriz, tanto en posiciones intergranulares como transgranulares. Los precipitados son de forma elíptica, con proporción entre ejes 1:5, orientándose el eje menor de los precipitados a lo largo de ejes cúbicos  $\langle 001 \rangle$  de la matriz (Evans y Cannon 1986). Con la cantidad de estabilizante utilizada, aparece del orden de un 35 a un 45% de fase tetragonal, una pequeña cantidad de fase monoclinica, alrededor del 5%, y el resto es la matriz de fase cúbica.

La transformación de la fase tetragonal a monoclinica introduce en general incoherencia, y causa la formación de un pequeño número de planos de maclado de tipo [001], que en este tipo de materiales suelen coincidir con el eje menor del precipitado. Esta transformación, como ya se dijo, produce un aumento de volumen de un 3 a un 5%. La deformación de cizalla asociada a cada uno de los planos de maclado es mucho mayor, del orden del 14%, pero como en cada precipitado hay varios planos de maclado, el resultado de la deformación total es relativamente pequeño.

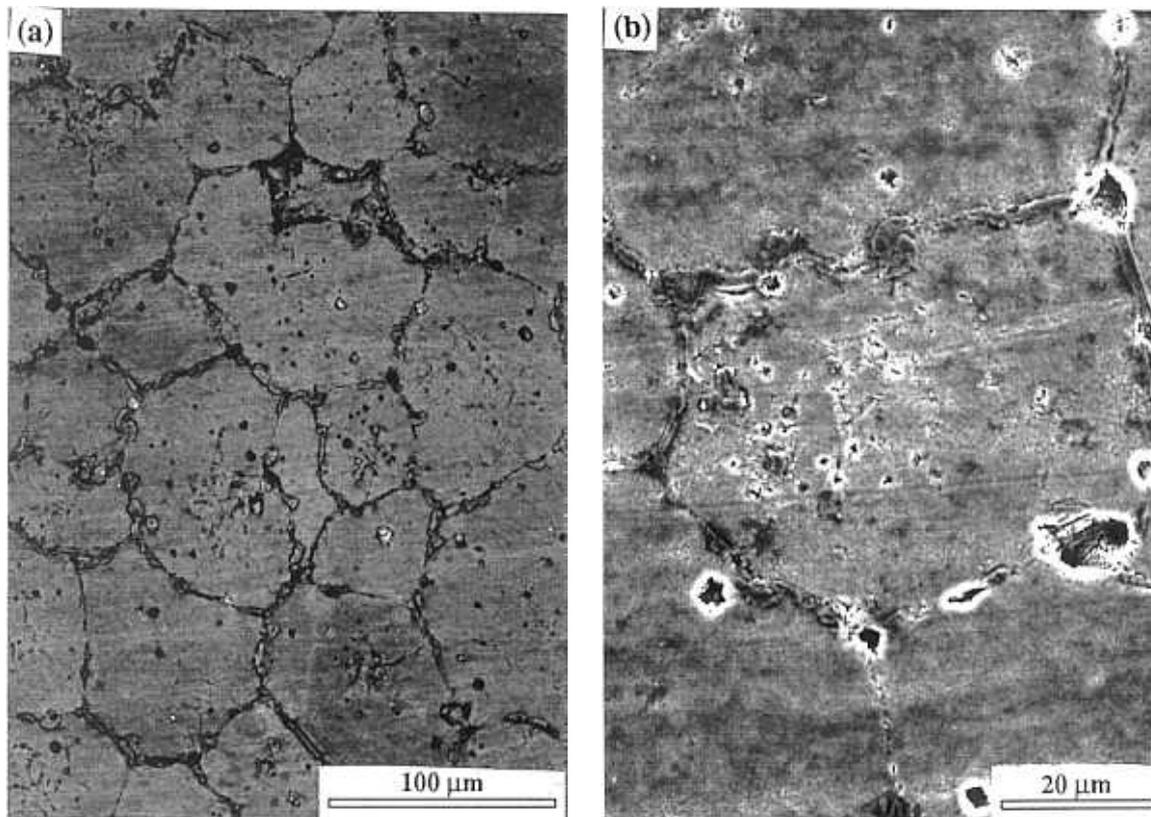


Fig. 3.1. Microestructura (a) y detalle (b) de la MgO-PSZ. El material fue pulido con pasta de diamante hasta 1  $\mu\text{m}$ , y después atacado químicamente con ácido ortofosfórico en ebullición (185  $^{\circ}\text{C}$ ) durante 8 minutos.

La propagación de la grieta suele ser transgranular a menos que durante el tratamiento térmico del material se hayan desarrollado demasiados precipitados en las fronteras de grano, en cuyo caso es intergranular. Las propiedades mecánicas óptimas del material se consiguen

modificando las proporciones del aditivo estabilizador, y la temperatura y tiempo del tratamiento térmico, lo que determina la proporción y tamaño de los precipitados tetragonales.

Para nuestros ensayos se ha utilizado una Mg-PSZ comercial, fabricada por Friedrichsfeld (Republica Federal de Alemania) mediante un proceso de sinterizado a alta temperatura, y posterior recocido del material primero en la región del diagrama de fases en que sólo existe fase cúbica. Posteriormente, se realizó un tratamiento térmico en la región de sistema cúbico+tetragonal para crecer partículas tetragonales. Los valores de las principales propiedades físicas y mecánicas<sup>8</sup> aparecen recogidos en la Tabla 3.1. La Fig. 3.1 muestra el aspecto de la microestructura de este material, y un detalle de la misma. Se puede apreciar que existe una gran cantidad de porosidad intergranular (sobre todo en puntos triples), y poros de menor tamaño en posiciones intragranulares. El análisis de la microestructura del material determinó que el tamaño medio de grano es de 50  $\mu\text{m}$ .

Tabla 3.1. Propiedades físicas y mecánicas de la circonia y la alúmina utilizadas.

Material		Mg-PSZ	Alúmina 99.7%
Densidad	(g/cm <sup>3</sup> )	5.6±0.1	3.8±0.1
Porosidad abierta	%	0	0
Tamaño medio de grano	$\mu\text{m}$	50	17
Dureza Vickers	GPa	2.3	3.0
Resistencia a tracción*	MPa	200	180
Resistencia a compresión*	MPa	2000	1800
Resistencia a flexión en tres puntos*	MPa	500	250
Módulo de elasticidad	GPa	197	370
Coefficiente de Poisson		0.30	0.27

### 3.1.2 Alúmina 99.7%

La alúmina utilizada en estos ensayos (AF 99.7) fue fabricada por Demarquest (Francia) mediante un proceso de sinterizado, a partir de polvos compactados en frío, a 1700 °C. Los valores de las principales propiedades físicas y mecánicas<sup>1</sup> aparecen recogidos en la Tabla 3.1. En la Fig. 3.2 se puede ver el aspecto de la microestructura de este material, que revela una cantidad importante de porosidad mayoritariamente intergranular. Del análisis de las micrografías se determinó que el tamaño medio de grano del material es de unas 17  $\mu\text{m}$ .

<sup>8</sup>En apartados posteriores se explica como se realizó la medida de estas propiedades.

\* Dato suministrado por el fabricante

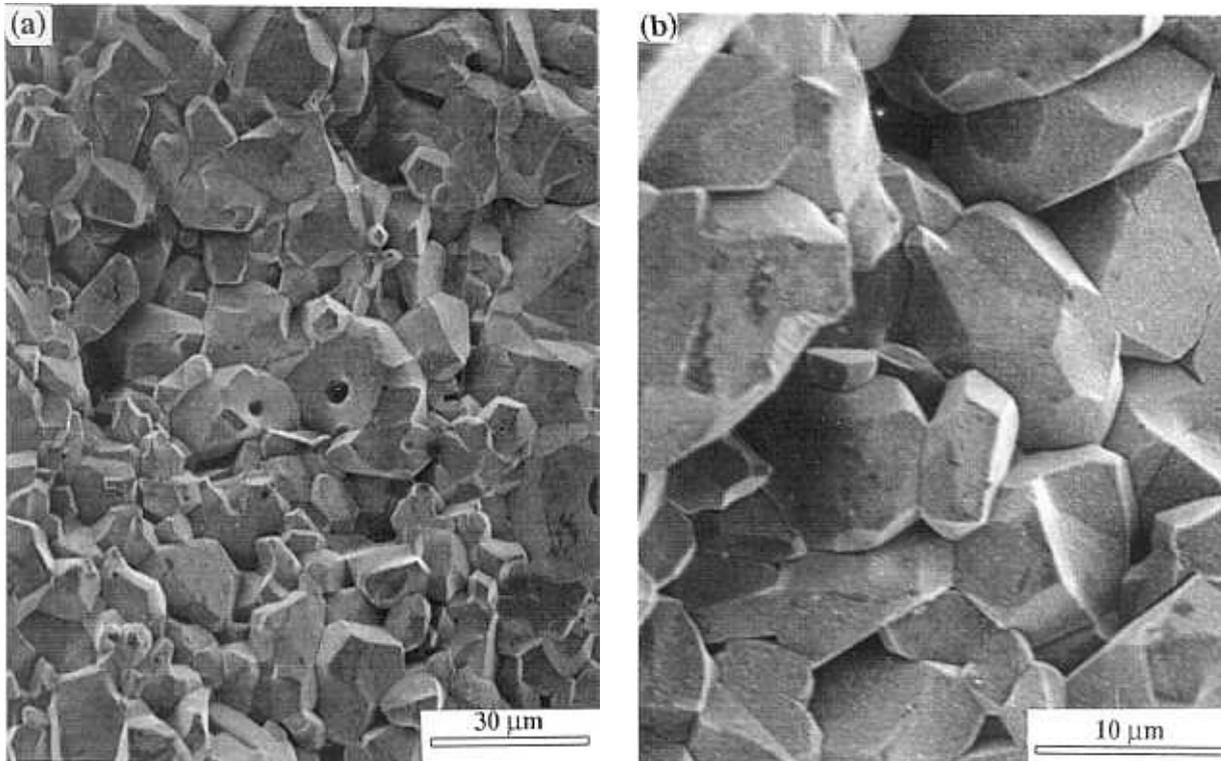


Fig. 3.2. Microestructura (a) y detalle (b) de la alúmina 99.7%. El material fue pulido con pasta de diamante hasta 1  $\mu\text{m}$ , y después atacado químicamente con ácido ortofosfórico en ebullición (185 °C) durante 12 minutos.

### 3.2 ANÁLISIS DE LOS ERRORES MÁS FRECUENTES COMETIDOS EN LOS ENSAYOS MECÁNICOS

Cualquiera que haya trabajado en la determinación de las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos sabe que la carencia de repetitividad es una propiedad intrínseca al material. Esta falta de repetitividad en los resultados, sumada a los errores de ensayo puede dar lugar a una dispersión tal, que los resultados sean inservibles (Quinn y Morrel 1991, Hoagland *et al.* 1976). Es por esto que antes de iniciar la presentación de los métodos y dispositivos de ensayo se ha creído conveniente hacer un análisis de los errores más frecuentes para así poder evitarlos, o en su defecto intentar acotarlos. Las principales fuentes de error se describen a continuación:

El área de la superficie a ensayar debe ser representativa del material respecto del tamaño medio de la microestructura, densidad, defectos, porosidad,... La cantidad de material fracturado nunca puede ser tan pequeña que no sea representativa de las propiedades macroscópicas del material.

Las probetas a ensayar deben tener un buen rectificado, y acabado superficial. Debido a la gran dureza y rigidez de estos materiales, pequeñas

imperfecciones o curvaturas en la superficie de la probeta pueden dar lugar a inhomogeneidades en la aplicación de la carga, al no apoyar bien en las superficies de carga.

- La fricción entre los apoyos y la probeta puede originar una disipación de energía importante (Guinea 1990). Para disminuir este fuente de rozamiento es aconsejable utilizar dispositivos que permitan un fácil deslizamiento de la probeta sobre las superficies de apoyo.
- El peso propio de la probeta (Guinea 1990) debe tenerse en cuenta siempre que se realicen ensayos en el plano vertical. De otra forma se despreciaría el efecto de la fuerza debida a la masa de la probeta al medir la energía de fractura del material.
- El sistema de ensayo empleado puede tener errores debido a la histéresis y falta de linealidad de los equipos empleados (máquina de ensayos, equipo de carga, sistema de medida).
- La falta de alineación del dispositivo de apoyo puede dar lugar a estados tensionales indeseados debidos a torsiones en la probeta, los cuales resultan muy difíciles de analizar.

### 3.3 MÉTODOS DE ENSAYO EN FRACTURA

Cuando se realizan ensayos en materiales cerámicos se pueden obtener resultados de la tenacidad de fractura con dispersiones iguales o incluso menores a las que se obtiene en metales (Shih y Opoku 1980), siempre que se sea suficientemente meticuloso. No obstante, si se revisa la literatura, o se consultan resultados interlaboratorios, para un mismo material se pueden obtener valores de la tenacidad de fractura que difieran hasta en un 300%. El motivo de esta enorme dispersión en los resultados se debe a que para los materiales cerámicos no existe un único método de ensayo normalizado, comparable a la norma ASTM E399 de metales. Los principales problemas que existen para elaborar una norma son:

- 1) Lo costoso del mecanizado de estos materiales. En geometrías complicadas como las probetas cilíndricas, los precios por unidad pueden llegar a las centenas de miles de pesetas.
- 2) La falta de una buena técnica de prefisuración.
- 3) La dificultad, cuando no imposibilidad, de obtener ensayos estables y poder medir la energía de fractura.

- 4) A alta temperatura no es posible utilizar dispositivo de carga metálico, lo que complica considerablemente las técnicas de ensayo.

Este apartado presenta una evaluación de las ventajas e inconvenientes de los métodos de ensayo más ampliamente difundidos. Este paso previo nos permitirá hacer una selección de los técnicas más interesantes, que posteriormente compararemos de forma experimental.

Como clasificación general se puede establecer que hay seis grupos de geometrías distintas: vigas paralelepípedicas, probetas compactas, vigas de doble voladizo, vigas o barras cortas, probetas de doble torsión, y probetas con fisuras superficiales controladas<sup>9</sup> (*controlled surface flaw specimen*). A su vez estas geometrías pueden tener diversos tipos de entallas, grietas, o condiciones de ensayo.

Las entallas pueden introducirse de forma bastante general utilizando discos o hilos diamantados; las técnicas para generar grietas en estos materiales están menos elaboradas debido a la naturaleza intrínsecamente frágil de los mismos. Entre las técnicas que han sido utilizadas para la prefisuración de los materiales cerámicos hay que destacar la fatiga, la compresión, el choque térmico, penetradores Vickers y Knoop, entallas triangulares (*chevron notch*), cuñas y estabilizadores, el ciclado térmico, y el puente en compresión (*bridge compression*).

Los principales métodos y geometrías de ensayo se describen de forma más detallada a continuación:

1 *Probetas de doble torsión: carga constante, relajación, y meseta de carga.*

En la Fig. 3.3 se muestra la geometría de esta probeta que fue propuesta por Outwater (Outwater *et al.* 1974). Estas probetas han sido utilizadas durante mucho tiempo para el estudio del crecimiento subcrítico de grietas en materiales cerámicos, aunque durante los últimos años su uso ha decaído mucho. Las principales ventajas de la geometría son:

- a) No precisan preagrietamiento.
- b) Pueden utilizarse a alta temperatura.
- c) Son fáciles de mecanizar.
- d) La expresión obtenida para  $K_I$  es independiente de la longitud de grieta.

Los mayores inconvenientes son:

- a) Es necesaria una gran cantidad de material.

<sup>9</sup>De forma muy extendida se denomina a este método con la traducción literal, técnicas de indentación, del vocablo inglés (*indentation fracture*). Esta traducción no parece desafortunada ya que "indentation" tiene una raíz latina, y las otras posibilidades (técnicas de penetración, picotazo, picazo, punzamiento, punzonamiento,...) no suenan bien o no han sido ampliamente aceptadas.

- b) Los modos I y III son operativos a la vez.
- c) La determinación de la fórmula de  $K_I$  es dudosa.
- d) La anchura del canal influye en el resultado.
- e) Inconsistencia entre los resultados de distintos autores.

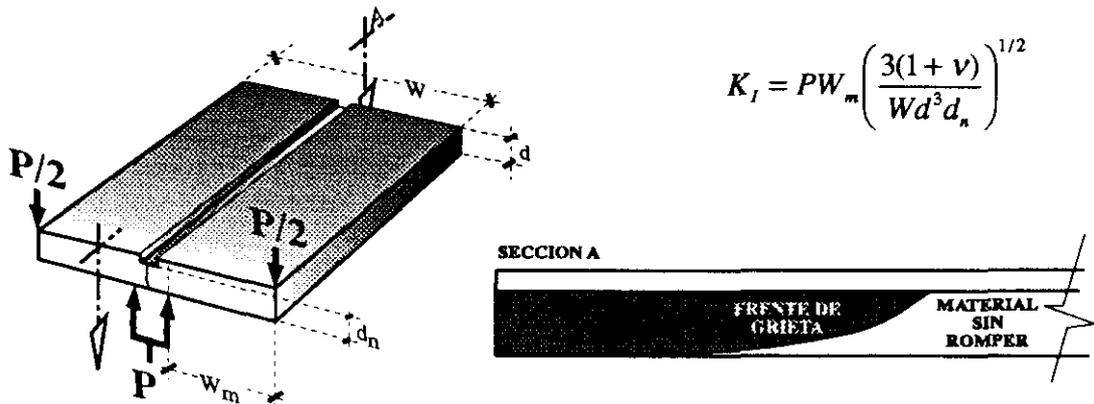


Fig. 3.3. Probeta de doble torsión y su frente de grieta curvado.

## 2 Vigas y barras cortas (*short rods and short bars*).

En las Figs. 3.4.a y b se muestra la geometría de las barras y vigas cortas. Estas geometrías fueron ideadas por Barker (Barker 1977). Es característico de ambas probetas la entalla de forma triangular, que tiene como objetivo el conseguir un crecimiento estable de la grieta. Al ir aumentando la longitud de la fisura la superficie de la misma se va incrementando, por lo que se necesita cada vez más energía para propagarla, consiguiéndose ensayos, en principio, estables. Las ventajas de estas probetas son:

- a) Fácil mecanizado.
- b) No precisan prefisuración.
- c) No es necesaria una gran cantidad de material.

Mientras que los inconvenientes son:

- a) Si se quiere determinar la curva R y la energía de fractura, el análisis de los resultados es complicado (Sakai y Bradt 1986).
- b) Es difícil el uso a alta temperatura al ser necesaria la tracción.
- c) La constante empírica "A" de la expresión del  $K_I$  debe ser determinada experimentalmente.
- d) El diseño del dispositivo de carga es complejo.

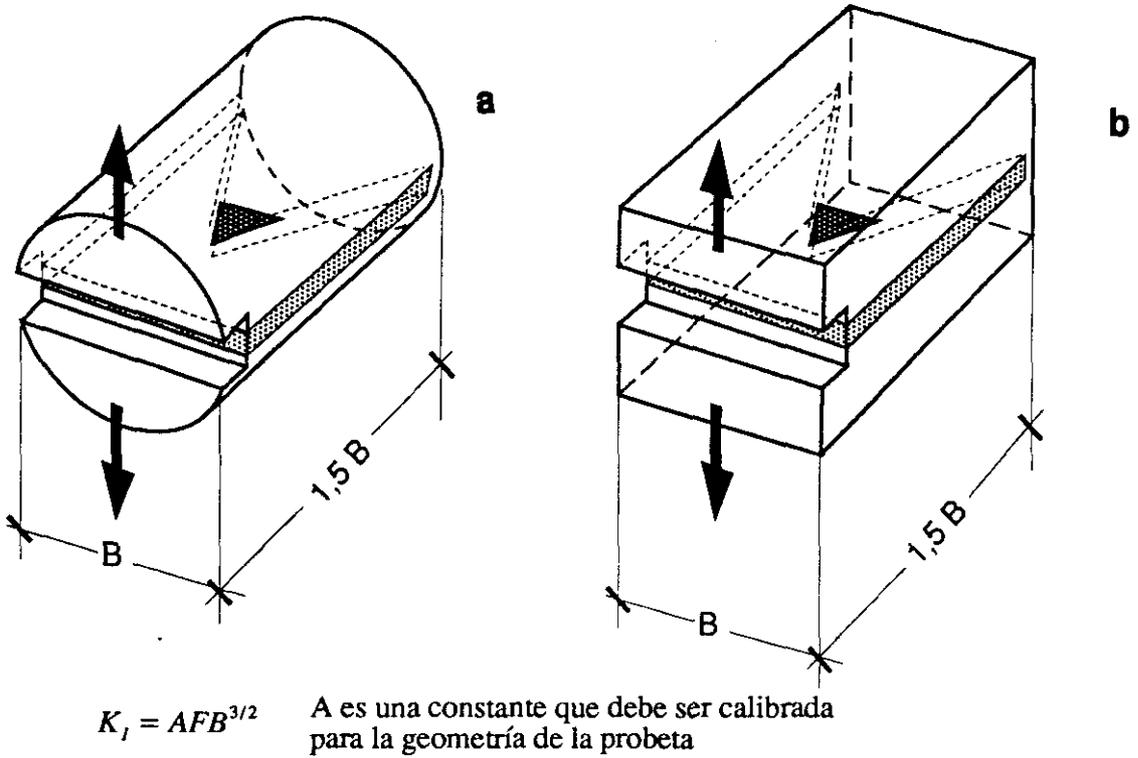


Fig. 3.4. Probetas de viga y barra cortas.

### 3 Probeta de doble voladizo (Double Cantilever Beam, DCB).

En las Fig. 3.5., 3.6, 3.7, y 3.8 se muestra la geometría, ya clásica, de las probetas de doble voladizo para los casos de aplicación de la carga en tracción, en cuña, con momentos aplicados, y geometría piramidal respectivamente. Las principales ventajas de estas geometrías son:

- Análisis de  $K_I$  bien determinado.
- No es necesaria una gran cantidad de material.

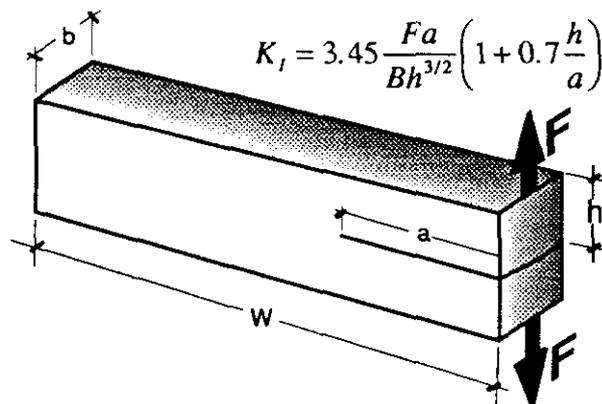


Fig. 3.5. Probeta de doble voladizo cargada en tracción.

- c) Se consiguen grietas bastante largas en ensayos de crecimiento subcrítico de grietas.
- d) Geometría con mucha experiencia acumulada de metales.

Los inconvenientes que presentan son:

- a) Fricciones incontroladas en la aplicación de la carga en cuña.
- b) Utilización muy difícil a alta temperatura.
- c) Fijaciones y dispositivo experimental complejo.
- d) Normalmente es necesario hacer un canal lateral para evitar que la grieta se desvíe y cambie de plano. Esto complica mucho el análisis de los resultados, y la expresión de  $K_I$ .
- e) Las de tipo piramidal son bastante complicadas de mecanizar.

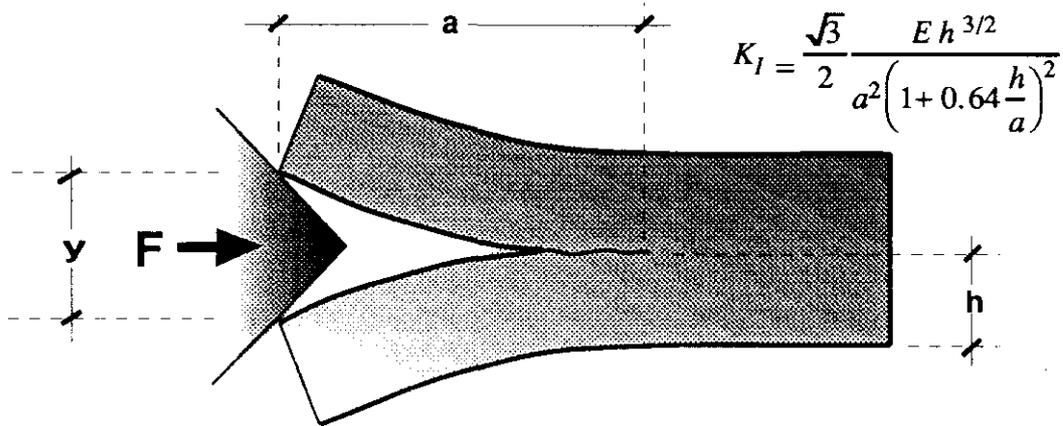


Fig. 3.6. Probeta de doble voladizo cargada en cuña.

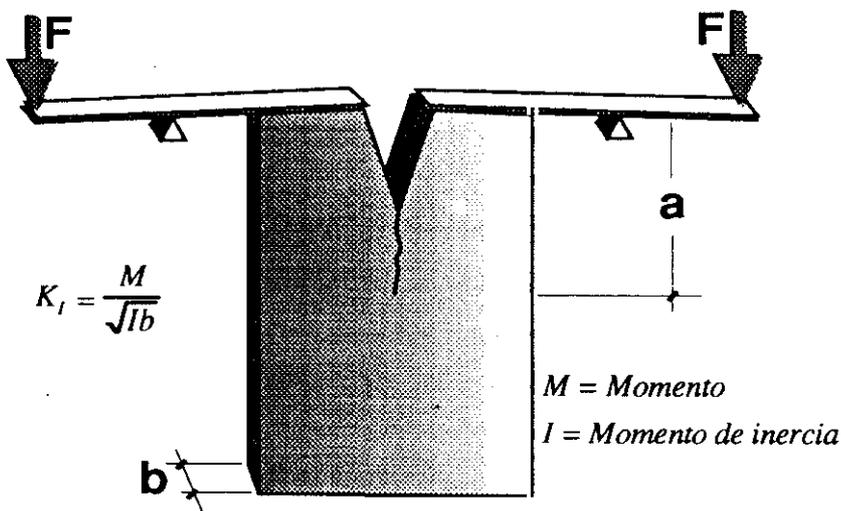


Fig. 3.7. Probeta de doble voladizo con momentos aplicados.

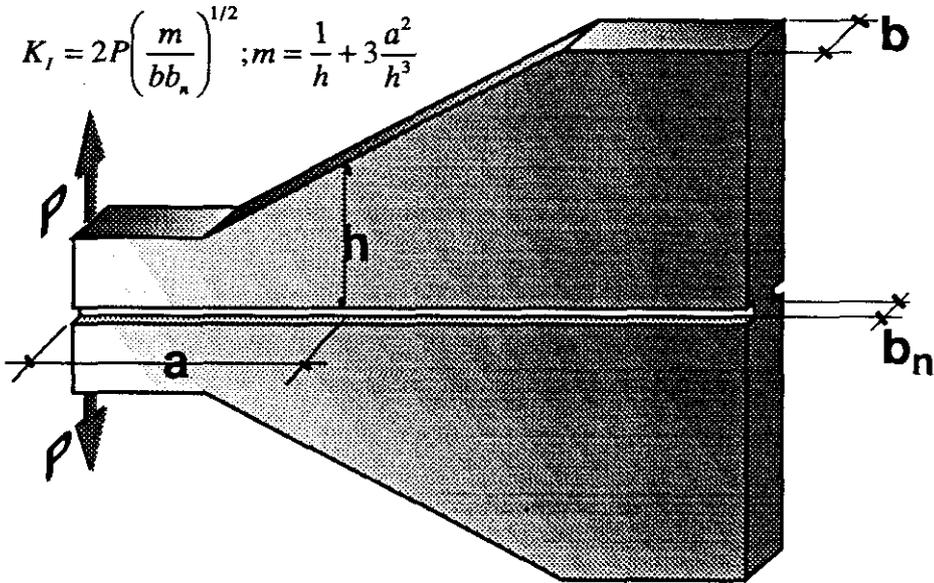


Fig. 3.8. Probeta de doble voladizo piramidal.

#### 4 Probeta compacta.

La geometría de esta probeta (muy similar a la de doble voladizo cargada en tracción) se muestra en las Fig. 3.9. Sus principales ventajas e inconvenientes son las mismas que las de las probetas de doble voladizo, por lo que no se enumerarán aquí de nuevo.

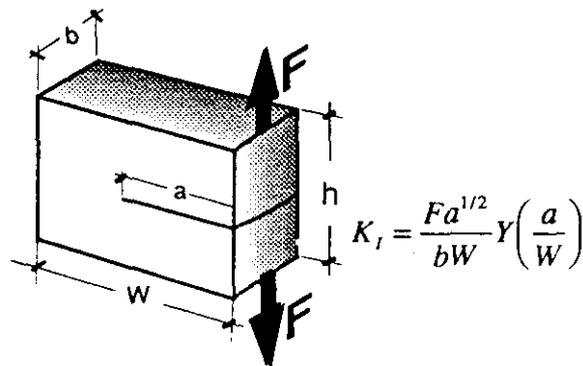


Fig. 3.9. Probeta compacta.

#### 5 Vigas paralelepédicas.

La viga paralelepédica para ensayos de flexión es una de las geometrías más ampliamente extendidas y utilizadas. No ocurre lo mismo con las vigas en tracción (Fig. 3.10), en las que el principal inconveniente suele ser el diseño de un dispositivo de tracción que no genere fuerzas fuera del eje (lo que podría dar lugar a romper la probeta por cizalla), y que a la vez no agriete el material

en las zonas de apriete de las mordazas. Las probetas para flexión pueden utilizarse en configuraciones de cuatro (Fig. 3.11) o tres apoyos (Fig. 3.12).

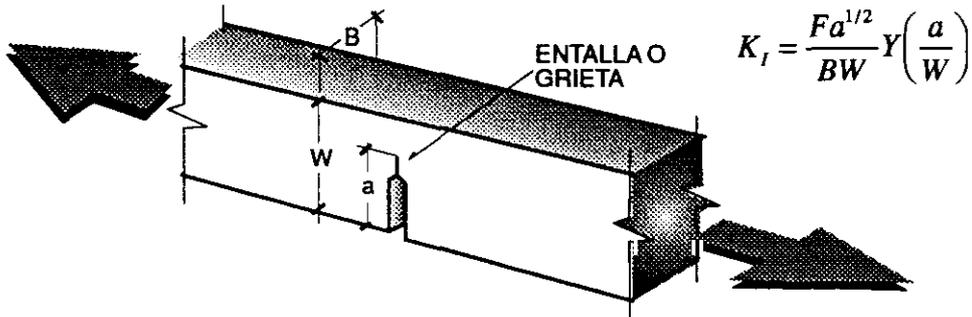


Fig. 3.10. Viga paralelepípedica de tracción.

Estas probetas pueden a su vez tener una entalla recta o triangular (Chevron Notch) de radio de curvatura finito,  $\rho$ , o bien estar preagrietadas por alguno de los métodos que enumeramos anteriormente. Las ventajas de esta geometría son:

- La simplicidad de la geometría facilita el mecanizado.
- Existen varias técnicas de prefisuración disponibles.
- La cantidad de material puede ser muy pequeña.
- $K_I$  bien determinado gracias a la amplia experiencia en metales.
- Fáciles de ensayar a alta temperatura, y en otros entornos agresivos.
- Simplicidad del equipo de ensayo necesario.

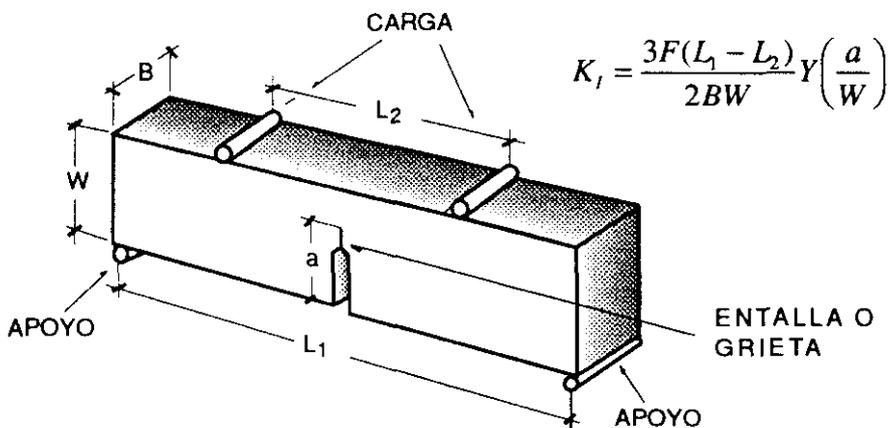


Fig. 3.11. Probetas de flexión en cuatro puntos.

Sus inconvenientes son:

- a) En general no es sencillo prefisurar las probetas, ya que no existe una técnica ampliamente contrastada.
- b) Los ensayos tienden a ser inestables debido a que la rigidez de la probeta es mayor que la de los dispositivos de carga habitualmente disponibles. Esto hace que normalmente sea la tenacidad de fractura lo único que se pueda medir en estos ensayos (determinada a partir de la carga máxima).
- c) La interpretación de los resultados en probetas con entallas triangulares no es sencilla (como ocurría con las vigas y barras cortas).
- d) En las probetas con entallas rectas se ha detectado en algunas ocasiones una dependencia de la tenacidad con el radio del fondo de entalla.

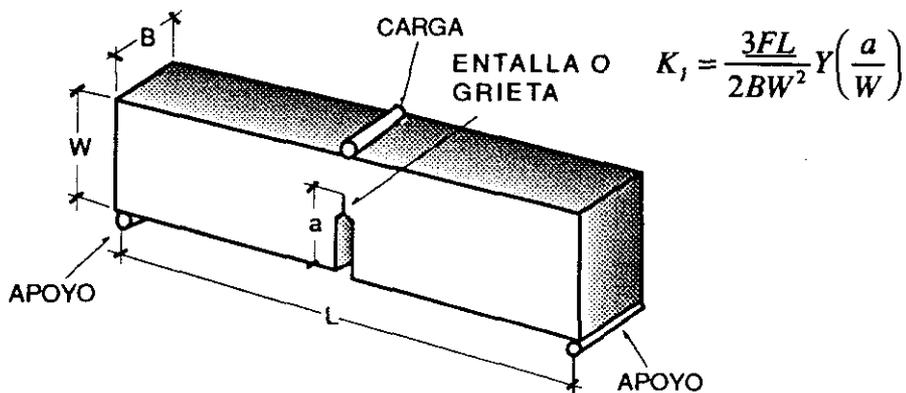


Fig. 3.12. Probetas de flexión en tres puntos.

## 6 Grietas superficiales controladas.

En este caso se introduce una grieta superficial en el material mediante una punta Vickers o Knoop, y una carga dada. En los materiales cerámicos además de la huella característica (Fig. 3.13) de los ensayos de dureza en metales (longitud de la impronta  $2d$ ), se crea un sistema de grietas, de longitud  $2c$ , que parten de las esquinas de la huella. Las principales ventajas de este método son:

- a) Utiliza grietas reales.
- b) Es un método de gran simplicidad y rapidez.
- c) Requiere una cantidad de material ínfima.
- d) No necesita una máquina de ensayos, es suficiente con un durómetro.
- e) No es destructivo.

Los inconvenientes son:

- El uso de la técnica a alta temperatura es en principio complicado (Krell y Bakun 1985, Morscher *et al.* 1991, Sakaguchi y Murayama 1992). Pueden aparecer fenómenos de recocido del material, plasticidad, enroscamiento y curado de la grieta, cambio en el coeficiente de fricción entre penetrador y material (Lee y Brun 1988), que falseen el valor de la tenacidad obtenido, o hagan inaplicable el método.
- La determinación precisa de la longitud de grieta es difícil y subjetiva.
- Las probetas deben ser pulidas finamente, y a veces recocidas, para eliminar toda tensión residual superficial que pudiera modificar el valor de  $K_{IC}$ .
- No hay unanimidad en la fórmula para el  $K_{IC}$  que debe ser empleada. En la literatura hay recogidas más de una veintena de expresiones distintas no equivalentes.
- No es aplicable a materiales de microestructura gruesa, ya que cuando el tamaño de grano es comparable al del penetrador se está midiendo la tenacidad del grano en cuestión, y no la del material.

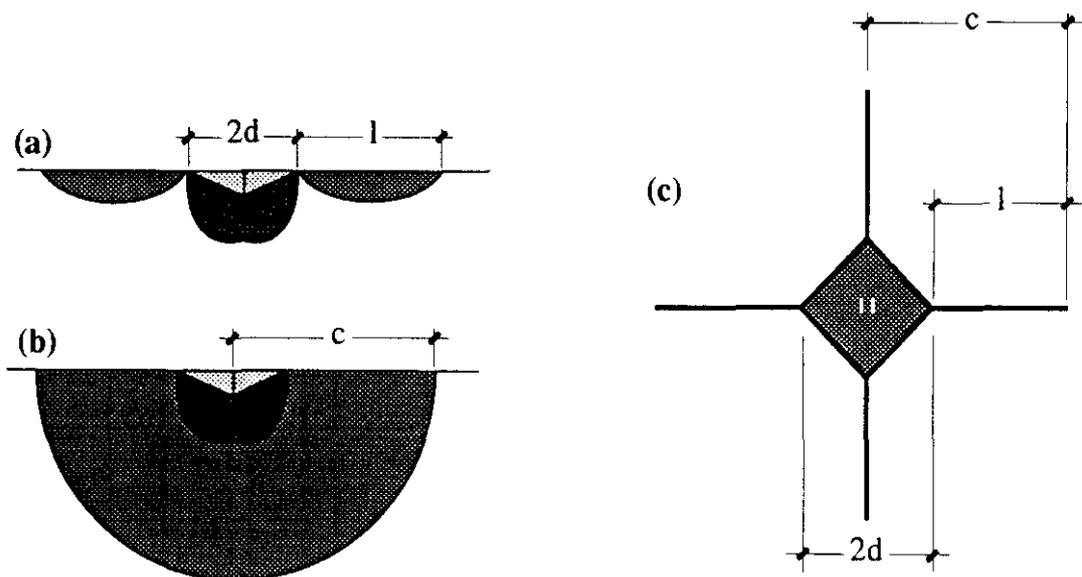


Fig. 3.13. Grietas superficiales generadas con una punta Vickers. (a) Sección a lo largo de una diagonal a bajo nivel de carga. (b) Sección a lo largo de una diagonal a alto nivel de carga. (c) Vista normal a la superficie.

De los métodos analizados anteriormente se pueden sacar algunas ideas generales de lo que sería un ensayo ideal:

- i) Las probetas deben ser fáciles de mecanizar.
- ii) El uso de probetas que se pongan en carga mediante una compresión facilita el diseño de los dispositivos de carga cerámicos para alta temperatura.
- iii) Ya que muchos de los materiales cerámicos no están ampliamente comercializados, o son fruto de investigación, resultan costosos de obtener, por lo que son preferibles los ensayos que necesiten poca cantidad de material.
- iv) Debería encontrarse una técnica lo suficientemente potente como para permitir introducir grietas de forma sencilla.
- v) Debería evitarse la necesidad de medir la longitud de grieta a lo largo del ensayo usando técnicas de microscopía óptica dimensional.

Evidentemente ninguno de los métodos presentados cumple estos cinco requisitos. Afortunadamente, las dos últimas técnicas expuestas permiten el ensayo del material a alta temperatura. Este es un factor determinante si se tiene en cuenta que uno de los principales campos de aplicación estructural de los materiales cerámicos son las condiciones de temperatura extremas donde los metales dejan de ser utilizables.

Las razones que nos han inducido a decantarnos por los dos últimos métodos, y no otros, son el que por un lado los dispositivos de flexión en tres o cuatro puntos están ampliamente extendidos, las probetas requieren poco mecanizado, y la técnica se puede emplear sin grandes complicaciones en condiciones de alta temperatura. Por otro lado, la creación de grietas superficiales con un penetrador es un método muy sencillo que no precisa de un equipo experimental costoso (es suficiente con un durómetro), y que se ha extendido enormemente durante los últimos diez años. No obstante, el uso de esta técnica en condiciones de temperatura elevada se complica. Serán estos dos métodos en los que centraremos nuestra comparación, y en los que profundizaremos un poco más en el apartado siguiente.

Las otras cuatro geometrías comentadas quedan descartadas por la complejidad de los dispositivos experimentales necesarios, y sobre todo, por la dificultad de su uso a alta temperatura. Antes de ensayar geometrías que requieran tracción a alta temperatura hay que tener en cuenta que el dispositivo de carga debe ser de material cerámico, lo cual es complejo y muy costoso, ya que los materiales cerámicos poseen una resistencia a tracción bastante baja.

### 3.4 GRIETAS SUPERFICIALES CONTROLADAS

La aplicación de penetradores para medir la tenacidad de fractura de materiales frágiles (materiales cerámicos, vídrios, y metales duros) tiene una gran aceptación ya que es una técnica que precisa de muy pequeñas cantidades de material, las muestras necesitan poca preparación, y basta con un durómetro y un microscópio óptico para poder efectuar los ensayos. Todo ésto hace que la técnica sea muy asequible, rápida y efectiva. No obstante, un gran inconveniente en este método es la falta de una adecuada base teórica que dé cobertura a las fórmulas empleadas en la determinación de la tenacidad (Ostojic y McPherson 1987). Ésto ha hecho que se hayan propuesto multitud de expresiones para el valor de la tenacidad (Tabla 3.2). Haremos a continuación, de forma muy sucinta, una revisión de las ideas relacionadas con este método de ensayo.

Cuando se presiona en una superficie lisa de material cerámico con un cuerpo duro y rígido (penetrador), el material se deforma al principio de forma elástica. Si la presión sigue aumentando aparece una impresión residual que es la que permite medir la dureza del material. Si la carga se hace todavía mayor, en materiales frágiles, aparece una zona agrietada que dependerá de la geometría del penetrador.

Los penetradores se pueden clasificar en dos grupos (Binner y Stevens 1984), esféricos y afilados (de geometría esférica y pirámidal respectivamente). Los esféricos producen una fractura con forma troncocónica debajo del círculo de contacto. La ventaja de estos penetradores es que el contacto hasta rotura es bien conocido, pues es predominantemente elástico. Por contra, no es sencilla la determinación experimental del cono de fractura, por lo que su uso no ha sido muy difundido.

De los penetradores afilados, los más utilizados para la medida de la tenacidad de fractura han sido los tipo Vickers y Knoop. Éstos presentan una gran ventaja sobre los esféricos, y es que originan una geometría de impresión residual constante, que no cambia según va avanzando el penetrador en el material. La presión media de contacto resulta independiente del tamaño de la impresión y permite una medida adecuada de la dureza del material. En la descripción del proceso de generación de las grietas no hay un acuerdo unánime (Chiang *et al.* 1982, Lawn y Marshall 1979, Lankford 1981). El mecanismo más ampliamente aceptado es el siguiente: según aumenta la carga aplicada con el penetrador se crean campos de tensiones elásticas cada vez mayores. Llegado un cierto nivel de tensiones se produce una deformación irreversible, debido a flujo plástico o densificación estructural. Esta zona plástica queda rodeada por una zona elástica. De esta deformación permanente resulta la impresión residual, y el volumen acomodado debajo de la impronta tiene forma

aproximadamente semiesférica. Si la carga aumenta aún más, eventualmente surgen grietas desde los extremos de la impresión, Fig. 3.13. La generación de estas grietas de fractura parece que se inicia en el proceso de carga, pero no alcanzan su configuración definitiva hasta que se ha realizada la descarga, bajo la acción del campo de tensiones residuales debidas a la deformación plástica introducidas en la carga.

La estructura de las grietas generadas puede verse en la Fig. 3.14. De las diagonales de la impresión, en la superficie del material, surgen cuatro grietas en forma de cruz. Estas cuatro grietas forman el sistema de grietas llamado *grietas radiales*. Estas grietas se propagan debajo de la superficie en el plano central de la huella, dando continuidad a las grietas radiales enfrentadas dos a dos. A estas grietas se las denomina *grietas medias*. Adicionalmente, si la deformación plástica ha sido muy grande surgen grietas por debajo de la superficie según las cuatro caras de la impresión. A estas se las denomina como *grietas laterales*, y son las responsables de que en algunas ocasiones se observe el desconchamiento del material alrededor de la huella.

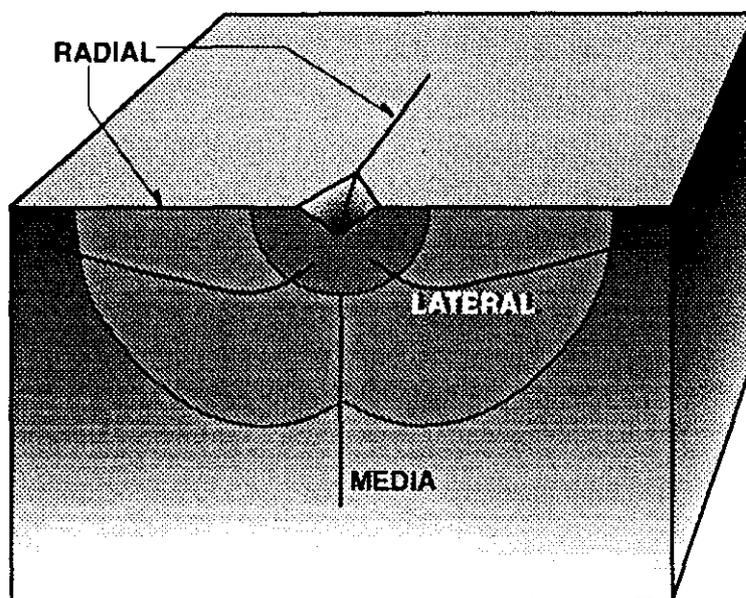


Fig. 3.14. Sistema de grietas creado por un penetrador Vickers.

Debajo de las improntas Vickers (Fig. 3.13.c) se pueden encontrar dos geometrías de fisuras propagándose en los planos centrales debajo de la impronta: geometrías radiales o de Palmqvist (Fig. 3.13.a), y geometrías media-radial o semicirculares (Fig. 3.13.b). Ambas configuraciones tienen un aspecto superficial similar, y experimentalmente se ha observado (Pajares *et al.* 1993) que la primera configuración no es más que un caso particular del segundo, cuando el nivel de carga es todavía bajo como para hacer crecer la grieta lo suficiente. En general se conviene que cuando  $c \geq 2-3d$ , se está en un estructura de grietas semicircular.

La aparición de grietas en los ensayos de penetración fue observada por primera vez por Palmqvist trabajando en metales duros (Palmqvist 1957). Este fenómeno se consideró en principio como un inconveniente para poder medir la dureza de los materiales frágiles. No fue hasta la publicación del trabajo seminal de Lawn en 1975 cuando se utilizó para la determinación de la tenacidad de fractura en materiales cerámicos (Lawn y Fuller 1975). La idea básica del método consiste en relacionar la longitud de las grietas radiales generadas con el tamaño de la diagonal de la impresión, y la carga aplicada. La solución general de la MFEL para una grieta semicircular de radio  $c$  en un medio infinito, sometido a una fuerza  $F$ , da un factor de intensidad de tensiones del tipo:

$$K_I = \chi \frac{F}{c^{3/2}}$$

basados en esta relación, y teniendo en cuenta la geometría de las grietas, la zona plástica generada debajo de la impresión, el rozamiento entre el indentador y el material, la estructura en que se generan las grietas, ..., diversos autores han propuesto formulas cada vez más complejas para la determinación de la tenacidad de fractura. El principal inconveniente es que todas estas expresiones precisan de una calibración empírica de la fórmula propuesta, a partir de los resultados obtenidos por otros métodos de medida de la tenacidad para diversos materiales. Ésto puede inducir a graves confusiones, ya que si el método de medida de la tenacidad utilizado para la calibración no es adecuado, la expresión deducida puede no ser correcta. También, hay que tener en cuenta que el patrón de grietas obtenidas en el material debe ajustarse al propuesto por el modelo. En la Tabla 3.2 se muestran las principales fórmulas propuestas, clasificadas según sean aplicables a geometrías de grietas del tipo Palmqvist, media-radial, o aplicables a ambas geometrías de forma general.

Tabla 3.2. Formulas normalizadas propuestas por distintos autores para la determinación de la tenacidad.

Se ha tomado  $\nu$  como 0.25 en todas las ecuaciones (salvo en la de fórmula de *Liang et al.*) ya que no influye significativamente en el resultado.  $F$  es la carga del indentador,  $a, d, l$  las longitudes que aparecen en la Fig. 3.13, y  $H_V$  la dureza Vickers.

### Geometrias de Palmqvist

Autor	Ecuación para el cálculo de $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Niihara <i>et al.</i> 1982	$0.0089 F/(dl^{1/2}) (E/H_V)^{2/5}$ ; $0.25 \approx l/d < \approx 2.5$
Niihara 1983	$0.0122 F/(dl^{1/2}) (E/H_V)^{2/5}$ ; $1 \leq l/d \leq 2.5$
Shetty <i>et al.</i> 1985	$0.0319 F/(dl^{1/2})$
Laugier 1987	$0.0143 (dl)^{1/2} (F/c^{3/2}) (E/H_V)^{2/3}$
Dub y Maistrenko 1992	$0.0784 H_V d^{1/2} c/(d-l)^{-0.34}$ ; $c/d < 2.1$

## Geometría media-radial

Autor	Ecuación para el cálculo de $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Lawn y Swain 1975	$0.0101 F/(dc^{1/2})$
Lawn y Fuller 1975	$0.0515 F/c^{3/2}$
Evans y Wilshaw 1976	$0.079 (F/d^{3/2}) \log(4.5 d/c)$ ; $0.6 < c/d < 4.5$
Evans & Charles 1976	$0.0824 F/c^{3/2}$
Lawn <i>et al.</i> 1980	$0.0134 (F/c^{3/2}) (E/H_v)^{1/2}$
Antis <i>et al.</i> 1981	$0.0154 (F/c^{3/2}) (E/H_v)^{1/2}$ ; $c/d > 2.$
Niihara <i>et al.</i> 1982	$0.0330 (F/c^{3/2}) (E/H_v)^{2/5}$ ; $c/d \approx 2.5$
Laugier 1985	$0.0095 (F/c^{3/2}) (E/H_v)^{2/3}$
Laugier 1985	$0.022 (F/c^{3/2}) (E/H_v)^{2/5}$
Tanaka 1987	$0.035 (F/c^{3/2}) (E/H_v)^{1/4}$
Dub y Maistrenko 1992	$0.0309 H_v d^{1/2} (E/H_v)^{1/2} (c/d)^{-1.3}$ ; $c/d > 2.1$
JIS R 1607	$0.018 (F/c^{3/2}) (E/H_v)^{1/2}$ ; $c/d > 2.5$

## Todo tipo de geometría

Autor	Ecuación para el cálculo de $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Lankford 1982	$0.0363 (F/d^{3/2}) (d/c)^{1.56} (E/H_v)^{2/5}$
Evans 1979	$0.4636 (F/d^{3/2}) (E/H_v)^{2/5} 10^F$ ; $F = -1.59 - 0.34A - 2.02A^2 + 11.23b^3 - 24.97A^4 + 16.32A^5$ ; $A = \log(c/d).$
Blendell 1979	$0.0141 (F/d^{3/2}) (E/H_v)^{2/5} \log(8.4 d/c)$
Miranzo <sup>10</sup> y Moya 1984	$0.0417 F/(d^{0.42} c^{1.08}) [f(E/H_v)]$ ; $c/d \geq 2.8$ $0.0232 F/(dc^{1/2}) [f(E/H_v)]$ ; $c/d \leq 2.8$ ; $f(E/H_v) = [(B_{exp}^2/\delta) - 1.5]/0.75$ ; $\delta = 2(1 + 3 \ln B_{exp})/3$ ; $B_{exp} = 0.768(E/H_v)^{0.408}$
Liang <sup>11</sup> <i>et al.</i> 1990	$0.576604 (H_v/\alpha) d^{1/2} (E/H_v)^{2/5} (c/d)^{(c/18d) - 1.51}$ ; $\alpha = 14[1 - 8((4\nu - 0.5)/(1 + \nu)^4)]$

Hay que tener cuidado en no confundir la dureza Vickers, con la llamada dureza, H, o presión media de contacto (las ecuaciones se muestran más abajo). En las expresiones de medida de la tenacidad anteriores se ha tenido la precaución de realizar una normalización (Ponton y Rawlings 1989) para que puedan ser comparadas directamente, de forma que todas aparecen en función de la dureza Vickers.

$$H_v = \frac{0.435 F}{d^2} \quad \text{Dureza Vickers.}$$

<sup>10</sup>Quiero expresar aquí mi más sincero agradecimiento a la doctora Pilar Miranzo por facilitarme el programa para el cálculo de la tenacidad de fractura empleando la fórmula por ella desarrollada.

<sup>11</sup>No se ha normalizado el coeficiente de Poisson,  $\nu$ , ya que es un parámetro importante en la deducción de la expresión que en este caso influye significativamente en el resultado.

$$H = \frac{F}{2d^2} \quad \text{Presión media de contacto.}$$

### *Resultados experimentales.*

En la realización de estos ensayos se ha empleado un durómetro universal de la marca LECO AVK8, con cargas de 9.8 a 490 N, dotado de un microscopio óptico con ocular de medida que permitió la medida de las impresiones y de las grietas con una resolución de una micra. En la realización de los ensayos se tuvieron las siguientes precauciones:

- 1) El material elegido tiene el tamaño de grano lo suficientemente pequeño, y la porosidad lo suficientemente baja, como para considerarlo un continuo en nuestros ensayos.
- 2) No se hicieron ensayos a cargas demasiado elevadas para evitar la aparición de grietas laterales, que darían lugar a medidas erróneas en la tenacidad de fractura y al desconchamiento de la superficie.
- 3) Se empleó una carga mínima de ensayo de 98 N. Con cargas menores la longitud de grieta obtenida es lo suficientemente pequeña como para que los errores en su medida empiecen a ser importantes, o incluso no se generan grietas.
- 4) Las superficies sobre las que se realizaron los ensayos se liberaron de posibles tensiones residuales (tensiones residuales de compresión en la superficie disminuirían la longitud de grieta creada por el penetrador y viceversa). El proceso consistió en un rectificado previo con una muela de diamante, que planificó la superficie. A continuación se procedió a un proceso de pulido con pasta de diamante de 30, 6, y 1  $\mu\text{m}$ , que terminó con un pulido de polvo de alúmina de 0.5  $\mu\text{m}$ . Después de este proceso, algunas probetas se sometieron a un recocido a 1200 °C durante 20 minutos. En los resultados experimentales no se encontró diferencia entre las probetas tratadas térmicamente y las sólo pulidas. Se llegó a la conclusión que para estos dos materiales no es preceptivo el tratamiento térmico, ya que después del proceso de pulido no quedan tensiones residuales debidas al mecanizado.
- 5) La medida de la longitud de grieta se realizó inmediatamente nada más descargar el material, para limitar el posible efecto del crecimiento lento de grietas. Con el mismo fin se obvió el uso de líquidos penetrantes.
- 6) La carga se aplicó lentamente, durante 10 s a una velocidad de unos 6 mm/min, y se mantuvo 10 s antes de ser retirada. Con ésto se presigue el alcanzar un estado cuasiestacionario en cada instante del ensayo.

- 7) El espesor de las probetas y la distancia entre huellas se tomaron lo suficientemente grandes ( $>5c$ ) como para que no existieran efectos de interacción entre grietas, o entre grieta y superficie opuesta.
- 8) Se rechazaron todos aquellos resultados en que las grietas no se ajustaban al patrón definido en la Fig 3.13. Motivos para descartar resultados fueron el detectar la presencia de huellas laterales, grietas excesivamente cortas, impresiones irregulares, diferencias entre longitudes de grieta superiores al 20%, o bien cuando estas presentaban una gran desviación respecto a la diagonal de la impresión del penetrador.
- 9) Se ensayaron tres casos de carga (98, 196, y 294 N) para cada material a fin de comprobar que el resultado no se ve afectado por la carga de ensayo elegida.
- 10) Se hicieron diez impresiones válidas para cada caso de carga para poder reducir el error experimental en el resultado promediado. Las longitudes características,  $2d$  y  $2c$ , se midieron a lo largo de las dos direcciones de las diagonales de la impresión, y se tomó el valor medio.

Tabla 3.3. Ecuaciones empleadas en la determinación de la tenacidad.

Autor	Ecuación para $K_{IC}$
Antis <i>et al.</i> 1981 (M-1)	$0.032 H a^{1/2} (E/H)^{1/2} (c/a)^{-3/2}$
Laugier 1985 (M-2)	$0.010 (E/H)^{2/3} P c^{-3/2}$
Shetty <i>et al.</i> 1985 (P-1)	$(H F/(4l))^{1/2} / [3 (1-\nu^2) (\pi^{5/2} 2^{1/2} \tan\theta)^{1/3}]$
Niihara 1983 (P-2)	$0.048 \phi H d^{1/2} (d/l)^{1/2} (E \phi / H_V)^{2/5}; 1 \leq l/d \leq 2.5$
Lankford 1982 (G-1)	$0.142 (H_V a^{1/2}) (E \phi / H_V)^{2/5} (c/a)^{-1.56} / \phi$
Miranzo y Moya 1984 (G-2)	$0.0417 F/(d^{0.42} c^{1.08}) [f(E/H_V)]; c/d \geq 2.8$ $0.0232 F/(dc^{1/2}) [f(E/H_V)]; c/d \leq 2.8$ $f(E/H_V) = [(B_{exp}^2/\delta) - 1.5]/0.75;$ $\delta = 2(1 + 3 \ln B_{exp})/3; B_{exp} = 0.768(E/H_V)^{0.408}$

$\phi$  es un factor de constricción ( $\approx 2.7$ ), y  $\theta$  es el semiángulo del penetrador Vickers (en nuestro caso  $68^\circ$ ).

En la determinación de la tenacidad de fractura se tomaron sólo seis fórmulas (Tabla 3.3), dos para cada uno de los tres grupos descritos anteriormente, ya que para nuestros objetivos no tiene ningún sentido hacer una comparación entre todas las posibles ecuaciones. En la elección de las formulas se atendió a criterios de universalidad y extensión en su uso.

Los resultados individuales de estos ensayos, junto con el valor medio, y el error cuadrático medio (RMS), se muestran en las Tablas 3.4 a 3.9.

Tabla 3.4. Resultados individuales con carga de ensayo de 98 N en Mg-PSZ.

Valores	c/d	Antis $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Laugier $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Shetty $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Niihara $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Lankford $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Miranzo $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
1	1.223	6.1	8.0	3.9	8.6	9.1	4.0
2	1.148	6.8	8.8	4.9	10.8	10.2	4.1
3	1.373	5.1	6.7	3.0	6.6	7.6	3.7
4	1.377	5.2	6.7	3.1	6.7	7.7	3.8
5	1.381	5.2	6.7	3.1	6.7	7.7	3.8
6	1.239	6.1	7.9	3.9	8.5	9.1	4.0
7	1.103	7.3	9.4	6.0	13.0	11.0	4.3
8	1.392	5.2	6.7	3.2	6.8	7.7	3.8
9	1.384	5.2	6.7	3.0	6.7	7.6	3.8
10	1.215	6.3	8.1	4.2	9.1	9.5	4.1
<b>Media</b>	<b>1.28</b>	<b>5.9</b>	<b>7.6</b>	<b>3.8</b>	<b>8</b>	<b>8.7</b>	<b>3.9</b>
<b>RMS</b>	<b>0.11</b>	<b>0.8</b>	<b>1.0</b>	<b>1.0</b>	<b>2</b>	<b>1.2</b>	<b>0.2</b>

Tabla 3.5. Resultados individuales con carga de ensayo de 196 N en Mg-PSZ.

Valores	c/d	Antis $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Laugier $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Shetty $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Niihara $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Lankford $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Miranzo $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
1	1.139	8.2	10.6	5.9	13.1	12.2	4.9
2	1.388	6.0	7.9	3.4	7.7	8.8	4.4
3	1.237	7.2	9.4	4.4	9.9	10.6	4.7
4	1.230	7.3	9.5	4.7	10.3	10.9	4.8
5	1.274	6.9	9.0	4.3	9.4	10.3	4.7
6	1.322	6.6	8.5	3.9	8.7	9.8	4.6
7	1.316	6.6	8.6	4.0	8.7	9.8	4.6
8	1.317	6.6	8.6	4.0	8.7	9.8	4.6
9	1.439	5.8	7.5	3.4	7.4	8.5	4.4
10	1.568	5.1	6.6	3.0	6.5	7.5	4.2
<b>Media</b>	<b>1.32</b>	<b>6.6</b>	<b>8.6</b>	<b>4.1</b>	<b>9</b>	<b>9.8</b>	<b>4.6</b>
<b>RMS</b>	<b>0.12</b>	<b>0.9</b>	<b>1.1</b>	<b>0.8</b>	<b>2</b>	<b>1.3</b>	<b>0.2</b>

Tabla 3.6. Resultados individuales con carga de ensayo de 294 N en Mg-PSZ.

Valores	c/d	Antis $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Laugier $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Shetty $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Niihara $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Lankford $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Miranzo $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
1	1.289	7.4	9.7	4.4	9.9	10.0	5.1
2	1.399	6.6	8.6	3.8	8.5	9.7	4.9
3	1.315	7.3	9.5	4.4	9.7	10.8	5.1
4	1.298	7.4	9.6	4.4	9.8	10.9	5.1
5	1.177	8.6	11.2	5.8	12.9	12.9	5.4
6	1.183	8.6	11.1	5.8	12.7	12.8	5.4
7	1.209	8.3	10.8	5.4	11.9	12.4	5.3
8	1.296	7.5	9.7	4.6	10.0	11.1	5.1
9	1.181	8.5	11.1	5.6	12.6	12.7	5.3
10	1.300	7.4	9.6	4.4	9.9	11.0	5.1
<b>Media</b>	<b>1.26</b>	<b>7.8</b>	<b>10.2</b>	<b>4.9</b>	<b>11</b>	<b>11.5</b>	<b>5.2</b>
<b>RMS</b>	<b>0.07</b>	<b>0.7</b>	<b>0.9</b>	<b>0.7</b>	<b>2</b>	<b>1.1</b>	<b>0.2</b>

Tabla 3.7. Resultados individuales con carga de ensayo de 98 N en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Valores	c/d	Antis $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Laugier $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Shetty $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Niihara $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Lankford $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	Miranzo $K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
1	2.224	3.7	5.1	2.0	5.2	5.1	4.4
2	2.176	3.8	5.2	2.0	5.2	5.2	4.4
3	2.103	4.0	5.5	2.1	5.4	5.5	4.5
4	2.416	3.3	4.5	2.0	5.0	4.6	4.3
5	2.421	3.3	4.5	1.9	4.9	4.5	4.2
6	2.540	3.1	4.2	1.9	4.8	4.2	4.2
7	2.689	2.9	3.9	2.0	4.7	4.0	4.1
8	1.955	4.3	6.1	2.1	5.7	6.0	4.5
9	2.166	3.7	5.2	1.8	5.1	5.0	4.3
10	2.789	2.7	3.7	1.9	4.5	3.8	4.0
<b>Media</b>	<b>2.35</b>	<b>3.5</b>	<b>4.8</b>	<b>1.98</b>	<b>5.1</b>	<b>4.8</b>	<b>4.3</b>
<b>RMS</b>	<b>0.08</b>	<b>0.5</b>	<b>0.8</b>	<b>0.09</b>	<b>0.3</b>	<b>0.7</b>	<b>0.2</b>

Tabla 3.8. Resultados individuales con carga de ensayo de 196 N en  $Al_2O_3$ .

Valores	c/d	Antis $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Laugier $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Shetty $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Niihara $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Lankford $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Miranzo $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )
1	2.333	4.1	5.6	2.3	5.9	5.6	5.1
2	2.514	3.6	5.0	2.1	5.5	4.9	4.9
3	2.431	3.7	5.2	2.1	5.5	5.1	4.9
4	2.438	3.8	5.3	2.2	5.6	5.2	4.9
5	2.746	3.2	4.4	2.0	5.2	4.3	4.7
6	2.805	3.1	4.3	2.0	5.2	4.2	4.7
7	2.798	3.2	4.3	2.1	5.3	4.4	4.7
8	2.665	3.4	4.6	2.1	5.4	4.6	4.8
9	2.290	4.2	5.8	2.4	6.1	5.8	5.1
10	3.006	2.8	3.9	2.0	4.9	3.9	4.5
<b>Media</b>	<b>2.6</b>	<b>3.5</b>	<b>4.8</b>	<b>2.12</b>	<b>5.5</b>	<b>4.8</b>	<b>4.8</b>
<b>RMS</b>	<b>0.2</b>	<b>0.4</b>	<b>0.6</b>	<b>0.13</b>	<b>0.4</b>	<b>0.6</b>	<b>0.2</b>

Tabla 3.9. Resultados individuales con carga de ensayo de 294 N en  $Al_2O_3$ .

Valores	c/d	Antis $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Laugier $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Shetty $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Niihara $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Lankford $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )	Miranzo $K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )
1	2.234	4.8	6.7	3.9	8.6	6.7	5.7
2	2.251	4.7	6.6	4.9	10.8	6.5	5.7
3	2.933	3.2	4.4	3.0	6.6	4.4	5.0
4	2.386	4.4	6.1	3.1	6.7	6.2	5.6
5	2.233	4.9	6.7	3.1	6.7	6.8	5.8
6	2.865	3.2	4.5	3.9	8.5	4.4	5.0
7	2.393	4.4	6.0	6.0	13.0	6.0	5.6
8	2.648	3.8	5.2	3.2	6.8	5.2	5.3
9	2.691	3.6	5.0	3.0	6.7	4.9	5.2
10	2.429	4.2	5.9	4.2	9.1	5.8	5.5
<b>Media</b>	<b>2.5</b>	<b>4.1</b>	<b>5.7</b>	<b>3.8</b>	<b>8</b>	<b>5.7</b>	<b>5.4</b>
<b>RMS</b>	<b>0.3</b>	<b>0.2</b>	<b>0.9</b>	<b>1.0</b>	<b>2</b>	<b>0.9</b>	<b>0.3</b>

*Comentarios acerca de estos ensayos.*

En general resultó difícil determinar la longitud de grieta. Ésta termina siendo un parámetro bastante subjetivo del observador, ya que no siempre está claro donde finaliza la grieta y comienza el material no dañado.

Todas las fórmulas empleadas se aplicaron indiscriminadamente tanto a la alúmina como a la circonia, sin atender a la estructura de grietas generadas, ya que se pretende encontrar una ecuación que sirva de forma universal. Gran parte de la ventaja de este método es su comodidad de aplicación, que se veía fuertemente limitada si hubiese que estar determinando por procesos de pulido del material, o de otro tipo, la estructura de grietas generadas para la carga utilizada en el ensayo del material.

En Mg-PSZ aparecieron frecuentemente grietas laterales, y el subsecuente descascarillamiento superficial, por lo que se limitó las cargas máximas de ensayo a 294 N. Por otro lado no se realizaron ensayos a cargas menores a los 98 N, ya que la longitud de las grietas creadas en este material es demasiado pequeña.

En  $Al_2O_3$ , el sistema de grietas radiales no siempre generaron un patrón perfecto en forma de cruz, produciéndose desviaciones considerables de las grietas respecto de la diagonal definida por la huella.

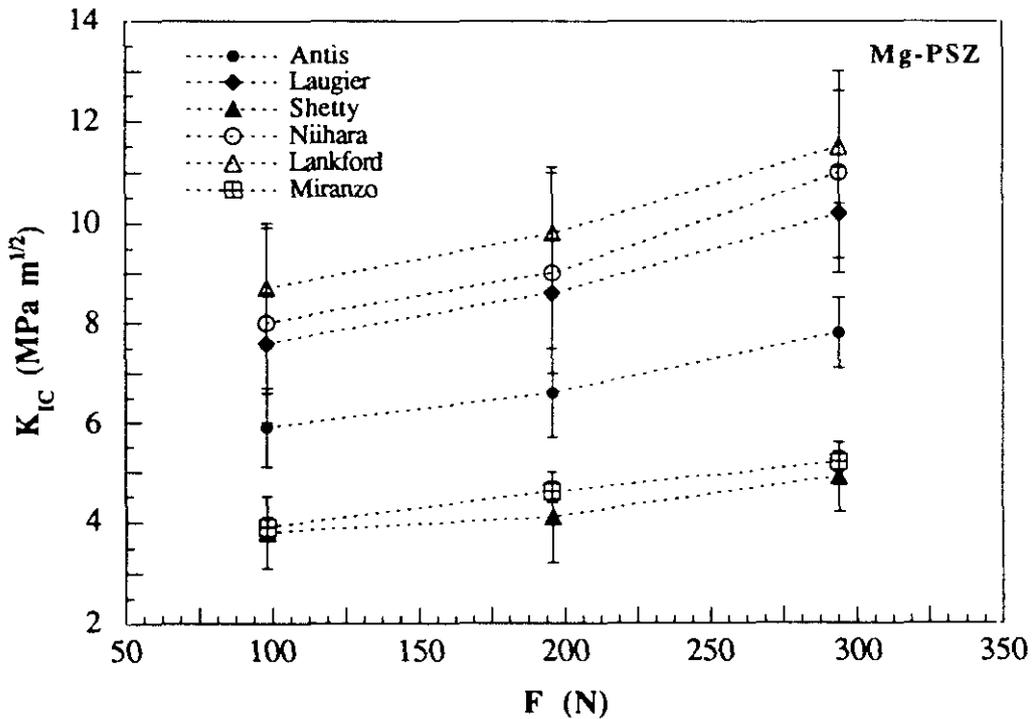


Fig. 3.15. Valores medios de la tenacidad en función de la carga de ensayo en Mg-PSZ.

Para la circonia la relación  $c/d$  fue para los tres casos de carga del orden de 1.29, con lo que el sistema de grietas generado es en principio del tipo Palmqvist, y las ecuaciones P-1 y P-2, junto a las de carácter general, deberían ser las que diesen un valor más cercano al real. Sin embargo, las ecuaciones P-1 y G-2 dan resultados similares, y muy por debajo del resto, Fig. 3.15. Para mayor sorpresa, las expresiones P-2 y M-2 dan lugar a valores de la tenacidad muy parecidos y de similar tendencia. Los resultados de G-1 quedan sólo ligeramente por encima de los anteriores. Todo esto contradice la idea de especificidad de las ecuaciones según la estructura de grietas generadas. Además, en todas las expresiones aparece una clara dependencia de la tenacidad medida respecto a la carga aplicada. Este comportamiento limita la aplicabilidad del método para este material.

En la alúmina la relación  $c/d$  es del orden de 2.5 para los tres casos, de forma que en principio se generarían un sistema de grietas del tipo media-radial. Por tanto, se podría aplicar las ecuaciones P-1 y P-2, además de las de carácter general. Sin embargo la ecuación P-1 da un valor bastante por debajo de las expresiones P-2, G-1, y G-2 (Fig. 3.16). En este caso son las ecuaciones P-1 y P-2 son las que han dado valores más extremos, por debajo y por encima respectivamente, como era de esperar. Las ecuaciones M-2, G-1, y la G-2 dan resultados muy parecidos, y de similar tendencia. En este caso, como para el anterior material, también aparece una clara dependencia de la tenacidad medida respecto a la carga aplicada.

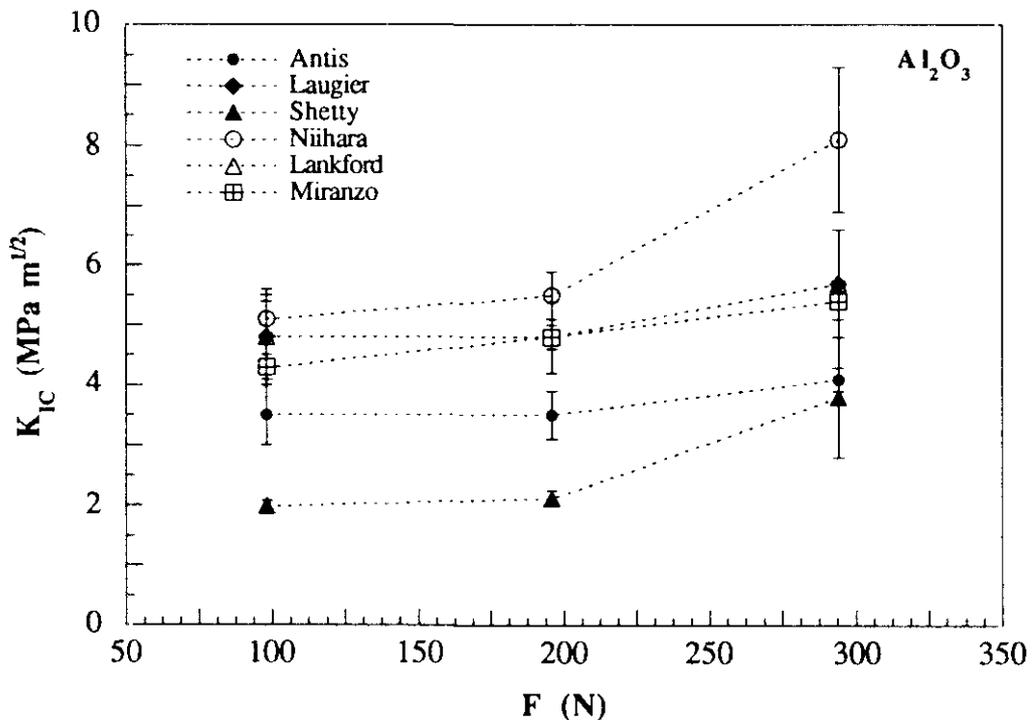


Fig. 3.16. Valores medios de la tenacidad en función de la carga de ensayo en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Un origen plausible de la dependencia del nivel de carga podría ser la vinculación de la dureza,  $H$ , con la fuerza de ensayo,  $F$ . Para comprobar esta hipótesis se ha representado  $H$

frente a  $F$  (Fig. 3.17), no observándose tal condicionamiento. Esto lleva a pensar que este comportamiento es una característica intrínseca del método de ensayo, independiente del material ensayado y de la expresión aplicada para el cálculo de la tenacidad.

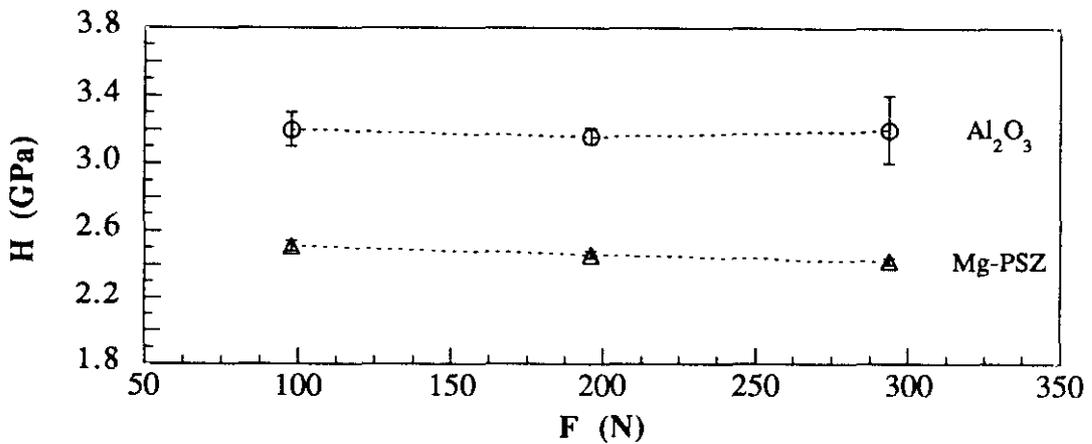


Fig. 3.17. Valores medios de la dureza en función de la carga de ensayo.

### 3.5 VIGAS EN FLEXIÓN

En los ensayos de flexión se han seleccionado dos geometrías de probetas entalladas y otras dos geometrías de probetas prefisuradas. Para las probetas entalladas se eligió la geometría de entalla recta, que denotaremos con las siglas SENB o SN (del inglés *Single Edge Straight Notch Beam*), y la de entalla triangular, a las que nos referiremos con las siglas CN (del inglés *Chevron Notch*). Dentro de estas dos geometrías existe una variación que no se ha tenido en cuenta dada su complejidad técnica, y la imposibilidad para conseguir el equipo de corte adecuado. Consiste en hacer que la entalla que termine en forma de "V" (Awaji y Sakaida 1990, Shih 1981), lo que reduce el radio de fondo de entalla y facilita la propagación de la grieta, aunque presenta algunos inconvenientes como son la reproducibilidad de las entallas, y la determinación de un factor de intensidad de tensiones corregido que tenga en cuenta el radio finito de estas entallas (Awaji y Sakaida 1992, Morrel y Bryne 1993).

Para la prefisuración de las probetas se optó por dos técnicas, una que genera grietas superficiales introducidas con una punta Vickers (en lo que sigue denominaremos a estas probetas por las siglas IS, del inglés *Indentation Strength*), y otra, que describiremos en detalle más adelante, que genera grietas largas.

Todos los ensayos se realizaron en una máquina electromecánica vertical de ensayos INSTRON, modelo 4505. El control de la máquina se realizó en desplazamiento. La carga se midió con una célula de carga de  $\pm 1000$  N de fondo de escala, lo que garantiza una resolución en la medida mejor de 1 N. La determinación del desplazamiento del punto de aplicación de

la carga se efectuó midiendo el desplazamiento del puente de la máquina con un extensómetro LVDT de  $\pm 1$  mm de recorrido, y  $1 \mu\text{m}$  de resolución. Los valores de la carga y del desplazamiento fueron leídos mediante un sistema de adquisición de datos Keithley de 12 bits ( $\pm 5$  mV de resolución en la lectura), a una frecuencia de 1Hz. Esta señal fue enviada a un ordenador personal para su almacenamiento.

Las dimensiones nominales de las probetas fueron 45 mm de longitud, 4 mm de canto, y 3 mm de espesor. La tenacidad se evaluó en flexión en tres y cuatro puntos<sup>12</sup>. La distancia entre apoyos inferiores  $L$  (Fig. 3.11), y  $L_1$  (Fig. 3.12) fue de 40 mm, la distancia entre apoyos superiores,  $L_2$ , fue de 20 mm (Fig. 3.12). En la ejecución de los ensayos se tuvieron las siguientes precauciones:

- 1) Las probetas se rectificaron para eludir todas las posibles irregularidades superficiales, y conseguir una mayor precisión en sus dimensiones definitivas.
- 2) Las aristas se biselaron para impedir que se clavasen en los rodillos de apoyo y los contactos fueran irregulares.
- 3) Se tuvo especial cuidado en el perfecto centrado y alineamiento del dispositivo de carga y la probeta a fin de evitar posibles torsiones.
- 4) El sistema de carga se fabricó en material cerámico (Fig. 3.18) para aumentar la rigidez del sistema de carga, y que así fuese más fácil conseguir ensayos estables. Este dispositivo consiste en dos barras de alúmina de 99.7% de pureza, y 60 mm de diámetro, respectivamente fijadas a la célula de carga y al puente de la máquina. Coaxial con estas barras se coloca el equipo de flexión en tres o cuatro puntos. Este dispositivo está fabricado con carburo de silicio de alta dureza para impedir que la probeta deforme los rodillos de apoyo.
- 5) A los rodillos de apoyo se les permitió girar sobre sí mismos, para reducir las fricciones en los contactos con la probeta, aunque no desplazarse libremente. A fin de evitar posibles torsiones debidas al alabeo de las superficies de apoyo de la probeta, los dos rodillos inferiores, y uno de los superiores del dispositivo de flexión en cuatro puntos pueden pivotar libremente en dirección perpendicular a su eje (Fig. 3.19).
- 6) Antes de ser ensayadas se fijó con pegamento a los extremos de cada una de las probetas la mitad rota de otra, para así compensar el efecto del peso propio.
- 7) La medida de las entallas y las pregrietas se efectuó lateralmente antes de ser ensayadas, y una vez rotas sobre cinco puntos equidistantes de la superficie de fractura, utilizando un proyector de perfiles con resolución de  $\pm 1 \mu\text{m}$ .

---

<sup>12</sup>En adelante denominaremos con por las siglas TPB a las probetas de flexión en tres puntos, y FPB a las de flexión en cuatro puntos.

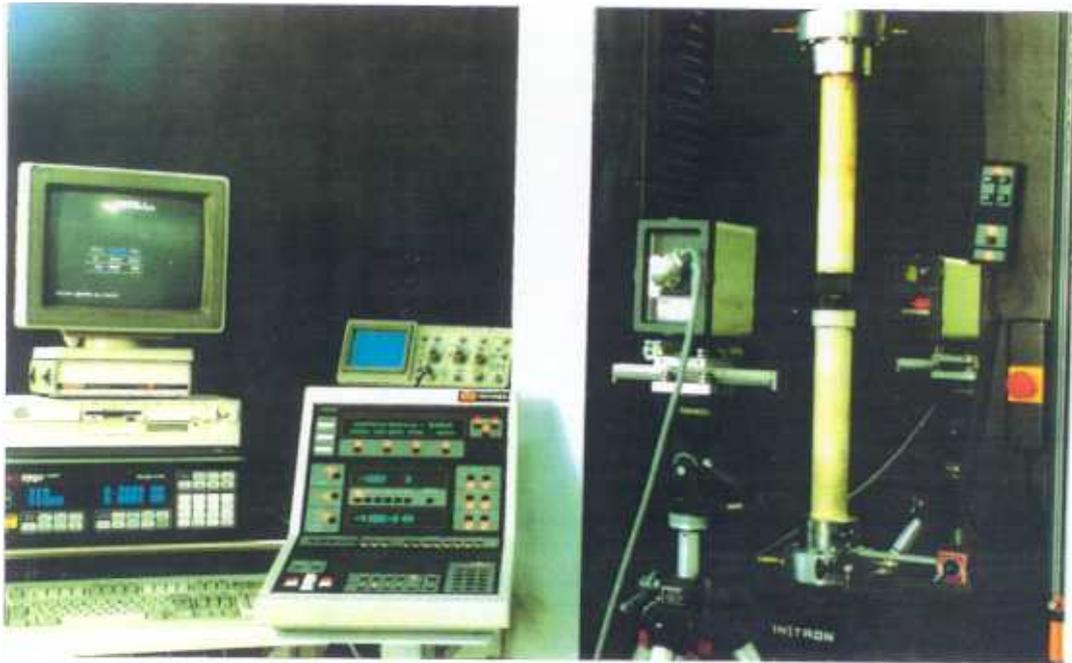


Fig. 3.18 Aspecto del dispositivo de ensayo para vigas en flexión.

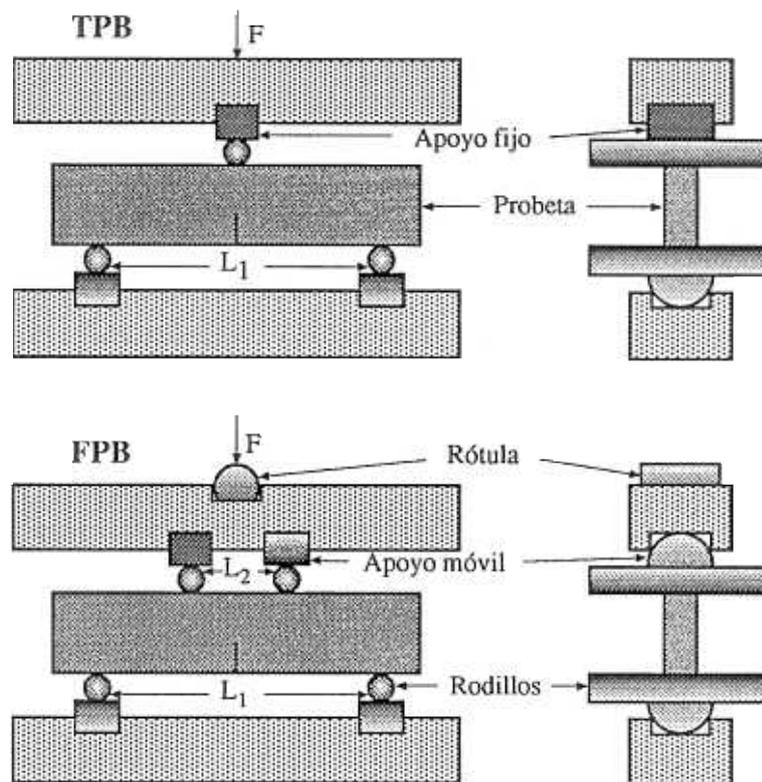


Fig. 3.19 Detalle de los sistemas de flexión en tres y cuatro puntos.

### 3.5.1 Probetas con entalla recta

Se ensayaron probetas con entalla recta hasta el 50% del canto en flexión en tres y cuatro puntos. El radio de fondo de entalla fue el menor de los posibles ( $32\ \mu\text{m}$ ) utilizando los dispositivos de corte actualmente comercializados. Adicionalmente, en algunas probetas de flexión en tres puntos se introdujeron entallas de espesor bastante mayor ( $320\ \mu\text{m}$ ) para comprobar la influencia del espesor de la entalla en la tenacidad de fractura medida. La Fig. 3.20 muestra el aspecto de las entallas introducidas.

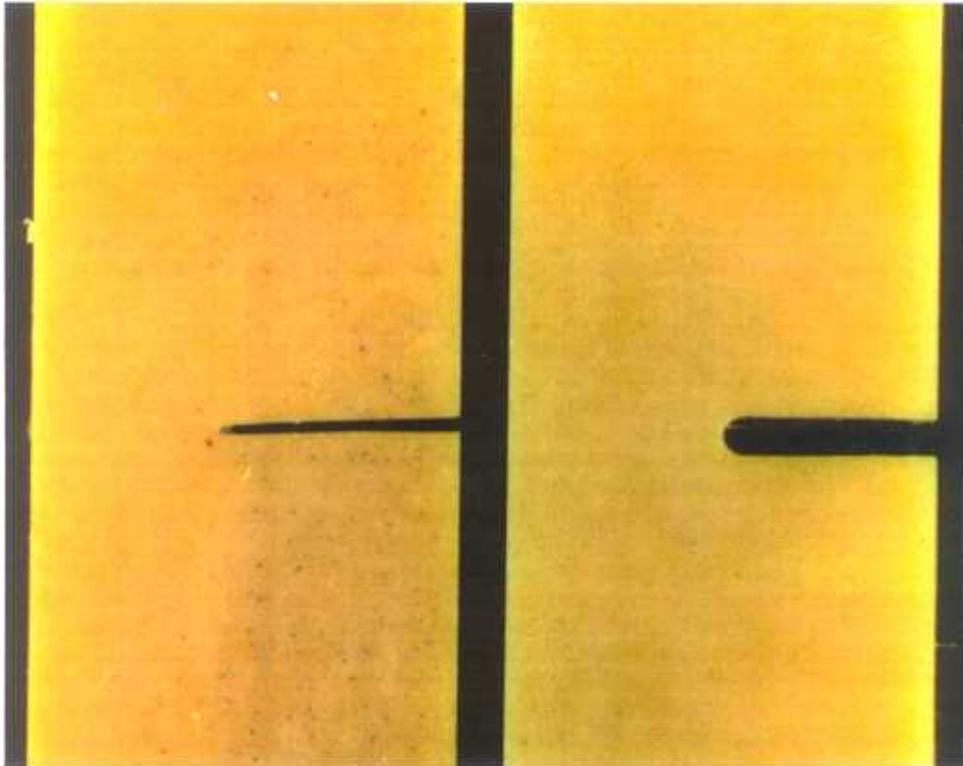


Fig. 3.20 Aspecto de las entallas introducidas.

Para realizar las entallas de  $32\ \mu\text{m}$  de radio se instaló un disco diamantado de  $50\ \mu\text{m}$  de espesor, y  $100\ \text{mm}$  de diámetro, en una máquina especialmente adaptada para conseguir entallas perfectamente rectas. El disco se hizo girar a  $400\ \text{rpm}$ , y se refrigeró con aceite. En las probetas con radio de fondo de entalla de  $160\ \mu\text{m}$ , el corte se introdujo sirviéndonos de una sierra de hilo diamantado. El espesor del hilo empleado es de  $300\ \mu\text{m}$ , y el dispositivo se refrigeró por agua.

Durante el ensayo la velocidad nominal de desplazamiento del actuador fue de  $50\ \mu\text{m}/\text{min}$ . No obstante, en algunas de las probetas de flexión en cuatro puntos se modificó la velocidad de ensayo, no encontrándose variaciones significativas en la tenacidad.

Tabla 3.10. Resultados individuales de las probetas SENB para flexión en cuatro puntos en Mg-PSZ.

Radio de entalla de 32  $\mu\text{m}$ .

Probeta	a/W	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
Mg-PSZ-1SN	0.51002	7.726
Mg-PSZ-2SN	0.52252	7.877
Mg-PSZ-3SN	0.50252	7.462
Mg-PSZ-4SN	0.50752	8.091
Mg-PSZ-5SN	0.54252	7.989
Mg-PSZ-6SN	0.52252	7.996
Mg-PSZ-7SN	0.51002	7.948
<b>Media</b>		<b>7.9</b>
<b>RMS</b>		<b>0.2</b>

Tabla 3.11. Resultados individuales de las probetas SENB para flexión en tres puntos en Mg-PSZ.

Radio de entalla de 32  $\mu\text{m}$ .

Probeta	a/W	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
Mg-PSZ-11SN	0.5550	6.564
Mg-PSZ-12SN	0.5125	6.923
Mg-PSZ-13SN	0.4875	6.908
<b>Media</b>		<b>6.8</b>
<b>RMS</b>		<b>0.2</b>

Tabla 3.12. Resultados individuales de las probetas SENB para flexión en tres puntos en Mg-PSZ.

Radio de entalla de 160  $\mu\text{m}$ .

Probeta	a/W	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
Mg-PSZ-8SN	0.6812	7.645
Mg-PSZ-9SN	0.5225	7.136
Mg-PSZ-10SN	0.5025	7.969
<b>Media</b>		<b>7.6</b>
<b>RMS</b>		<b>0.4</b>

Tabla 3.13. Resultados individuales de las probetas SENB para flexión en cuatro puntos en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .Radio de entalla de 32  $\mu\text{m}$ .

Probeta	a/W	$K_{IC}$ ( $\text{MPa m}^{1/2}$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -1SN	0.5100	3.018.
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -2SN	0.5010	3.073
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -3SN	0.4675	3.268
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -4SN	0.5100	3.183
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -5SN	0.5050	3.253
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -6SN	0.5075	3.158
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -7SN	0.5225	2.864
<b>Media</b>		<b>3.2</b>
<b>RMS</b>		<b>0.1</b>

Tabla 3.14. Resultados individuales de las probetas SENB para flexión en tres puntos en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .Radio de entalla de 32  $\mu\text{m}$ .

Probeta	a/W	$K_{IC}$ ( $\text{MPa m}^{1/2}$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -11SN	0.5100	2.883
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -12SN	0.4975	3.265
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -13SN	0.5125	3.060
<b>Media</b>		<b>3.1</b>
<b>RMS</b>		<b>0.2</b>

Tabla 3.15. Resultados individuales de las probetas SENB para flexión en tres puntos en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .Radio de entalla de 160  $\mu\text{m}$ .

Probeta	a/W	$K_{IC}$ ( $\text{MPa m}^{1/2}$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -8SN	0.5100	4.015
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -9SN	0.5010	3.858
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -10SN	0.4675	3.032
<b>Media</b>		<b>3.6</b>
<b>RMS</b>		<b>0.5</b>

En el cálculo del factor de intensidad de tensiones se utilizó la fórmula de Tada (Tada *et al.* 1985) en el caso de flexión en tres puntos, y de la fórmula de Munz (Munz y Fett 1989) en el caso de flexión en cuatro puntos. Las Tablas 3.10 a 3.15 muestran los resultados obtenidos tanto para la alúmina como para la circonia.

## Comentarios acerca de estos ensayos.

En ambos materiales, y para todos los dos espesores de entalla, los ensayos de flexión en tres puntos resultaron ser estables, mientras que los de flexión en cuatro puntos fueron inestables (Fig. 3.21 y 3.22).

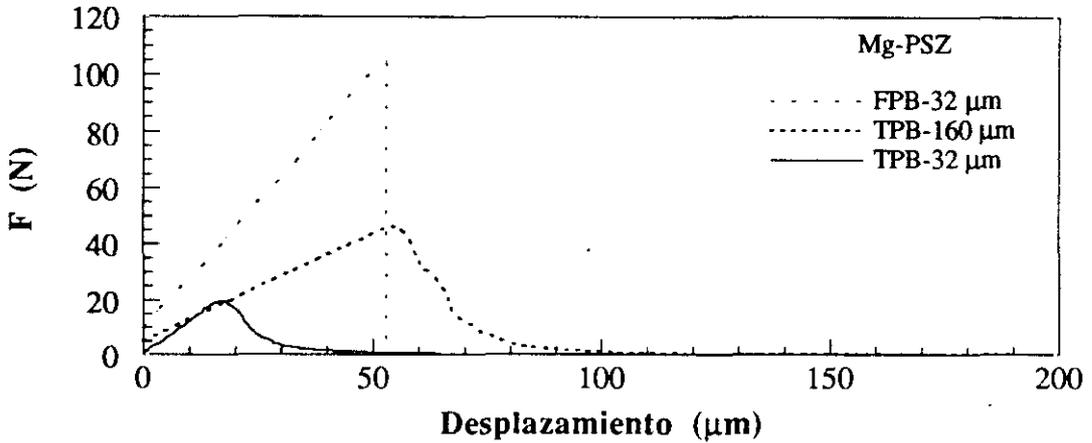


Fig. 3.21. Curvas Fuerza-Desplazamiento típicas de los ensayos SENB en Mg-PSZ.

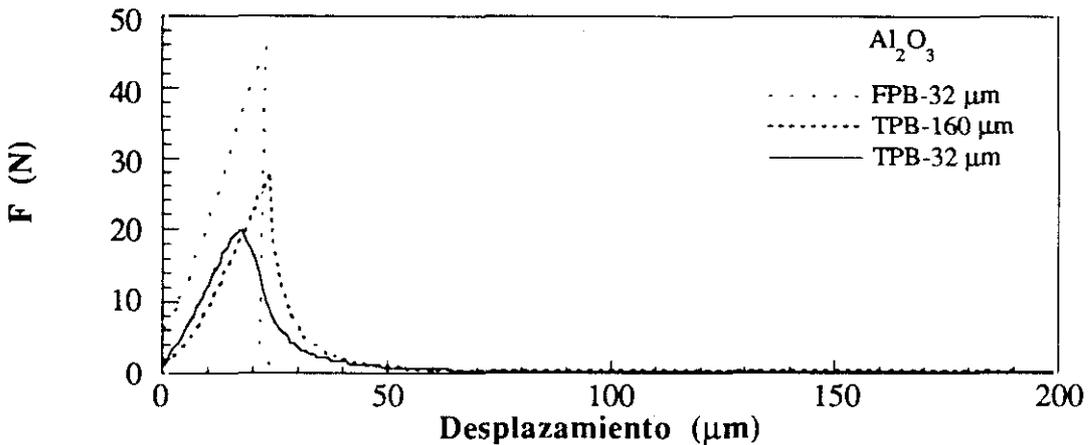


Fig. 3.22. Curvas Fuerza-Desplazamiento típicas de los ensayos SENB en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

La influencia de la anchura de entalla y tipo de flexión en la tenacidad se puede ver en las Figs. 3.23 y 3.24. Para ambas la tenacidad medida disminuye significativamente al reducirse el radio de fondo de entalla (16% para la alúmina y 12% para la circonia). Esta dependencia puede ser debida a la influencia del proceso del mecanizado de las entallas en las probetas. Es de esperar que a mayor espesor de la entalla mayor sea la zona alterada —por transformación tenaz, microfisuración, etc.— alrededor del fondo de la entalla (Wang *et al.* 1992), lo cual justificaría un aumento de la tenacidad con el incremento del radio de fondo de entalla. Superpuesto a este efecto, aparece otro de igual tendencia debido a utilizar un radio de fondo de entalla finito cuando el cálculo de la tenacidad lo estamos realizando con unas expresiones derivadas para el caso de una grieta real (Pabst 1976). Evidentemente, cuanto

mayor sea el radio de fondo de entalla menor será el factor de intensidad de tensiones en ese punto, y más difícil el generar la grieta, y en consecuencia mayor la tenacidad medida.

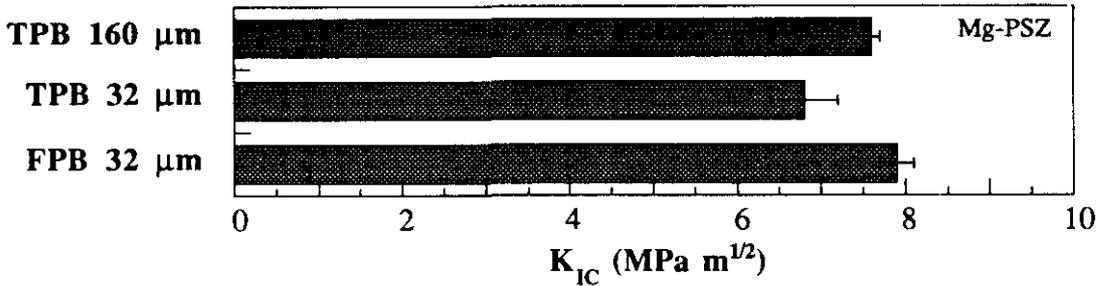


Fig. 3.23. Valores medios de la tenacidad (SENB) en función del dispositivo de ensayo y el radio de fondo de entalla en Mg-PSZ.

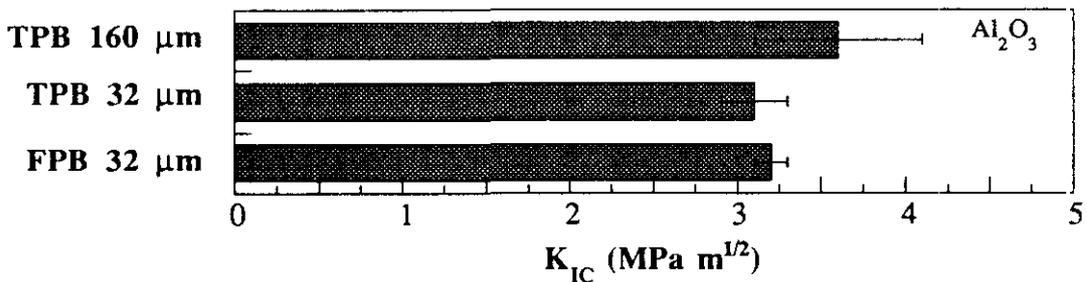


Fig. 3.24. Valores medios de la tenacidad (SENB) en función del dispositivo de ensayo y el radio de fondo de entalla en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

El valor de la tenacidad obtenido en probetas de FPB es del orden de un 3% superior al de las TPB. Este efecto puede deberse a la mayor fricción (existe un rodillo de apoyo y una rótula adicionales) que presenta este dispositivo (Rief y Kromp 1988).

### 3.5.2 Probetas con entalla triangular

La geometría de probetas con entalla triangular se puede ver en la Fig. 3.25. Para esta geometría se realizaron ensayos en flexión en tres y cuatro puntos. Las entallas se mecanizaron con un hilo de diamante de  $300 \mu\text{m}$  de diámetro, siendo el espesor de la entalla resultante de  $320 \mu\text{m}$ . Los valores nominales para  $a_0$  y  $a_1$  fueron de 1.2 y 4.0 mm, respectivamente. La velocidad nominal de desplazamiento del actuador fue de  $50 \mu\text{m}/\text{min}$ . En algunas de las probetas de flexión en cuatro puntos se varió la velocidad de ensayo no encontrándose variaciones significativas en la tenacidad medida. En el cálculo de la tenacidad de fractura se empleó la fórmula de Munz (Munz 1980) tanto para flexión en tres como para cuatro puntos. Las Tablas 3.16 a 3.19 muestran los resultados obtenidos tanto para la alúmina, y para la circonia.

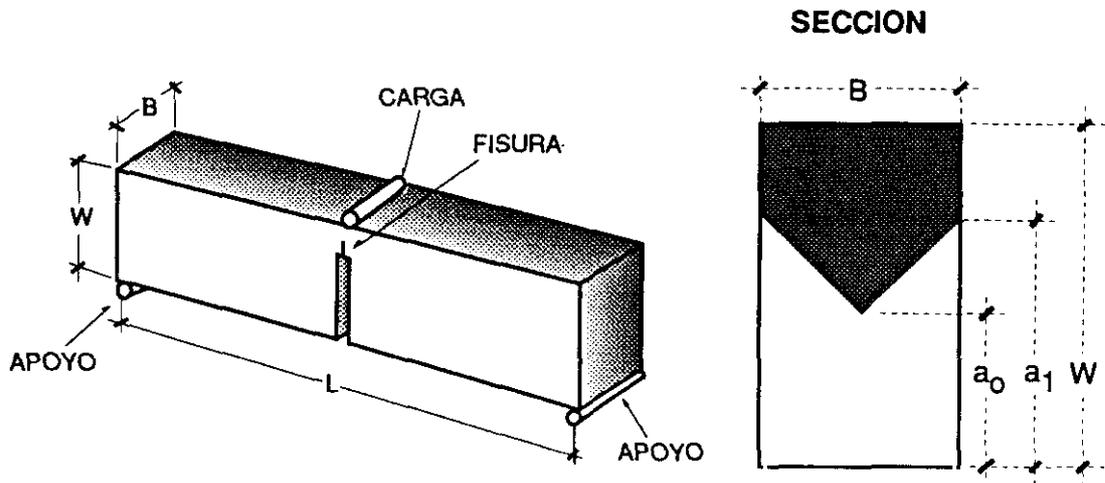


Fig. 3.25. Geometría de las probetas con entalla triangular.

Tabla 3.16. Resultados individuales de las probetas CN para flexión en cuatro puntos en Mg-PSZ.

Radio de entalla de 160  $\mu\text{m}$ .

Probeta	$a_0/W$	$a_1/W$	$F_{\max}$ (N)	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
Mg-PSZ-1CN	0.3375	0.9750	68.90	11.60
Mg-PSZ-2CN	0.3500	0.9825	54.81	9.554
Mg-PSZ-3CN	0.3250	0.9400	70.39	10.97
Mg-PSZ-4CN	0.3450	0.9500	64.34	10.55
Mg-PSZ-5CN	0.2950	0.9050	70.73	9.894
Mg-PSZ-6CN	0.3510	0.9600	60.51	10.19
Mg-PSZ-7CN	0.4000	1.000	58.69	11.52
<b>Media</b>				<b>10.6</b>
<b>RMS</b>				<b>0.8</b>

Tabla 3.17. Resultados individuales de las probetas CN para flexión en tres puntos en Mg-PSZ.

Radio de entalla de 160  $\mu\text{m}$ .

Probeta	$a_0/W$	$a_1/W$	$F_{\max}$ (N)	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
Mg-PSZ-8SN	0.2675	1.000	35.54	9.391
Mg-PSZ-9SN	0.2175	0.8750	41.58	8.400
Mg-PSZ-10SN	0.2075	0.9300	40.20	8.646
<b>Media</b>				<b>8.8</b>
<b>RMS</b>				<b>0.5</b>

Tabla 3.18. Resultados individuales de las probetas CN para flexión en cuatro puntos en  $Al_2O_3$ .

Radio de entalla de 160  $\mu m$ .

Probeta	$a_0/W$	$a_1/W$	$F_{max}$ (N)	$K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )
$Al_2O_3$ -1CN	0.4350	1.000	16.69	3.491
$Al_2O_3$ -2CN	0.3950	0.9625	19.51	3.561
$Al_2O_3$ -3CN	0.4725	1.000	15.63	3.495
$Al_2O_3$ -4CN	0.4200	0.9750	17.83	3.474
$Al_2O_3$ -5CN	0.4625	1.000	14.50	3.185
$Al_2O_3$ -6CN	0.4520	0.9825	16.81	3.509
$Al_2O_3$ -7CN	0.3910	0.9600	19.34	3.490
<b>Media</b>				<b>3.5</b>
<b>RMS</b>				<b>0.1</b>

Tabla 3.19. Resultados individuales de las probetas CN para flexión en tres puntos en  $Al_2O_3$ .

Radio de entalla de 160  $\mu m$ .

Probeta	$a_0/W$	$a_1/W$	$F_{max}$ (N)	$K_{IC}$ (MPa $m^{1/2}$ )
$Al_2O_3$ -8SN	0.3450	1.000	9.525	2.910
$Al_2O_3$ -9SN	0.5025	1.000	5.155	2.891
$Al_2O_3$ -10SN	0.4150	1.000	8.200	3.337
<b>Media</b>				<b>3.0</b>
<b>RMS</b>				<b>0.1</b>

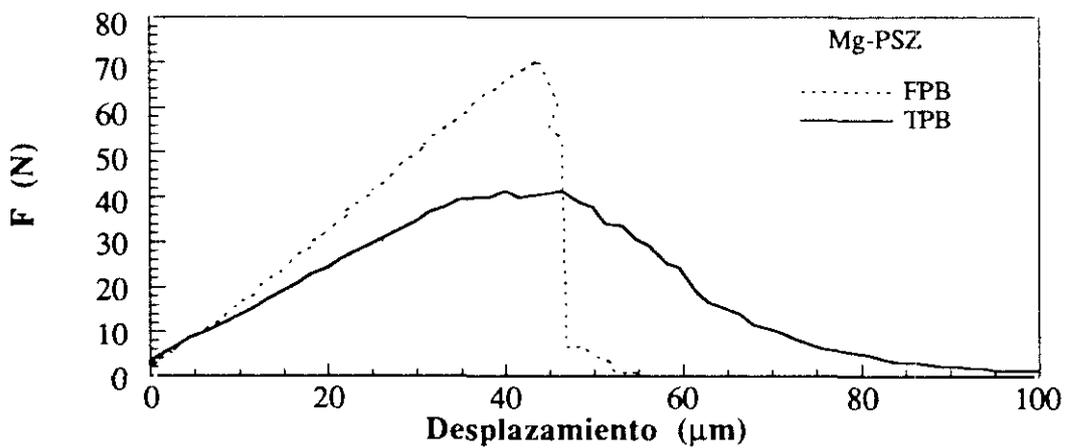


Fig. 3.26. Curvas Fuerza-Desplazamiento típicas de los ensayos CN en Mg-PSZ

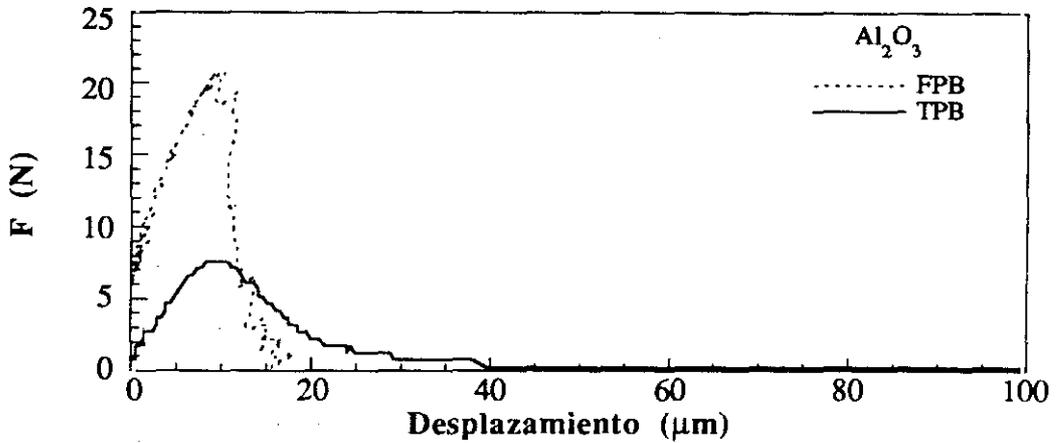


Fig. 3.27. Curvas Fuerza-Desplazamiento típicas de los ensayos CN en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

*Comentarios acerca de estos ensayos.*

Los ensayos de flexión en cuatro puntos son cuasiestables (la carga cae rápidamente después del máximo, aunque luego se recupera parcialmente el control del ensayo), mientras los de tres puntos son siempre estables en ambos materiales (Fig. 3.26 y 3.27). En todos los ensayos existe crecimiento considerable de grieta previo a la carga máxima (Fig 3.26 y 3.27) lo que podría afectar a la tenacidad de fractura calculada. Además, aparecen problemas en la reproducibilidad de las entallas introducidas.

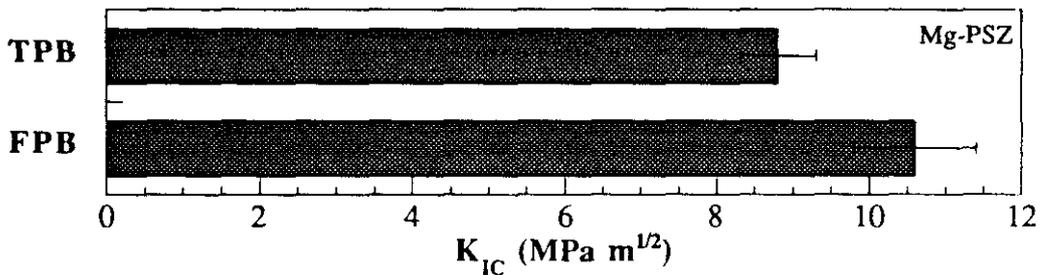


Fig. 3.28. Valores medios de la tenacidad (CN) en función del dispositivo de ensayo en Mg-PSZ.

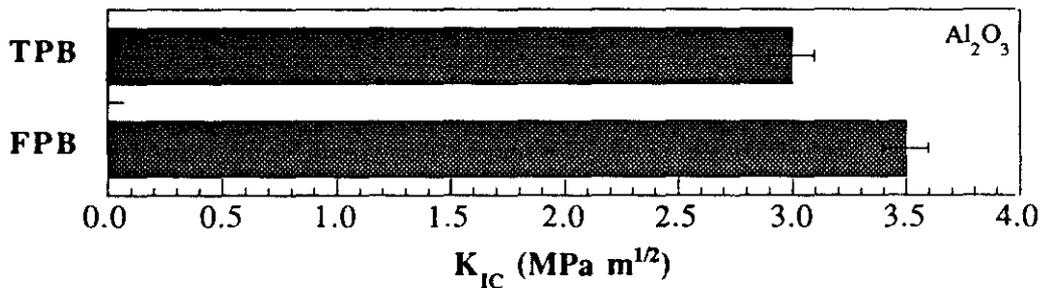


Fig. 3.29. Valores medios de la tenacidad (CN) en función del dispositivo de ensayo en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

De nuevo el mayor valor de la tenacidad obtenido en probetas de flexión en cuatro puntos es mayor (del orden del 18%) que en las de tres puntos (Fig. 3.28 y 3.29). En este caso es más difícil atribuir este efecto sólo a la mayor fricción que presenta el dispositivo de flexión en cuatro puntos, aunque estaría dentro de los márgenes posibles (Guinea 1990).

### 3.5.3 Probetas prefisuradas con grietas cortas

Este método de ensayo fue propuesto por Chantikul (Chantikul *et al.* 1981), aunque se han introducido algunas modificaciones posteriormente (Cook y Lawn 1983, Newman y Raju 1981). Consiste en la introducción de una grieta superficial con un penetrador Vickers en cualquier geometría de fractura (discos, anillos, barras,...) que se desee. El método surgió como una variación de la expresión de Antis (Antis *et al.* 1981) para grietas superficiales controladas con lo que se evita tener que realizar la medida de la longitud de grieta introducida y los errores e inconvenientes que lleva aparejados. La expresión de la tenacidad de fractura es similar a la propuesta por Antis, pero ahora la dependencia con la longitud de grieta,  $c$ , se cambia por la dependencia con la tensión de rotura. En el caso de flexión en cuatro puntos la expresión normalizada queda como sigue:

$$K_{IC} = 0.58 \left( \frac{E}{H_v} \right)^{1/8} (\sigma_c F^{1/3})^{3/4} \quad \text{donde} \quad \sigma_{m\acute{a}x} = \frac{3(L_1 - L_2) F_{m\acute{a}x}}{2 W B^2}$$

siendo  $F_{m\acute{a}x}$  la carga de rotura de la probeta.

En la Fig. 3.30 se puede ver la geometría de las probetas empleadas en estos ensayos. Estas probetas se ensayaron sólo en flexión en cuatro puntos por motivos que se expondrán más adelante.

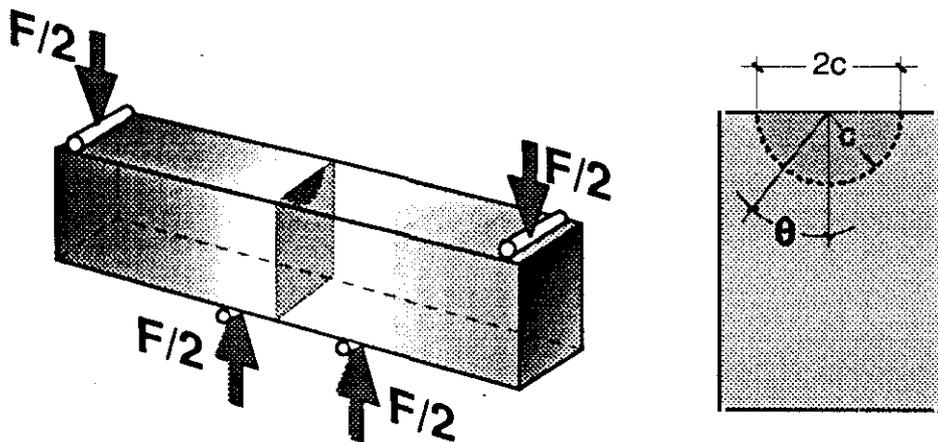


Fig. 3.30. Geometría de las probetas prefisuradas con carga Vickers.

Tabla 3.20. Resultados individuales de las probetas IS prefisuradas con cargas de 49 N en Mg-PSZ.

Probeta	$\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)	$K_{\text{IC}}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Mg-PSZ-1IS	451.562	8.347
Mg-PSZ-2IS	483.000	8.779
Mg-PSZ-3IS	447.812	8.294
Mg-PSZ-4IS	481.312	8.756
Mg-PSZ-5IS	453.625	8.375
<b>Media</b>		<b>8.5</b>
<b>RMS</b>		<b>0.2</b>

La prefisuración se realizó utilizando un durómetro universal CENTAUR modelo RB2 DA Duplex. A este equipo se acoplo una punta Vickers y un dispositivo de centrado que permitió orientar las gietas introducidas perfectamente perpendiculares a las aristas de la probeta. Las cargas empleadas en la prefisuración fueron dos, 49 y 294 N. Estos valores se eligieron a propósito muy diferentes para comprobar el efecto que produce la carga de prefisuración en la tenacidad medida.

Tabla 3.21. Resultados individuales de las probetas IS prefisuradas con cargas de 294 N en Mg-PSZ.

Probeta	$\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)	$K_{\text{IC}}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Mg-PSZ-6IS	459.125	13.23
Mg-PSZ-7IS	484.250	13.77
Mg-PSZ-8IS	434.250	12.69
Mg-PSZ-9IS	452.062	13.07
Mg-PSZ-10IS	450.500	13.04
<b>Media</b>		<b>13.2</b>
<b>RMS</b>		<b>0.4</b>

Tabla 3.22. Resultados individuales de las probetas IS prefisuradas con cargas de 49 N en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Probeta	$\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)	$K_{\text{IC}}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -4IS	212.250	4.881
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -5IS	126.875	3.318
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -6IS	199.250	4.655
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -7IS	188.187	4.460
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -8IS	197.312	4.621
<b>Media</b>		<b>4.4</b>
<b>RMS</b>		<b>0.6</b>

Tabla 3.23. Resultados individuales de las probetas IS prefisuradas con cargas de 294 N en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Probeta	$\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)	$K_{\text{IC}}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -1IS	137.000	5.625
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -2IS	123.375	5.200
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -3IS	119.625	5.081
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -9IS	124.062	5.221
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -10IS	128.937	5.374
<b>Media</b>		<b>5.2</b>
<b>RMS</b>		<b>0.2</b>

La velocidad de desplazamiento del actuador fue de 50  $\mu\text{m}/\text{min}$ . No obstante, en algunas de las probetas se varió la velocidad de ensayo no encontrándose variaciones significativas en la tenacidad. Las Tablas 3.20 a 3.23 muestran los resultados obtenidos con este método de ensayo.

*Comentarios acerca de estos ensayos.*

Los ensayos resultaron ser altamente inestables (las probetas rompen estruendosamente al alcanzar la carga máxima) para ambos materiales (Fig. 3.31 y 3.32).

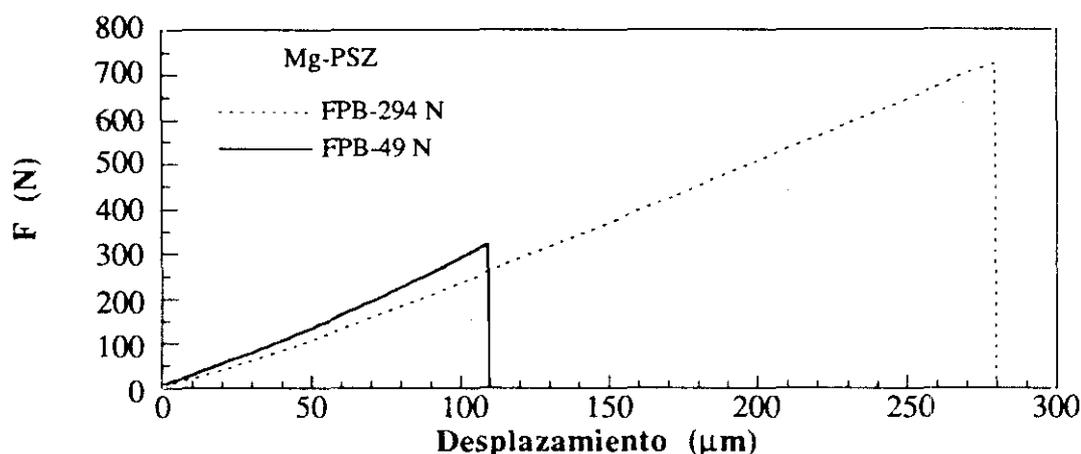


Fig. 3.31. Curvas Fuerza-Desplazamiento típicas de los ensayos IF en Mg-PSZ.

En la Mg-PSZ la tensión de fractura de las probetas prefisuradas a 49 N es similar a las prefisuradas a 294 N, lo que origina un valor de la tenacidad muy alto para el segundo caso (Fig. 3.33). A su vez, esta tensión de rotura, de 450 a 480 MPa, es muy parecida a la tensión de rotura en flexión en tres puntos dada por el fabricante para probetas sin fisura; y lo que es más, en algunos ensayos la probeta no rompió por el punto donde se introdujo la grieta, a pesar de lo cual la tensión de rotura fue similar<sup>13</sup>. Esto nos lleva a pensar que probablemente este material cerámico se esté comportando como un material tenaz, y que realmente estamos

<sup>13</sup>En las tablas sólo se han incluido los resultados procedentes de probetas rotas a partir de las pregrietas.

mediendo no es la tenacidad de fractura del material. Ésto descarta a este método como adecuado para caracterizar el comportamiento en fractura de materiales cerámicos de tenacidad relativamente elevada, y por tanto como método universal de caracterización del comportamiento en fractura de los materiales cerámicos. Dada esta situación, y que además para la alúmina (Fig. 3.34) aparece una fuerte dependencia de la tenacidad con la carga de prefisuración, (el  $K_{IC}$  se incrementa un 20% al pasar de 49 a 294 N la carga de prefisuración) se optó por no efectuar ensayos de fractura en flexión en tres puntos con este método, y reservar las probetas para su ensayo por otros métodos.

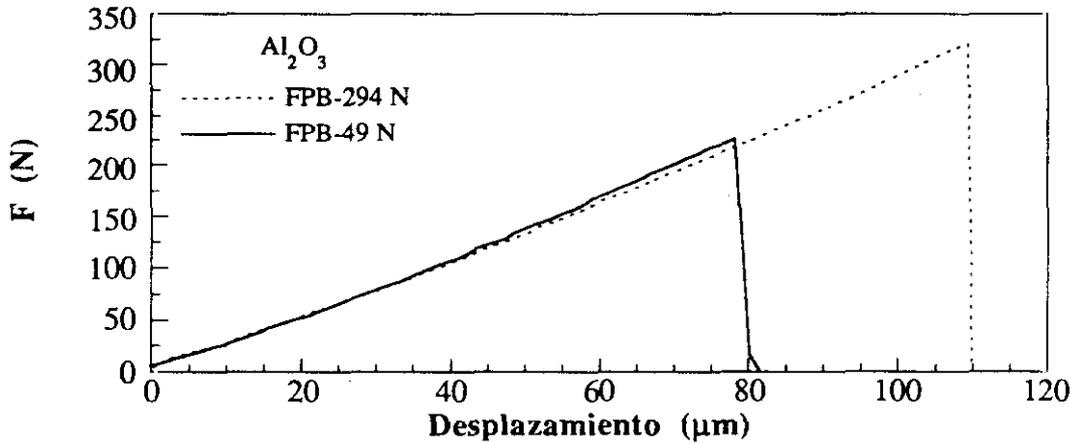


Fig. 3.32. Curvas Fuerza-Desplazamiento típicas de los ensayos IF en  $Al_2O_3$ .

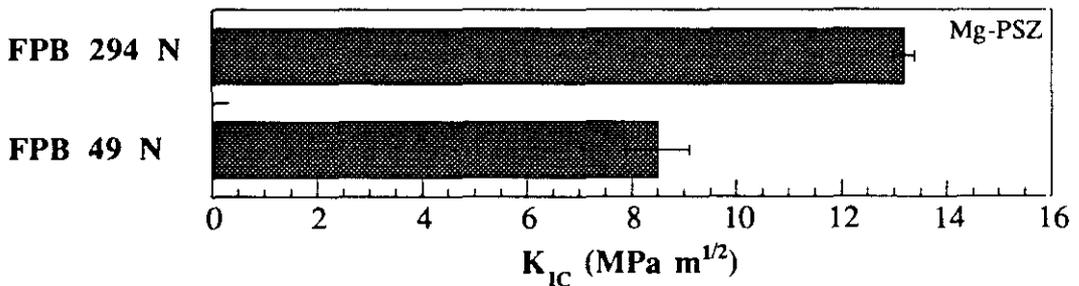


Fig. 3.33. Valores medios de la tenacidad (IS) en función de carga de prefisuración en Mg-PSZ.

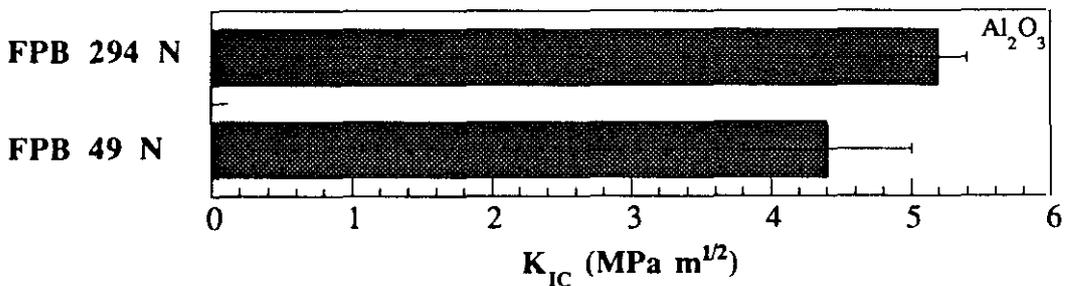


Fig. 3.34. Valores medios de la tenacidad (IS) en función de carga de prefisuración en  $Al_2O_3$ .

### 3.5.4 Probetas prefisuradas con grietas largas

De los múltiples métodos de generación de grietas largas en materiales cerámicos se eligió el desarrollado por Warren y Johannesson (Warren y Johannesson 1984), y que en traducción literal del inglés recibe el nombre de "indentación en puente" ("Bridge Indentation" en inglés). Este método, que inicialmente fue desarrollado para metales duros, no fue utilizado en materiales cerámicos hasta el trabajo seminal de Nose y Fujii en 1988 (Nose y Fujii 1988).

El método consiste en introducir en una viga de flexión un generador de la pregrieta. Este generador puede ser una o varias grietas superficiales, creadas a partir de una punta Vickers o Knoop, o una entalla de pequeño espesor, en el centro de la cara que será sometida a flexotracción. A continuación, se coloca la probeta con la cara del punzonamiento entre los apoyos del dispositivo de prefisuración. Éste es un sistema hiperestático de carga, comúnmente llamado *punto en compresión* (Fig. 3.35), y que suele fabricarse en acero de muy alta dureza.

Una vez perfectamente alineados probeta y dispositivo de prefisuración, se aplica carga lentamente mediante una máquina universal de ensayos. La grieta empieza a crecer superficialmente a partir del generador. Alcanzado un cierto nivel de carga, carga de propagación (*pop-in load*), la grieta avanza bruscamente, propagándose por las caras laterales de la probeta y provocando un "click" característico. Si en este momento se descarga la probeta se tiene una cierta longitud de grieta, que se puede acrecentar si se sigue incrementando la carga.

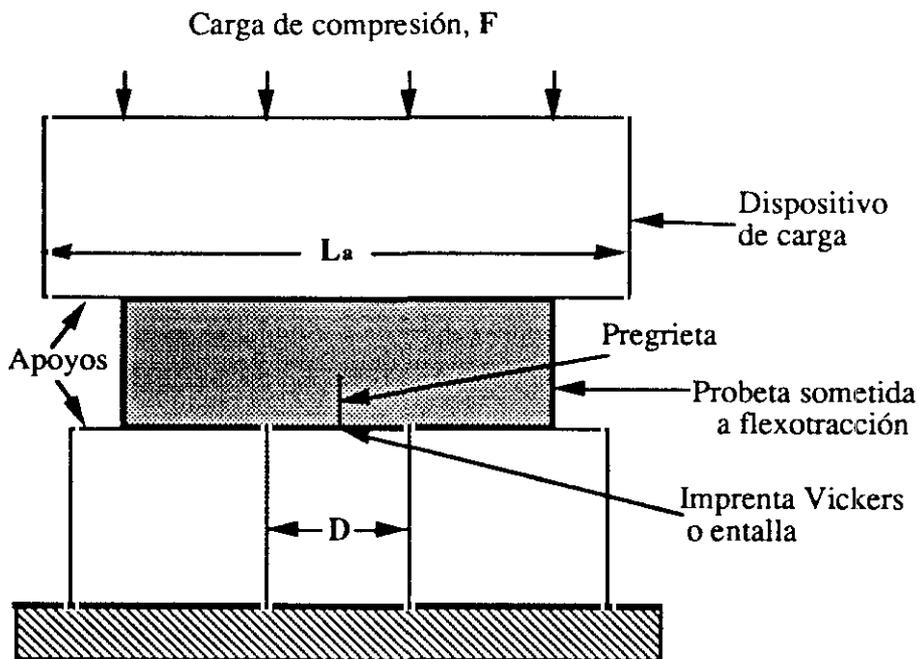


Fig. 3.35. Dispositivo para la propagación de grietas. Punto en compresión.

Fueron Nose y Fujii los que propusieron la denominación más ampliamente aceptada para esta nueva geometría de probetas, *Single-Edge-Precracked-Beam*, SEPB o SP en acrónimos, y que es la que en adelante utilizaremos.

Las condiciones para la propagación de la grieta dependen de diversos factores. Unos son fácilmente controlables (tipo de generador, distancia entre apoyos, carga máxima aplicada, longitud de los apoyos), otros sin embargo lo son bastante menos (material de ensayo, dureza del dispositivo de prefisuración, fricciones entre este y la probeta, regularidad de las grietas superficiales introducidas, rigidez de la máquina de ensayo). Ésto es por lo que, a pesar de haber transcurrido varios años desde la publicación del primer trabajo sobre el tema, han sido muy pocos los investigadores que han tratado de determinar las condiciones precisas para la propagación y crecimiento de grietas en estos materiales cerámicos (Bar-On *et al.* 1990, Mutoh *et al.* 1992, Choi *et al.* 1992). No obstante, y aunque todavía son pocos los laboratorios a nivel mundial que han desarrollado este método, la norma japonesa JIS R 1607 ya lo recoge, lo que da idea de las posibilidades futuras de la técnica.

En la elección de este método de prefisuración frente a otros se tuvo en consideración que es relativamente rápido, una vez establecidas las condiciones de fisuración, y consigue grietas de varios milímetros de longitud. Verbigracia, si lo comparamos con el crecimiento de grietas por fatiga en compresión, que precisa de varios días y consigue grietas de sólo unos cientos de micras, las ventajas son obvias.

Un análisis experimental de las condiciones de generación, y propagación de grietas en nuestro dispositivo de prefisuración se desarrolla en los subapartados posteriores. Las condiciones generales de fisuración de cada uno de los materiales se exponen a continuación.

#### Condiciones nominales de prefisuración y ensayo para Mg-PSZ:

- Como generador de la grieta se emplea una entalla recta de 64  $\mu\text{m}$  de espesor, y longitud  $c_0 = 0.55 \text{ mm}$  (Fig. 3.36).
- La distancia entre apoyos en el puente en compresión es de 4 mm. La longitud del apoyo superior,  $L_s$ , de 22 mm, y 9 mm para cada uno de los inferiores.
- Un dispositivo de amplificación acústica permite detectar la propagación de la grieta.
- El ensayo se realiza en control de desplazamiento, en una máquina universal de ensayos de 100 kN de capacidad. La velocidad de desplazamiento es de 200  $\mu\text{m}/\text{min}$  hasta la propagación de la grieta.
- Con estas condiciones la carga típica de propagación resulta ser de 55 kN, para una longitud de grieta,  $a \approx 1.6 \text{ mm}$  (Fig. 3.36).

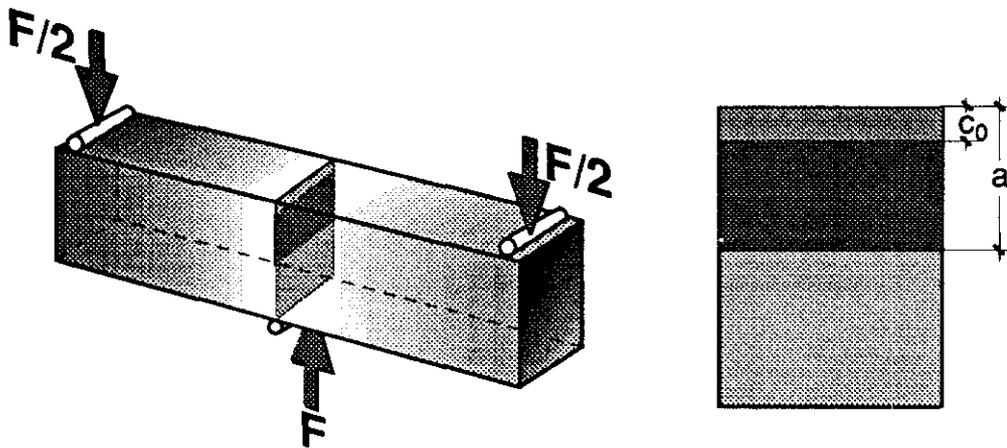


Fig. 3.36. Geometría de la pargireta de las probetas SEPB de Mg-PSZ.

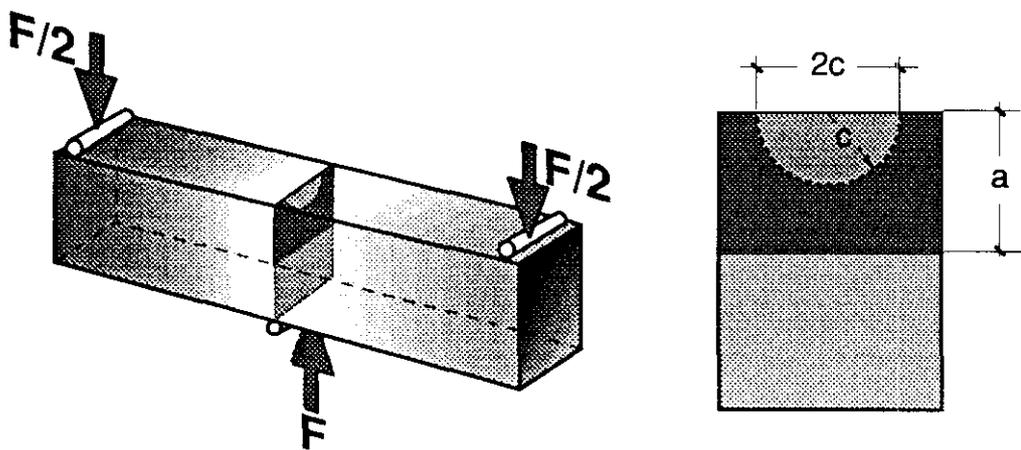


Fig. 3.37. Geometría de la pargireta de las probetas SEPB de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Condiciones nominales de prefisuración y ensayo para  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :

- En la alúmina se utiliza una única impronta Vickers de 441 N como generador de una grieta superficial de longitud  $2c$  (Fig. 3.37). La impronta se introdujo con un durómetro universal CENTAUR modelo RB2 DA Duplex. A este equipo se acopla una punta Vickers y un dispositivo de centrado para orientar perfectamente perpendiculares las grietas introducidas a los vértices de la probeta.
- La distancia entre apoyos en el puente en compresión es de 4 mm. La longitud del apoyo superior,  $L_a$ , y de los inferiores, excedió la longitud de la probeta ( $L_a > 45$  mm).
- Un dispositivo de amplificación acústica permite detectar la propagación de la grieta.

- El ensayo se realiza en control de desplazamiento en una máquina electromecánica de ensayos de 100 kN de capacidad. La velocidad de desplazamiento fue de 200  $\mu\text{m}/\text{min}$  hasta la propagación de la grieta.
- La carga típica de propagación resultó ser de 70 kN, para una longitud de grieta,  $a \approx 1.2 \text{ mm}$  (Fig. 3.37).

Tabla 3.24. Resultados individuales de probetas SEPB para flexión en cuatro puntos en Mg-PSZ.

Probeta	a/W	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
Mg-PSZ-1SP	0.4250	7.042
Mg-PSZ-2SP	0.5040	7.696
Mg-PSZ-4SP	0.3895	7.346
Mg-PSZ-6SP	0.3730	7.711
Mg-PSZ-7SP	0.4585	8.069
<b>Media</b>		<b>7.6</b>
<b>RMS</b>		<b>0.4</b>

Tabla 3.25. Resultados individuales de probetas SEPB para flexión en tres puntos en Mg-PSZ.

Probeta	a/W	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
Mg-PSZ-9SP	0.4250	7.932
Mg-PSZ-11SP	0.5040	7.435
Mg-PSZ-12SP	0.3895	7.252
<b>Media</b>		<b>7.5</b>
<b>RMS</b>		<b>0.4</b>

Tabla 3.26. Resultados individuales de probetas SEPB para flexión en cuatro puntos en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Probeta	a/W	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -1SP	0.4440	5.115
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -2SP	0.2225	4.050
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -3SP	0.2840	4.708
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -4SP	0.2550	4.769
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -6SP	0.5080	5.044
<b>Media</b>		<b>4.7</b>
<b>RMS</b>		<b>0.4</b>

Tabla 3.27. Resultados individuales de probetas SEPB para flexión en tres puntos en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Probeta	a/W	$K_{IC}$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -1SP	0.4440	4.899
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -2SP	0.2225	4.138
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -3SP	0.2840	4.558
<b>Media</b>		<b>4.5</b>
<b>RMS</b>		<b>0.4</b>

En el cálculo del factor de intensidad de tensiones nos servimos de la fórmula de Tada (Tada *et al.* 1985) en el caso de flexión en tres puntos, y de la fórmula de Munz (Munz y Fett 1989) en el caso de flexión en cuatro puntos. Los resultados de los ensayos de flexión en tres y cuatro puntos, para la alúmina como para la circonia, se muestran en las Tablas 3.24 a 3.27. La velocidad de desplazamiento del puente de la máquina fue de  $50 \mu\text{m}/\text{min}$ . En algunas probetas de flexión en cuatro puntos se varió la velocidad de ensayo, pero no se detectó influencia de este parámetro en la tenacidad de fractura medida.

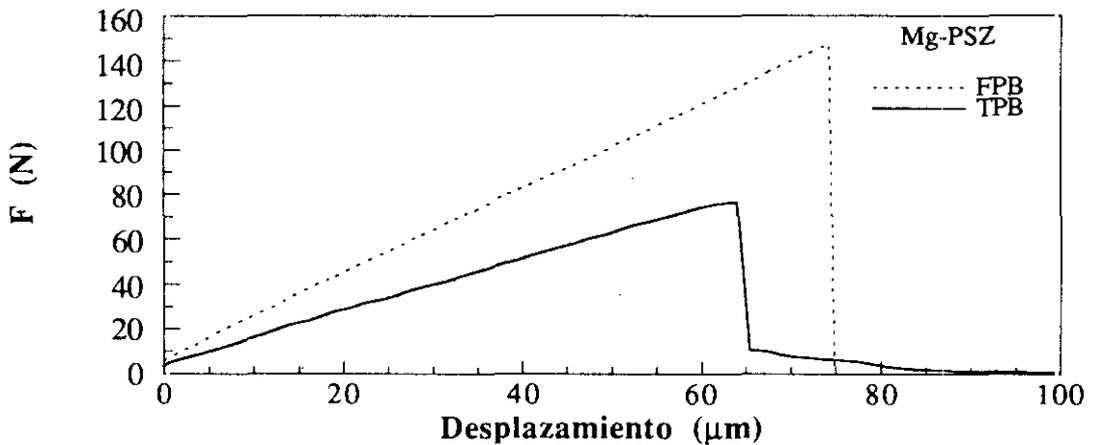
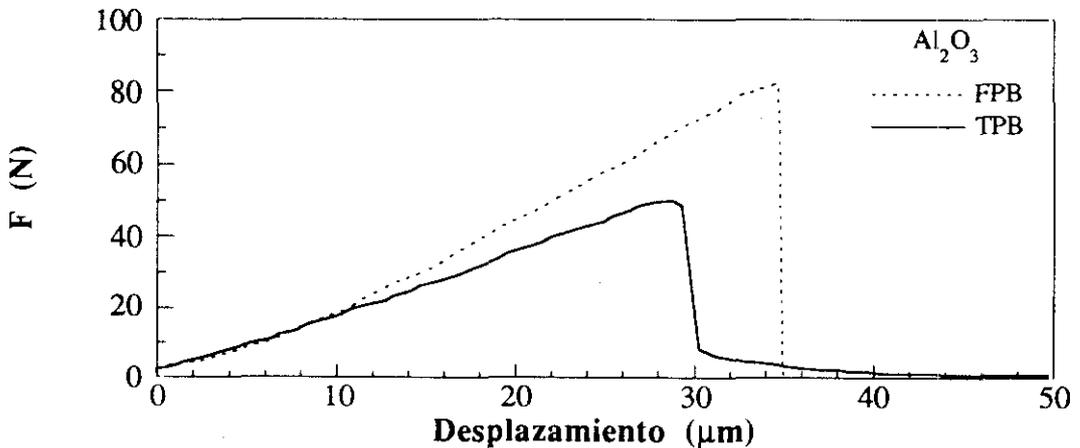


Fig. 3.38. Curvas Fuerza-Desplazamientos típicos de los ensayos SEPB en Mg-PSZ.

Fig. 3.39. Curvas Fuerza-Desplazamientos típicos de los ensayos SEPB en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

*Comentarios acerca de estos ensayos.*

Un inconveniente en el método de prefisuración es que fueron necesarias bastantes probetas para calibrar las condiciones de propagación adecuadas. A cambio fue posible establecer la influencia de los diversos parámetros en la prefisuración, como veremos en los subapartados posteriores. Un buen alineamiento del sistema de prefisuración con la probeta se demostró fundamental para conseguir un crecimiento homogéneo de la grieta en todo el espesor del material. En caso contrario la grieta crece más por una cara de la probeta que por la otra.

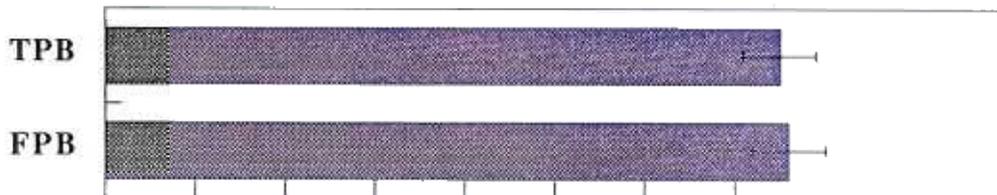


Fig. 3.40. Valores medios de la tenacidad (SP) en función del dispositivo de flexión en Mg-PSZ.

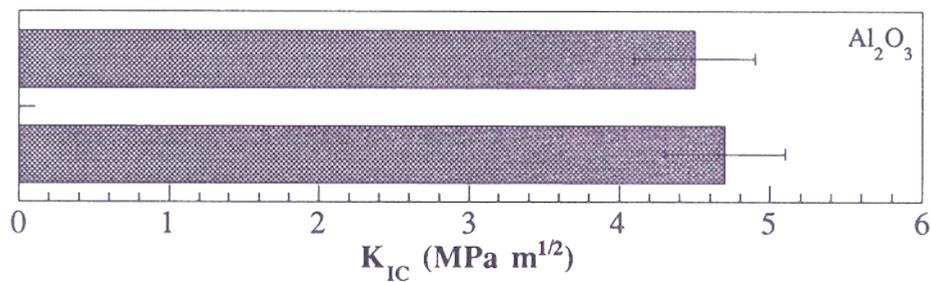


Fig. 3.41. Valores medios de la tenacidad (SP) en función del dispositivo de flexión en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

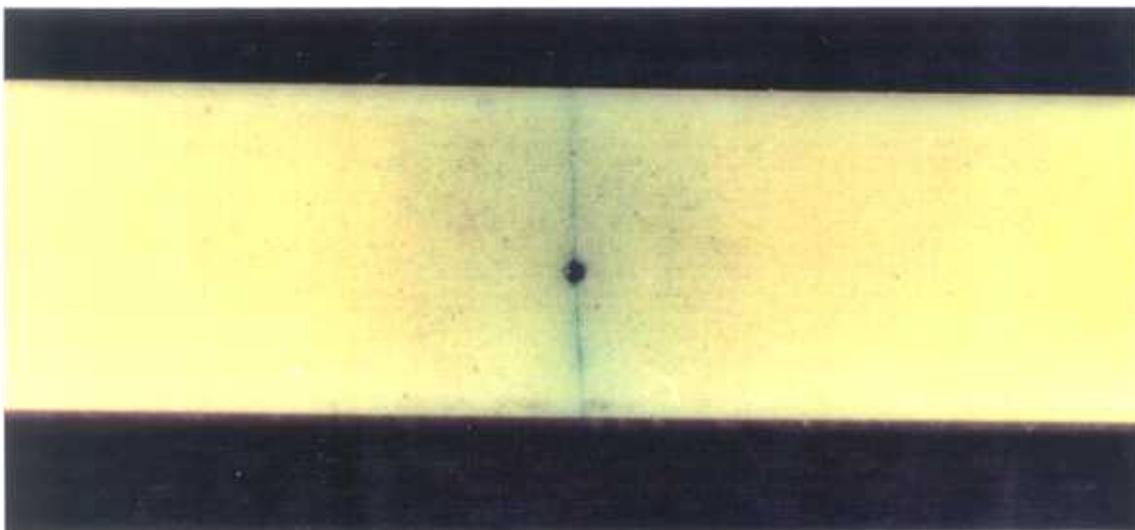


Fig. 3.42. Aspecto de la pregrieta propagada a partir del generador en alúmina.

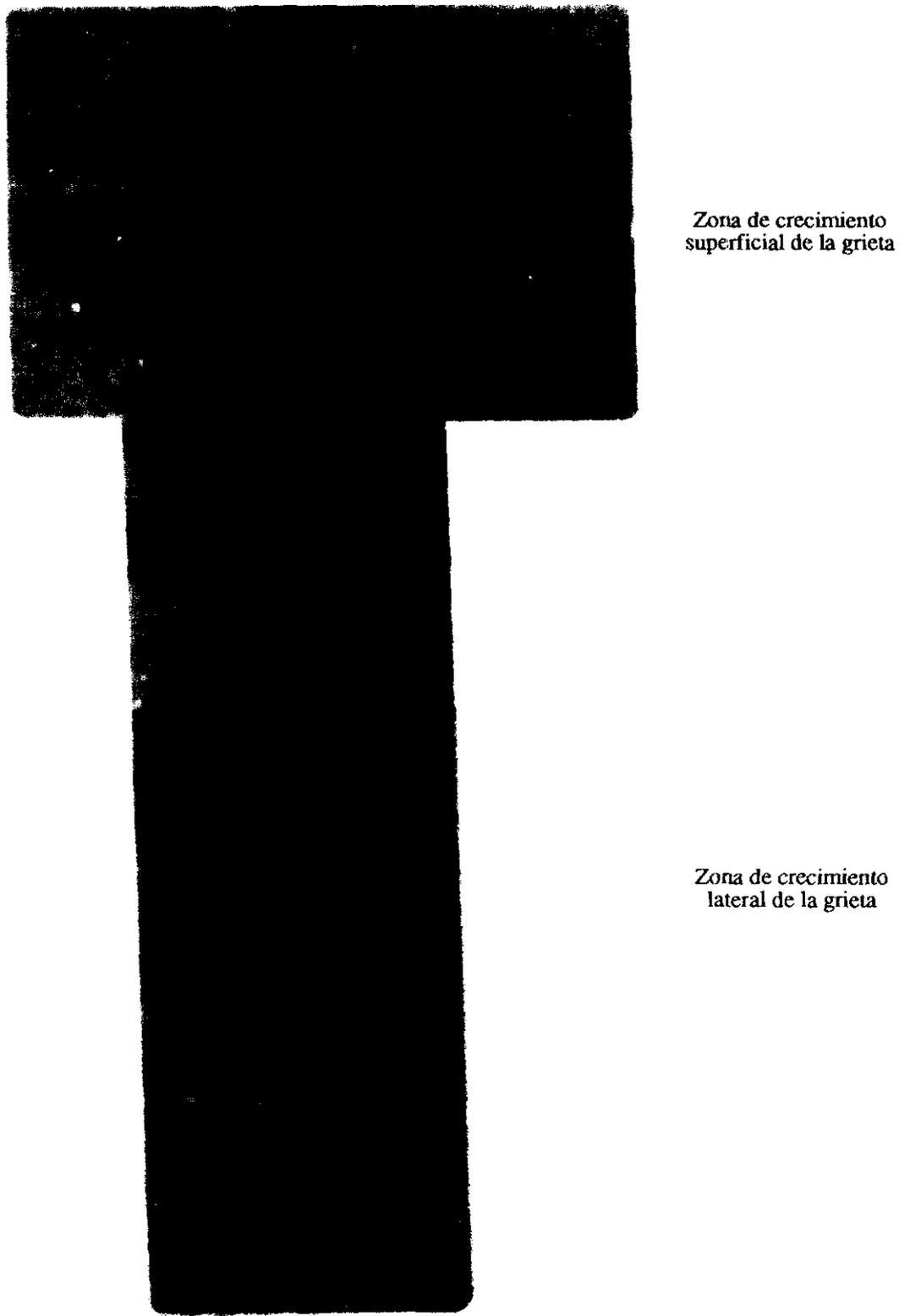


Fig. 3.43. Aspecto de la pregrieta propagada lateralmente en alúmina.

La medida de la longitud de las pregrietas resultó complicada, y posiblemente no tan precisa como hubiésemos deseado (se midió lateralmente antes de ensayar cada probeta y después de cada ensayo en cinco puntos equiespaciados sobre la superficie de fractura), ya que en la superficie de fractura no se distingue muy bien donde acaba la pregrieta y donde empieza la grieta. La utilización de líquidos penetrantes podría ser interesante en este caso, aunque también podrían alterar el resultado del ensayo.

Otro problema en la prefisuración fue que en pocos casos se logró escuchar el “click” que delata la propagación de la pregrieta. Ésto dificultó sustancialmente el poder conocer exactamente en qué condiciones se producía la prefisuración.

En ambos materiales, los ensayos de flexión en tres puntos resultaron ser cuasiestables (la carga cae repentinamente al alcanzar su máximo y luego se recupera el control del ensayo), mientras que los de flexión en cuatro puntos fueron totalmente inestables (Fig. 3.38 y 3.39).

El valor de la tenacidad obtenido en probetas de flexión en cuatro puntos es ligeramente superior al de flexión en tres puntos (del 2%). De nuevo puede ser atribuido a la influencia de la fricción del rodillo y la rótula adicionales del dispositivo de flexión en cuatro puntos (Rief y Kromp 1988).

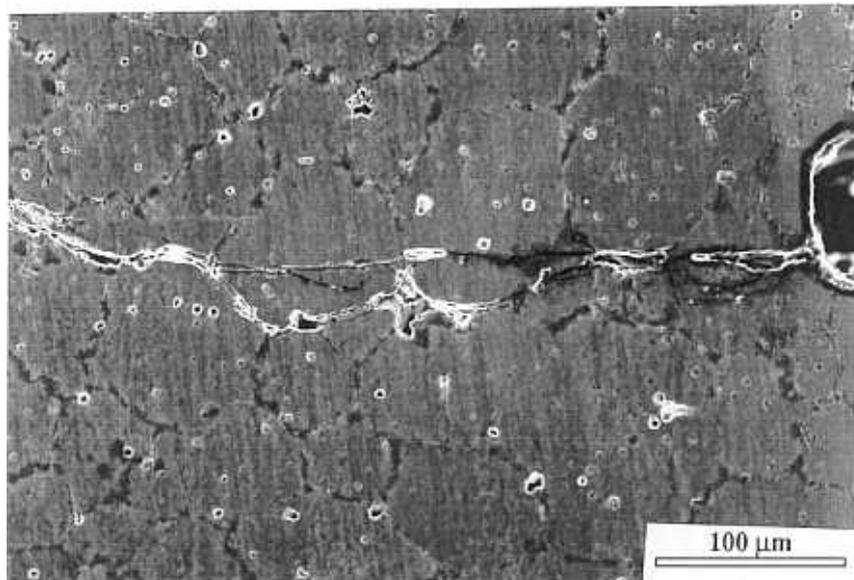


Fig. 3.44. Aspecto del generador y de la pregrieta propagada en Mg-PSZ.

#### 3.5.4.1 Efecto del generador de grieta

En la Mg-PSZ se utilizó como iniciador de la pregrieta una entalla ya que los intentos de prefisurar a partir de una impresión Vickers fueron infructuosos. Esto posiblemente se deba a

que las grietas creadas por la carga Vickers en este material son muy pequeñas, y no son suficientes como para generar una grieta larga con unas cargas razonables (hasta 100 kN).

El espesor de la entalla ( $64 \mu\text{m}$ ) se eligió el mínimo posible, con el fin de que el factor de intensidad de tensiones fuese lo mayor posible y resultara más sencillo iniciar la grieta. La influencia de la longitud de entalla inicial se puede ver en la Fig. 3.45. Hay una clara disminución de la longitud de pregrieta generada conforme aumenta la longitud de la entalla, cuando se mantienen el resto de los parámetros constantes.

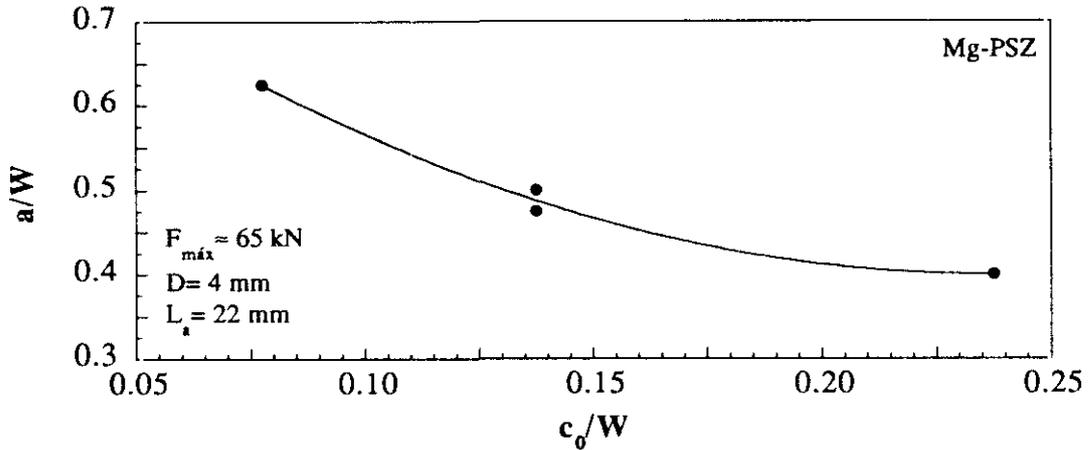


Fig. 3.45. Longitud de pregrieta propagada en función de la longitud de entalla en Mg-PSZ.

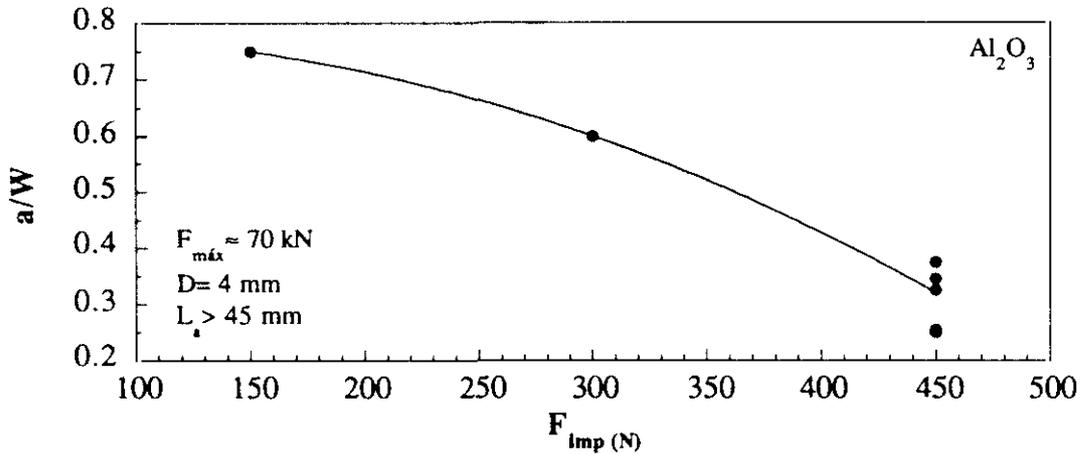


Fig. 3.46. Longitud de pregrieta propagada en función de la carga de impresión en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

En la alúmina se utilizó como iniciador de la pregrieta una carga Vickers, a fin de verificar como funciona el otro sistema de generación de pregrietas. La influencia de la carga de impresión,  $F_{\text{imp}}$ , se puede ver en la Fig. 3.46. Como en el caso de la circonia hay una disminución de la longitud de pregrieta generada con el aumento de la carga de impresión (que sería el equivalente a la longitud de la entalla), cuando se mantienen el resto de los parámetros constantes.

En la alúmina se observó una falta de repetitividad de las condiciones de prefisuración, debida a la irregularidad de las impresiones Vickers. Ésto apunta a que la utilización de entallas de pequeños espesores como generador de las pregrietas es un método más repetitivo y fiable que la carga Vickers.

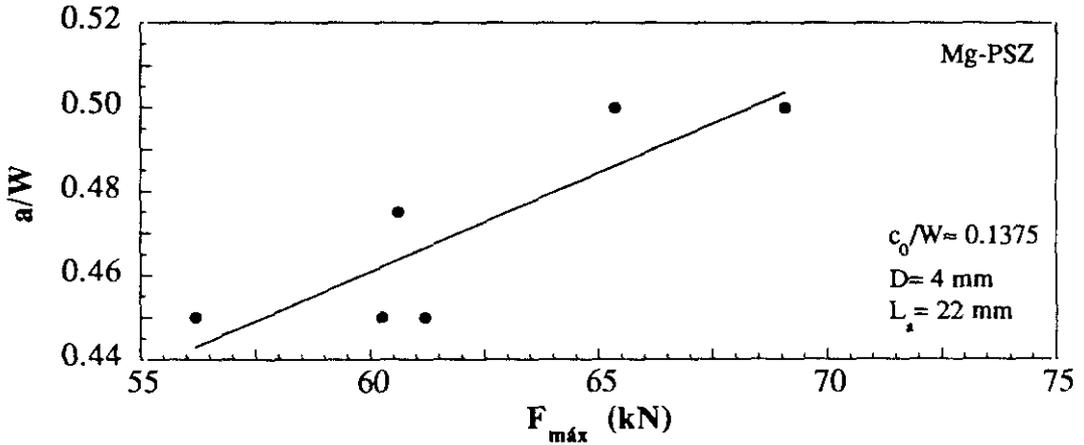


Fig. 3.47. Longitud de pregrieta propagada en función de la carga máxima aplicada en Mg-PSZ. Cada punto corresponde a la prefisuración de una probeta.

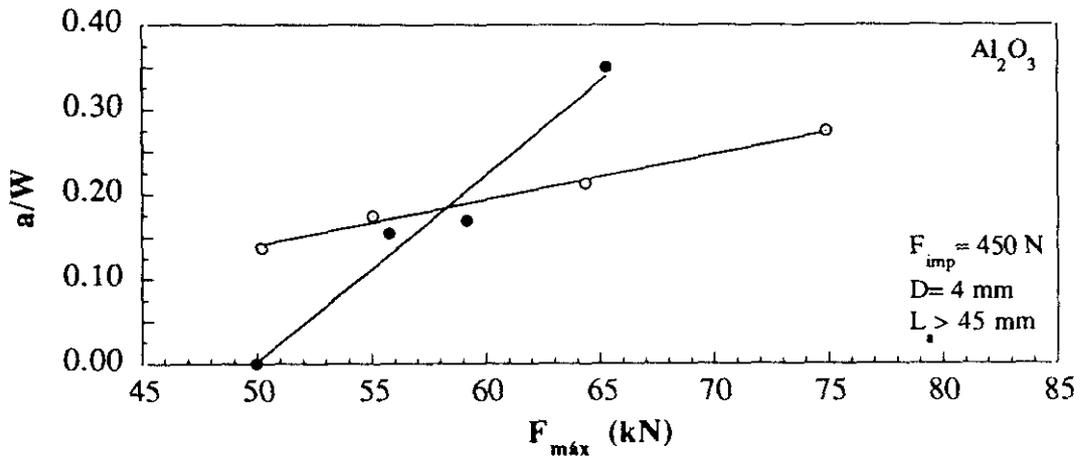


Fig. 3.48. Longitud de pregrieta propagada en función de la carga máxima aplicada en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Los resultados corresponden a la prefisuración de dos probetas.

### 3.5.4.2 Efecto de la carga máxima

La influencia de la carga máxima aplicada,  $F_{\text{máx}}$ , durante la prefisuración en la longitud de pregrieta normalizada,  $a/W$ , generada se puede ver en las Fig. 3.47 y 3.48. Al incrementar la carga máxima aplicada aumenta la longitud de pregrieta obtenida, de forma aproximadamente lineal. No obstante, la repetitividad de las condiciones varían mucho de una probeta a otra, sobre todo para la alúmina, por los motivos de irregularidad en la impresión que se apuntaron anteriormente.

### 3.5.4.3 Efecto de la distancia entre apoyos

La Fig. 3.49 ilustra la influencia de la distancia entre apoyos en la longitud de grieta propagada en función de la carga aplicada. Se observa que a medida que aumenta la distancia entre apoyos la carga de prefisuración disminuye, mientras que aumenta la longitud de pre-grieta,  $a/W$ , obtenida. En principio, es conveniente trabajar con la distancia entre apoyos más pequeña posible (siempre dentro de los límites de carga de la máquina de ensayos), pues de esta forma el paso de grieta superficial ( $c/B$ ) a grieta lateral (zona  $a/W$ ) es menos abrupto, y por tanto se puede controlar mejor la longitud de pregrieta final. Por contra, ésto tiene el inconveniente de reducir la energía liberada de forma repentina en la prefisuración y no poderse detectar acústicamente el momento en que se produce la fisuración.

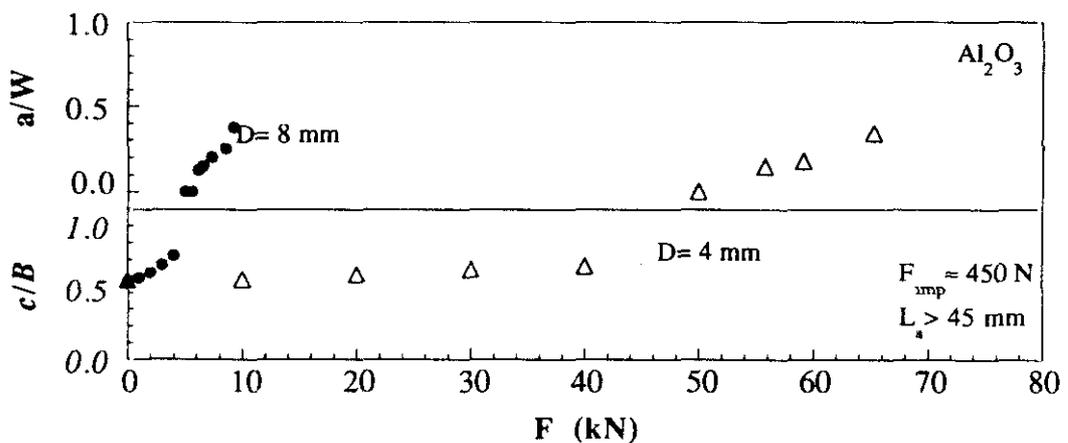


Fig. 3.49. Crecimiento de la pregrieta en función de la carga aplicada y la distancia entre apoyos en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Los resultados corresponden a la prefisuración de dos probetas.

### 3.5.4.4 Efecto de la longitud de los apoyos

La Fig. 3.50 muestra el efecto que la longitud de los apoyos,  $L_a$ , tiene en la longitud de grieta propagada como función de la carga aplicada. A medida que aumenta la longitud de los apoyos la carga necesaria para de prefisuración disminuye, mientras que aumenta la longitud de grieta,  $a/W$ , obtenida (de manera similar a como ocurría en el caso anterior). En general, será aconsejable trabajar en unas condiciones tales que, dentro de los límites de carga de la máquina de ensayos, el paso de grieta superficial (zona  $c/B$ ) a grieta lateral (zona  $a/W$ ) sea lo menos abrupto posible, y por tanto se pueda controlar mejor la longitud de pregrieta final. De nuevo, ésto tiene el inconveniente de reducir la energía liberada de forma repentina en la prefisuración, y no poderse detectar con el amplificador acústico el instante en que se produce la prefisuración.

Aunque para la circonia no se ha podido obtener una curva completa similar a la de la alúmina de la Fig. 3.50, sirva de referencia decir que cuando en Mg-PSZ se utilizaron apoyos cuya longitud excedía las dimensiones de la probeta, no se logró la prefisuración a pesar de alcanzar la carga máxima que permite la máquina de ensayos utilizada, 100 kN. Tras reducir la longitud de los apoyos a 22 mm, manteniendo inalterados los demás parámetros, se logró la fisuración con cargas de 65 kN.

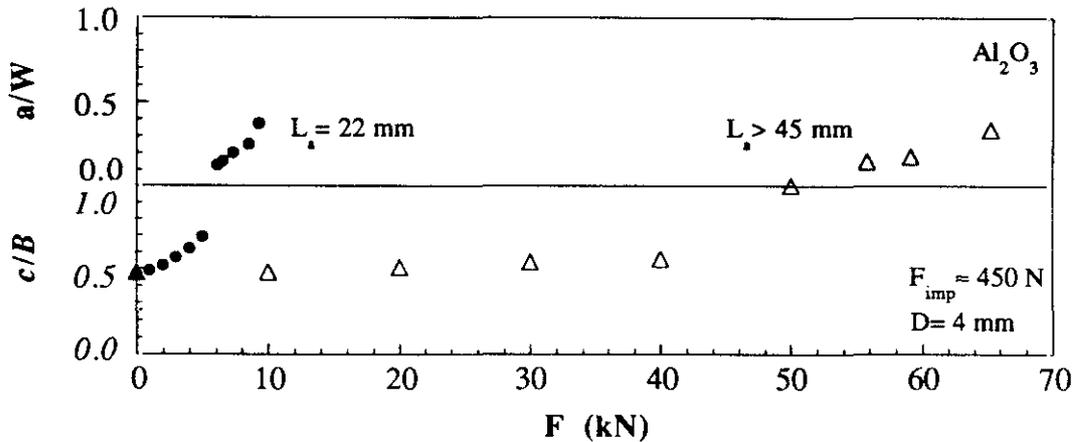


Fig. 3.50. Crecimiento de la grieta en función de la carga aplicada y la longitud de los apoyos en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Los resultados corresponden a la prefisuración de dos probetas.

### 3.6 COMPARACIÓN DE LOS RESULTADOS DE LA TENACIDAD MEDIDA POR LOS DISTINTOS MÉTODOS.

Las Figs. 3.51 y 3.52 muestran la recopilación de los valores medios de la tenacidad, y su dispersión, obtenidos con los métodos de flexión. Como se puede ver, hay una influencia importante en la tenacidad obtenida dependiendo del método de flexión empleado, y a su vez estos no coinciden con los resultados de grietas superficiales controladas. Estudios de otros autores para diversos materiales muestran dispersiones similares (Maniette *et al.* 1991, Dusza 1992, Orange *et al.* 1987, Ghosh *et al.* 1991, Ghosh *et al.* 1989), de forma que *a priori* no es posible elegir ningún método por su similitud con otros resultados, o por la efectividad mostrada en otros materiales. Lo que haremos a continuación será descartar aquellos procedimientos que muestran algún inconveniente claro para su utilización de forma generalizada en la caracterización de la fractura de los materiales cerámicos.

La tenacidad medida a partir de las cargas Vickers origina una gran dispersión de resultados que además dependen de la carga empleada. Se observó también que las fórmulas no respondían a las condiciones para las que habían sido deducidas (estructura de grietas radiales o Palmqvist). Las comparaciones hechas por otros autores (Dub y Maistrenko 1992,

Sakai *et al.* 1992, Li *et al.* 1989, Ponton y Rawlings 1989) para otros materiales tampoco tienden a coincidir y dar una expresión de carácter general. El problema reside básicamente en que cada ecuación de las tablas anteriores se deduce a partir del ajuste de unos datos experimentales de la tenacidad, obtenidos para unos ciertos materiales y utilizando un determinado ensayo *referencia* de medida del  $K_{IC}$ .

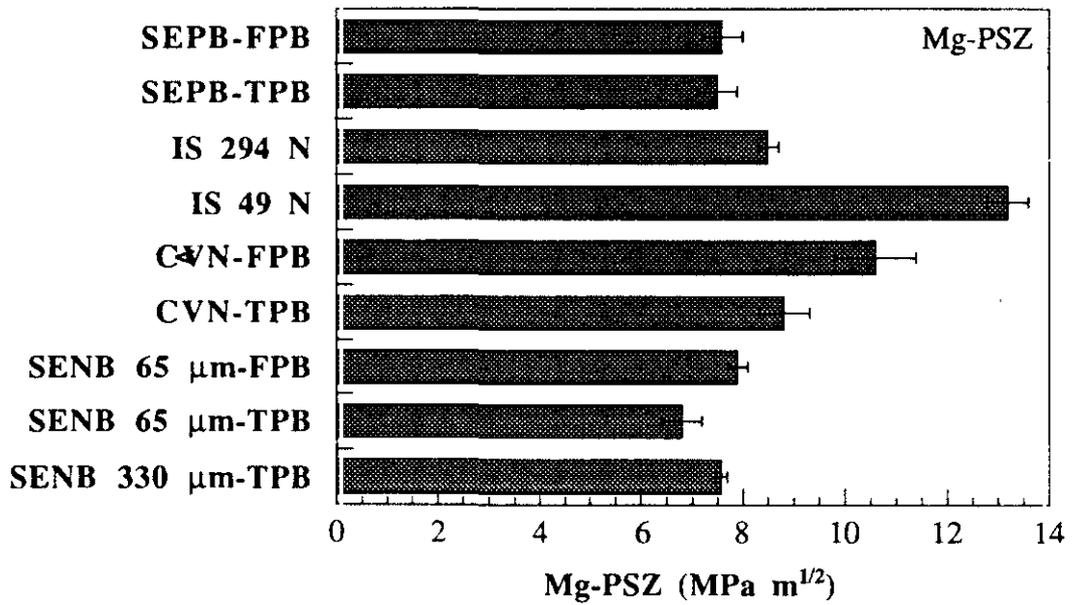


Fig. 3.51 Valores promedios de la tenacidad obtenidos por distintos métodos para Mg-PSZ.

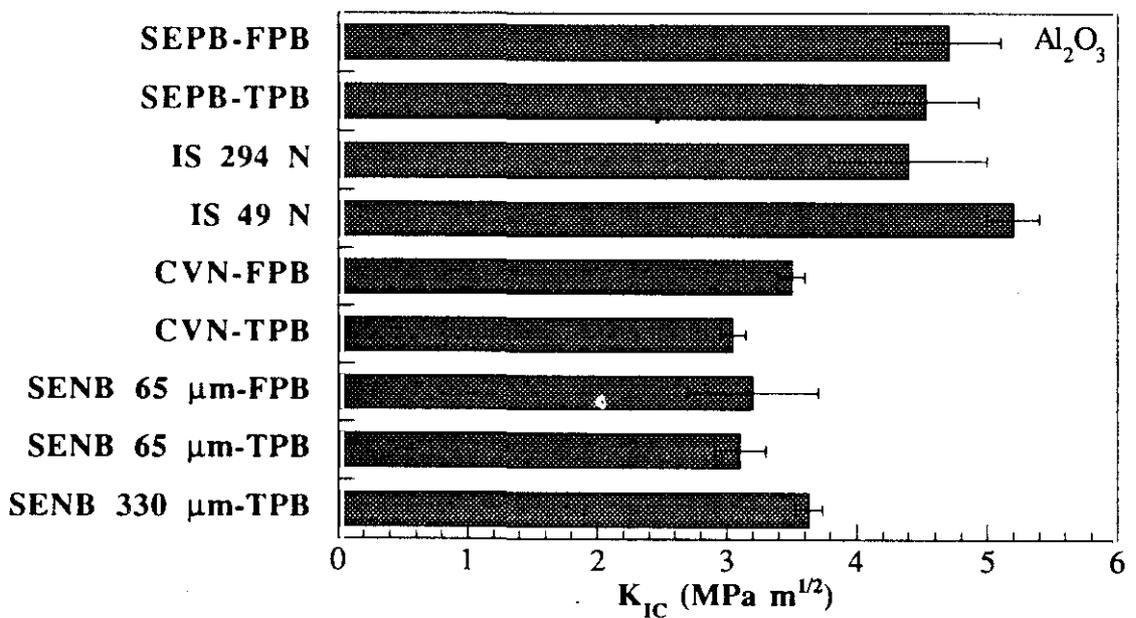


Fig. 3.52. Valores promedios de la tenacidad obtenidos por distintos métodos para Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Estas limitaciones hacen descartar este método como adecuado para la determinación de la tenacidad inherente de un material. Sin embargo puede resultar de gran utilidad cuando lo que se quiere es establecer una gradación de tenacidades entre diversos materiales frágiles, como comprobación en una cadena industrial, si se quiere una comparación entre distintas variaciones de un mismo material, o cuando por motivos económicos no existe posibilidad de otro método.

Las vigas con entalla recta tienen una dispersión no muy grande en los resultados para cada uno de los métodos, y una pequeña diferencia (del 3%) entre los ensayos en flexión en tres y cuatro puntos (fácilmente justificable). A pesar de esto aparece un grave inconveniente que es la dependencia respecto del radio de fondo de entalla. Ésto limita fuertemente la aplicación de este método. A fin de solventar este problema se podrían hacer extrapolaciones para radio de entalla cero en el caso de tener resultados para varios espesores de entalla. En este caso nunca podríamos estar verdaderamente seguros de si lo que estamos midiendo es la tenacidad real del material, o simplemente el resultado de la extrapolación de la tenacidad para radio de entalla nulo (que no tiene por qué coincidir con la tenacidad real del material estudiado).

Las probetas con entalla triangular presentan el serio inconveniente de requerir un crecimiento de grieta considerable antes de alcanzar la carga máxima, lo que puede dar lugar a errores en la determinación de la tenacidad. También, hay que tener presente que, igual a como ocurrió con las probetas con entalla recta, puede haber una dependencia de la tenacidad con el espesor de entalla, aunque aquí no se ha comprobado. Ésto, unido a la fuerte diferencia entre los resultados de flexión en tres y cuatro puntos, y a la compleja interpretación de los resultados en el caso de querer determinar el comportamiento de curva R, o la energía de fractura, hacen que sea un método poco recomendable.

La prefisuración por carga Vickers mostró sus limitaciones al aplicar el método a un material de tenacidad elevada (Mg-PSZ), donde la pregrieta superficial creada no es suficiente como para iniciar la propagación de la fisura<sup>14</sup>. Además, para materiales mucho más frágiles, como la alúmina, aparece una fuerte dependencia (del 20%) de la tenacidad con la carga de prefisuración. En esta situación lo mejor es descartar el método.

La medida de la tenacidad a partir de grietas largas presenta grandes ventajas, como es la introducción de una grieta real de gran longitud, la no dependencia de la tenacidad de ningún parámetro, la facilidad de ensayo, y la aplicabilidad de las fórmulas de determinación de la tenacidad. Además, este método es el que presenta valores más similares, para ambos

---

<sup>14</sup>A la luz de este resultado habría que preguntarse sobre la aplicabilidad del método de medida basado en grietas superficiales a materiales con características similares a esta circonia.

materiales, entre los resultados de flexión en tres y cuatro puntos<sup>15</sup>, lo que de alguna forma avala la bondad del mismo. Estas cualidades no se ven limitadas por algunos inconvenientes, como es la dificultad en establecer las condiciones de prefisuración, y la medida de la longitud de pregrieta.

Dentro de este método habría que elegir entre el sistema de flexión en tres o cuatro puntos. Habitualmente, ha venido siendo frecuente el uso, en el mundo de los materiales cerámicos, de dispositivos de flexión en cuatro puntos, ya que existe una fuerte inercia por ser general su uso en ensayos de módulo de rotura. En esta aplicación el procedimiento sí presenta claras ventajas frente al dispositivo de flexión en tres puntos: el alineamiento de la probeta es menos crítico al haber un momento constante sobre una longitud mayor, y se tiene una mayor seguridad de que la probeta romperá en una zona de momento constante. Por contra, en ensayos de medida de la tenacidad este razonamiento carece de sentido, ya que se introduce un defecto, entalla o grieta, que se hace coincidir con la sección de momento máximo.

Las ventajas del dispositivo de flexión en tres puntos parecen obvias: es bastante más sencillo de alinear y manejar (sobre todo si se va a utilizar a alta temperatura), se reduce la fricción entre probeta y dispositivo, no es necesario compensar el peso del dispositivo que descansa sobre la probeta y sobre todo, los ensayos son más estables, lo que permite caracterizar mejor la fractura mediante la medida de la energía de fractura y la curva-R del material.

Llegados a este punto, hemos encontrado un método de ensayo que nos permite medir de forma aceptablemente fundamentada la tenacidad de fractura, gracias el uso de probetas prefisuradas por el método de puente en compresión (SEPB) que son ensayadas en flexión en tres puntos (TPB). No obstante, aquí aparecen algunos problemas que hasta ahora habíamos dejado de lado a propósito. Por una parte sería muy interesante poder medir la apertura de la boca de la entalla (*CMOD, Crack Mouth Opening Displacement*) durante los ensayos, ya que es un parámetro que puede servir para caracterizar la fractura, o para obtener la curva-R. Por otro lado, el método de ensayo debería garantizar el poder obtener siempre ensayos estables, de forma que fuese posible la medida de la energía de fractura. Para la geometría seleccionada, y con los materiales utilizados, los ensayos resultaron ser cuasiestables (Fig. 3.38 y 3.39), pero la situación podría haber sido peor para otros materiales. De hecho, se puede hacer un análisis teórico de la estabilidad del ensayo en función de la rigidez de la probeta de material a ensayar (Modeer 1979), para determinar en que condiciones obtendremos ensayos estables, y cuando no.

---

<sup>15</sup>Esto no es cierto cuando lo que se está midiendo es la resistencia a flexión del material, lo que presenta una fuerte dependencia del dispositivo de ensayo (Rief 1988).

### 3.7 DISPOSITIVO EXPERIMENTAL PARA ENSAYOS ESTABLES A TEMPERATURA AMBIENTE Y A ALTA TEMPERATURA

Los ensayos de fractura en materiales cerámicos a temperatura ambiente y a alta temperatura presentan muchos y originales problemas que no han sido resueltos todavía. Como se ha dicho, dos de los más importantes son la medida en tiempo real de las deformaciones de la probeta, desplazamiento y CMOD, y poder conseguir ensayos estables.

El primero de ellos implica la medida de deformaciones que son mucho menores que las que aparecen en metales y materiales dúctiles (del orden de unas pocas micras). Esto requiere el uso de extensómetros de muy alta resolución, que además permitan su utilización a alta temperatura. Distintos tipos de dispositivos, mecánicos y ópticos, han sido desarrollados para su uso en tales condiciones. En el apartado 3.7.1 los analizaremos en detalle.

El segundo problema planteado es más difícil de abordar. Los ensayos de fractura no son normalmente estables debido a que las máquinas de ensayos utilizadas presentan una rigidez menor que la de las probetas a ensayar (Nakayama *et al.* 1981). Esta limitación ha hecho que la tenacidad de fractura, bien calculada a partir de ensayos de indentación o bien a partir de la carga máxima en ensayos inestables, haya sido el parámetro más frecuentemente utilizado para la caracterización en fractura de estos materiales. Esto no quiere decir que no haya existido un interés constante en caracterizar la fractura de los cerámicos mediante otros parámetros. Los primeros intentos de medir la energía de fractura en cerámicos datan de los años 60 (Nakayama 1965, Tattersall y Tappin 1966, Coppola y Bradt 1972), y el interés ha seguido latente durante todo este tiempo (Bradt 1988), ya que la determinación precisa de esta magnitud es fundamental si se quieren aplicar los modelos cohesivos a estos materiales.

Si de alguna forma fuera posible obtener ensayos estables, se podría determinar con un único ensayo la energía de fractura (a partir de la curva fuerza-desplazamiento), la curva-R, y la tenacidad de fractura. Distintos investigadores (Ghosh *et al.* 1989, Ghosh *et al.* 1991, Wieninger *et al.* 1987, Maniette *et al.* 1991) han intentado por diversos caminos conseguir ensayos estables: mediante el uso de entallas triangulares, probetas prefisuradas, estabilizadores paralelos con la probeta, o aumentando la rigidez de la máquina de ensayos. Lamentablemente, aún cuando ésto ha sido posible, los resultados no siempre han sido fácilmente interpretables, o las condiciones experimentales no son las idóneas para su extensión a alta temperatura.

Una solución a este problema sería poder realizar ensayos de fractura haciendo que la máquina de ensayos realizase una rampa creciente de una de las magnitudes del ensayo. Lamentablemente, ésto no es sencillo ya que las dos magnitudes fácilmente controlables, fuerza

aplicada y desplazamiento del puente de la máquina, decrecen después de alcanzar la carga máxima en los ensayos inestables.

En adelante se desarrollará una nueva técnica para conseguir ensayos de fractura estables, basada en la utilización de un equipo de metrología láser. Este instrumento es utilizado para medir la apertura de la boca de la grieta, CMOD, (que es una magnitud monótona creciente durante todo el ensayo) en probetas prefisuradas del tipo SEPB. Como ejemplo de las posibilidades de este método se estudiará el comportamiento de una circonia itriada a 25, 300, 600, y 900 °C.

### 3.7.1 Sistemas de medida de deformaciones a alta temperatura

Han sido muchos los sistemas de extensometría de alta temperatura que han aparecido en los últimos años en la literatura (Baxter 1991, Geiger 1990, Carroll *et al.* 1989, Hurst *et al.* 1986, Dyson *et al.* 1988, Barlett *et al.* 1988, Jenkins *et al.* 1987, Suzuki *et al.* 1988, Regnault y Brühwiler 1990, Gyenkenyesi y Bartolotta 1992). Los dispositivos pueden tener como base técnicas tradicionales de contacto (como los extensómetros de capacitancia), o bien técnicas más innovadoras y sofisticadas. Resumimos a continuación las posibilidades actuales en extensometría para alta temperatura, lo que nos servirá para elegir el más adecuado a nuestras necesidades.

#### *Microscopía holográfica pulsada.*

Un láser emite un haz de unos 20 mJ y unos 30 ns de duración. El haz, que se desdobra en dos, se hace incidir sobre la muestra. El análisis de la luz refejada o dispersada (esto da lugar a dos técnicas distintas) permite determinar el COD de la probeta con una resolución de unas 10 micras. Este método no está optimizado para su uso a alta temperatura, y no permite una toma de datos en tiempo real.

#### *Interferometría Doppler.*

Permite medir el desplazamiento relativo de dos puntos de una superficie, sin necesidad de realizar ninguna marca en la misma. Cada uno de estos puntos queda definido por el lugar donde se produce la interferencia de dos haces láser coherentes de distinta frecuencia. El movimiento de cada uno de los puntos induce un cambio en la frecuencia de las franjas de interferencia de los dos haces, y por tanto suministra una medida directa de la deformación relativa en la superficie de la muestra. Este tipo de extensometría puede usarse hasta los 1875 °C con una resolución de unas 0.7  $\mu\text{m}$ , siendo posible realizar medidas en tiempo real den ensayos de fatiga a baja frecuencia.

### *Reflexión láser.*

Un haz láser se mueve paralelo a la dirección longitudinal de la superficie de la muestra, sobre la que previamente se han colocado una serie de muescas reflectantes, paralelas y equiespaciadas entre sí, en dirección perpendiculares a la dirección del movimiento del láser. El haz láser reflejado es enfocado a un fotodetector capaz de analizar un amplio intervalo de frecuencias. Cuando la probeta se carga la distancia entre muescas varía, lo que cambia la frecuencia del haz reflejado, y de esta forma se determina la variación en la longitud de la probeta. Este dispositivo permite medir con resoluciones de una micra hasta frecuencias de 100 Hz. Su aplicación a alta temperatura en materiales cerámicos está limitada a la oxidación de las muescas que se colocan en la probeta.

### *Difracción láser.*

Esta técnica precisa de dos piezas de níquel separadas alrededor de 0.127 mm, lo que acota la longitud a medir. Entonces, se hace incidir un haz láser entre las dos marcas, y un fotodetector analiza las franjas de interferencia creadas por la rendija que forman las dos marcas. De estas franjas de interferencia se calcula la distancia entre marcas, y la deformación del material. Esta técnica permite su uso hasta 1200 °C, con una resolución de 1  $\mu\text{m}$ .

### *Sistema de metrología por barrido láser.*

El sistema consta de un emisor, un detector colocado justo en frente del emisor, y una unidad de proceso de la señal. El emisor realiza un barrido de alta velocidad con un láser de He-Ne, cuando éste barrido encuentra algún obstáculo en su camino el sistema calcula la distancia entre sombras recibidas por el detector. El sistema muestra una resolución mejor de 0.25  $\mu\text{m}$ , y con ayuda de filtros pasabanda puede utilizarse hasta los 2500 °C. Este sistema no permite realizar fatiga, y precisa de alguna marca en la probeta para poder medir.

### *Sensores optoelectrónicos.*

La luz emitida por una lámpara incandescente ilumina a través de una ventana la cámara del horno. La luz es retrodispersada por un par de marcas que se han colocado previamente en la probeta. Un fotodiodo de silicio, dotado de un filtro de banda estrecho, detecta esta señal, y la convierte en una medida de deformación. La resolución que se llega a conseguir alcanza las 0.4  $\mu\text{m}$ , y puede ser utilizado hasta los 2200 °C. El equipo permite sólo su uso en ensayos estáticos.

### *Interferometría láser*

La técnica se basa en la interferencia de dos señales láser reflejadas por sendas marcas colocadas en la probeta. La técnica necesita de una mesa amortiguada para reducir el ruido en la medida. La resolución del equipo es de  $0.25 \mu\text{m}$ , y permite su uso hasta los  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ , cuando la reflectividad de las marcas comienza a disminuir rápidamente.

### *Cámara CCD+ procesador de imágenes digital.*

Este sistema consta de una cámara CCD de alta resolución que registra el movimiento de dos marcas en la probeta. Este movimiento es analizado en tiempo real por un procesador de imágenes digital. La resolución del equipo es de  $1 \mu\text{m}$ , puede registrar fatiga hasta  $25 \text{ Hz}$ , y es operativo hasta los  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### *Extensómetros mecánicos capacitivos.*

Los extensómetros capacitivos utilizan un capacitor variable que convierte el desplazamiento en una señal eléctrica. La fuerza de contacto sobre la probeta es del orden de  $10 \text{ mN}$ , y su resolución es de  $1$  a  $5 \mu\text{m}$ , en el mejor de los casos. Están refrigerados por agua, la temperatura máxima de uso es de  $1800 \text{ }^\circ\text{C}$ , y sólo pueden ser empleados en ensayos estáticos.

### *Microscopio óptico de larga distancia.*

Tienen una resolución de  $\pm 2 \mu\text{m}$ , con posibilidades de utilización hasta  $1300 \text{ }^\circ\text{C}$  (esta temperatura está limitada por la temperatura de oxidación de la probeta y del dispositivo de carga, que hace que la imagen no esté bien definida). La forma de toma de datos es manual. Bien a partir de fotografías o de una filmación del ensayo, y con ayuda de un sistema de análisis de imagen, se miden las magnitudes de deformación de la probeta. Al final sólo unos pocos datos están disponibles, y no en tiempo real.

Como se puede ver la cantidad y diversidad de sistemas de extensometría de alta resolución desarrollados durante los últimos años es muy grande. De los equipos presentados se seleccionó el basado en el barrido láser ya que reúne unas condiciones óptimas para nuestros requerimientos: robustez del principio de funcionamiento, versatilidad en las dimensiones a medir, alta resolución (mejor de  $0.25 \mu\text{m}$  lo cual permite medir con seguridad magnitudes del orden de la micra), posibilidad de trabajo hasta muy altas temperaturas (hasta  $2500 \text{ }^\circ\text{C}$ ), y toma de datos en tiempo real. Una descripción más detallada del dispositivo se da en el apartado 3.7.3.

### 3.7.2 Descripción del material utilizado

Para realizar estos ensayos se determinó la rigidez de nuestra máquina de ensayos, y se seleccionó a propósito un material y geometría de ensayo de rigidez mayor, de forma que resultase imposible obtener ensayos estables en control de desplazamiento (ensayos preliminares así lo confirmaron). Como segundo punto importante a la hora de seleccionar el material se tuvo en cuenta el que presentara cambios importantes en sus propiedades mecánicas a temperaturas relativamente bajas (por debajo de los 1000 °C).

Con estos requisitos se seleccionó una circonia tetragonal policristalina itriada (3% molar Y-TZP) obtenida a partir de polvo prensado isostáticamente en frío a 170 MPa, y posteriormente sinterizado durante dos horas a 1500°C. El material sinterizado contiene fases monoclinica y tetragonal en una proporción del 26 y 74 %, respectivamente. El análisis de la distribución de tamaño de grano se realizó en superficies pulidas hasta 1  $\mu\text{m}$ , y atacadas químicamente con ácido ortofosfórico hirviendo durante 10 minutos. El análisis mediante microscopía electrónica determinó que el tamaño medio de grano es de 340 nm, siendo el sesenta por ciento de los granos menores de una micra. Menos de un diez por ciento de los granos son mayores de 6  $\mu\text{m}$ .

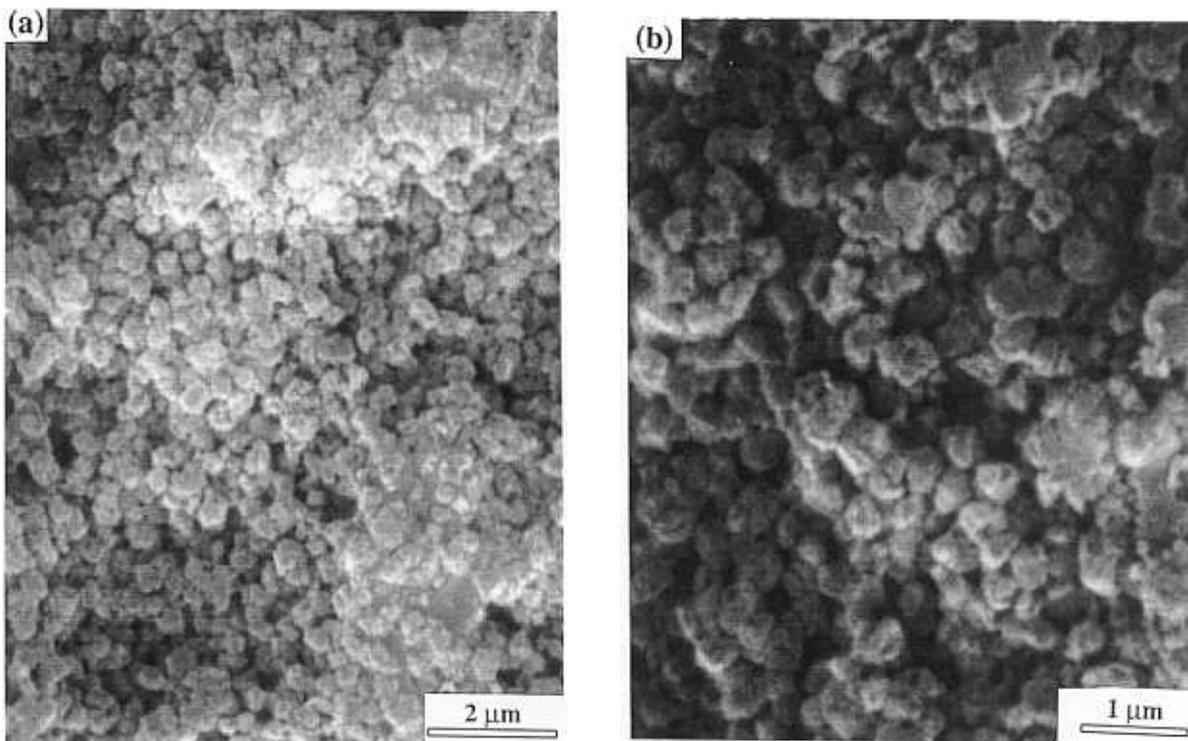


Fig. 3.53. Microestructura de la circonia itriada (a), y detalle de la misma (b).

Los materiales TZP (*tetragonal zirconia polycrystal*) son policristales de cristales relativamente pequeños de circonia tetragonal parcialmente estabilizada por itria o ceria, y fabricados por sinterización. Cuando la transformación ocurre en el material, granos enteros se transforman, normalmente con un número apreciable de maclados en cada grano.

El material fue suministrado por CERATEN, S.A. en forma de placas rectangulares de  $50 \times 100 \times 5 \text{ mm}^3$ . Estas placas fueron cortadas con un disco diamantado en probetas de  $50 \times 10 \times 5 \text{ mm}^3$  (Fig. 3.54), las cuales posteriormente se prefisuraron mediante la técnica del puente en compresión. Una vez terminado este proceso las probetas presentaban una grieta recta de cuatro a seis milímetros de profundidad.

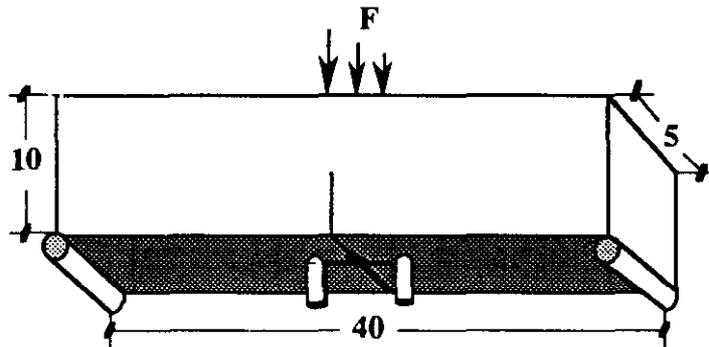


Fig. 3.54. Geometría y dimensiones de las probetas empleadas en estos ensayos.

La determinación del CMOD en la probeta se realizó fijando dos pequeñas barritas de alúmina, *espigas*, sobre la cara de la probeta sometida a flexotracción, para lo que se utiliza un pegamento cerámico (con temperatura máxima de trabajo  $1700^\circ\text{C}$  según datos proporcionados por el fabricante). Las espigas se colocan bien centradas a ambos lados de la boca de la grieta. La distancia nominal entre ambas es de 1.2 mm, que corresponde a la señal inicial del CMOD a medir (Fig. 3.54). Las espigas se eligieron con forma cilíndrica para evitar errores en la medida del CMOD debidos al desalineamiento entre las espigas, la probeta, y el haz láser.

### 3.7.3 Dispositivo de ensayo a alta temperatura

En los ensayos de medida de la tenacidad por flexión en tres puntos a temperatura ambiente y a alta temperatura se ha utilizado el equipo experimental que puede verse en la Fig. 3.55. Este consta de los siguientes elementos:

1. *Máquina de ensayos servohidráulica* (INSTRON 8501), a la cual se acopló una célula de carga de 5000 N de fondo de escala, y una resolución de  $\pm 1 \text{ N}$ . En uno de los canales de extensometría de la máquina se conectó un transductor LVDT que permitió medir el desplazamiento del pistón durante el ensayo con una resolución de  $\pm 1 \mu\text{m}$ .
2. *Dispositivo de carga*, que consistió en dos barras de alúmina coaxiales de 60 mm de diámetro fijadas, respectivamente, al pistón y a la célula de carga. Sobre éstas se situó un dispositivo comercial de flexión en tres puntos con una luz

entre apoyos de 40 mm (similar al descrito en el apartado 3.5). Este dispositivo esta fabricado en carburo de silicio permitiendo su utilización hasta los 1500°C. El diámetro de los rodillos de apoyo es de 5 mm.



Fig. 3.55. Aspecto general del dispositivo de ensayo.

Los extremos de las barras de alúmina se encuentran refrigerados por un circuito cerrado de agua para impedir el sobrecalentamiento de la célula de carga y del pistón de la máquina.

- 3 *Horno*. El horno utilizado en los ensayos a alta temperatura tiene una cámara interna de calentamiento de dimensiones 220x220x200 mm<sup>3</sup>, y se encuentra colgado de la máquina de ensayos. Dispone también de dos orificios perfectamente alineados, en las superficies inferior y superior, por las que se introducen las barras de carga de alúmina. Como elementos calefactores se utilizaron barras de disilicato de molibdeno que pueden alcanzar los 1800°C. Para permitir el paso del haz láser se instalaron dos ventanas de sílice, perfectamente alineadas entre sí, en la parte posterior y anterior del horno.

En el diseño del horno (realizado específicamente para esta tesis), y en su acoplamiento al resto del dispositivo de ensayo se tuvo especial cuidado en conseguir un perfecto aislamiento térmico que evitase fugas de calor al exterior

(el espesor de las paredes del horno es de 15 cm) y el efecto chimena<sup>16</sup>. Ésto permitió acercar el extensómetro láser al horno sin peligro de sobrecalentamiento, y reducir las fluctuaciones térmicas en el interior de la cámara.

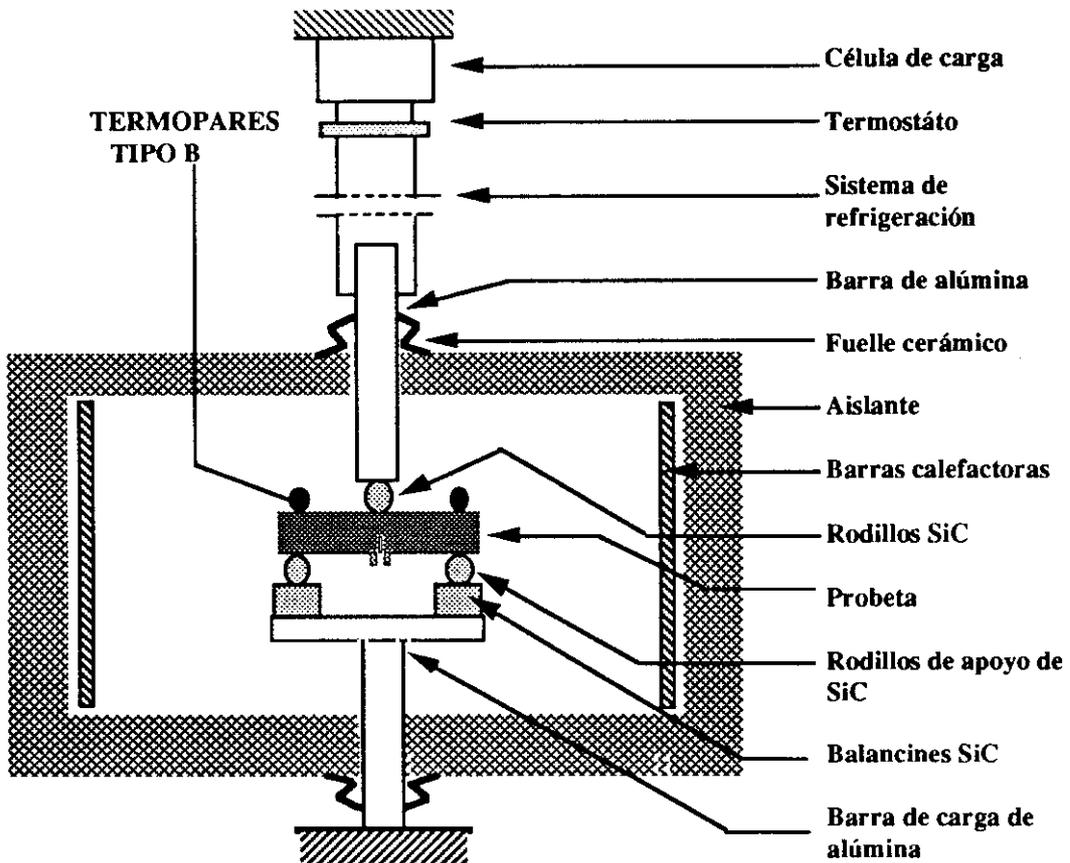


Fig. 3.56. Detalle del horno colocado sobre la máquina de ensayos.

El horno está dotado de una entrada para dos termopares,  $T_1$  y  $T_2$ , además del termopar de control de temperatura del horno. Estos dos termopares adicionales permitieron la medida de la temperatura en dos puntos alejados del interior del horno, no observándose durante los ensayos (Fig. 3.57) variaciones de temperatura entre los dos termopares y el termopar de control superiores a  $\pm 10^\circ\text{C}$  (régimen estacionario de temperaturas).

Previo al inicio de los ensayos se mantuvo la temperatura del horno a la temperatura de ensayo durante unos 45 minutos para garantizar la

<sup>16</sup> Especial cuidado se tuvo en reducir el efecto chimenea que es causa de grandes inhomogeneidades de temperatura en el interior del horno. Para ello se diseñó un *fuelle cerámico*, fabricado con papel cerámico, y que no introduce fricciones con el dispositivo de carga, lo que podría haber falseado la lectura de la fuerza aplicada durante el ensayo.

homogeneidad de la temperatura a lo largo de toda la pieza a ensayar. La velocidad de calentamiento en los ensayos a fue de  $6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

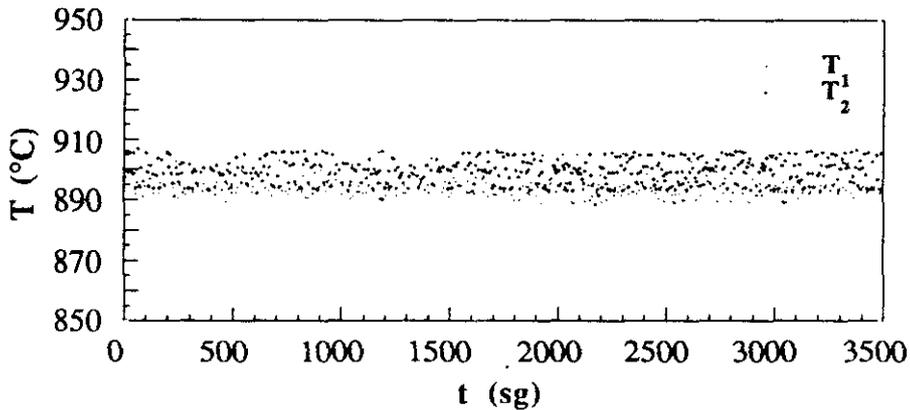


Fig. 3.57. Registro de la temperatura de los termopares del interior del horno durante un ensayo a  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

4. *Sistema de refrigeración*, consistente en un circuito cerrado de recirculación de agua que tiene como fin el impedir el calentamiento excesivo de la célula de carga. Para garantizar que la célula de carga se encuentra en todo momento por debajo de los  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  (y por tanto que no hay perturbaciones en la medida de la carga debido a los gradientes térmicos generados por el horno sobre la célula de carga) se colocaron dos termopares tipo J, uno en la toma de agua del depósito del circuito de refrigeración,  $T_{\text{H}_2\text{O}}$  y otro en la parte inferior de la célula de carga,  $T_{\text{CC}}$  (Fig. 3.58). Acoplado a este circuito se encuentra un termostato de desconexión del horno en caso de que la célula de carga supere los  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

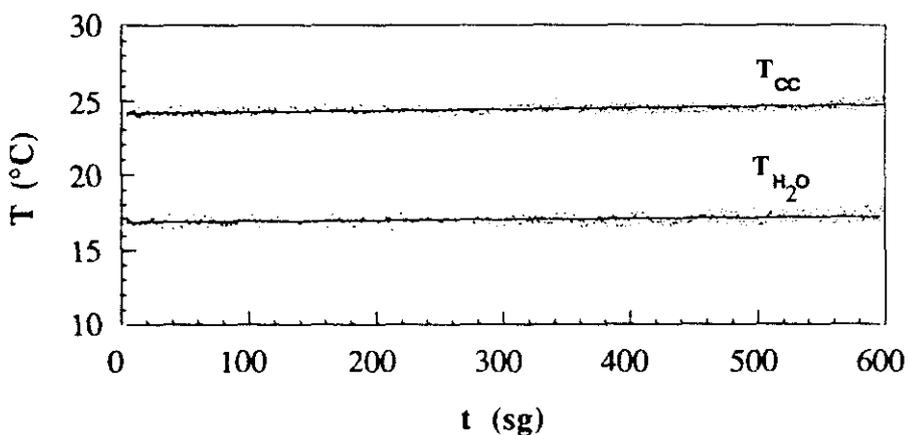


Fig. 3.58. Registro de la temperatura de los termopares exteriores al horno durante un ensayo.

5. *Extensómetro láser*. La medida del CMOD se realizó mediante la adaptación de un aparato para metrología dimensional por barrido láser de la marca ZYGO. El equipo consiste en un emisor láser de He-Ne de baja potencia ( $<1\text{mw}$ ), un

detector, y un procesador digital de control de 32 bits. Adicionalmente, el detector está equipado con un filtro de radiación infrarroja que permite realizar medidas en objetos calientes hasta 1900°C. En la Tabla 3.18 se pueden ver algunas de las especificaciones del fabricante del aparato.

El principio físico de funcionamiento del aparato se basa en que la disminución de la intensidad del haz láser en un borde de un objeto (realmente la sombra que el barrido proyecta sobre el detector) tiene un perfil Gaussiano. Por tanto, la señal electrónica durante la transición luz-sombra será la integral de esta función. Esta señal se amplifica y se diferencia electrónicamente dos veces respecto del tiempo, obteniendo una función en forma de S (Fig. 3.59), con un cero en el borde de la transición (allí donde la pendiente es cero en la derivada primera), lo que corresponde al borde del obstáculo. El tiempo empleado por el haz entre dos bordes, multiplicado por la velocidad de barrido, determina la distancia entre los mismos. Como se ve el principio es sencillo y potente, ya que el proceso de diferenciación elimina las fluctuaciones debidas a variaciones en la potencia del láser.

Tabla 3.18. Especificaciones del extensómetro láser.

Intervalo de medida: de 0,3 a 50,8 mm.
Velocidad de barrido: 250 barridos/s
Potencia del láser: <1mw
Distancia entre emisor y receptor: 406 mm
Anchura del haz: 0,75 mm
Repetitividad: $\pm 0,0007$ mm
Temperatura máxima de uso: 1900 °C

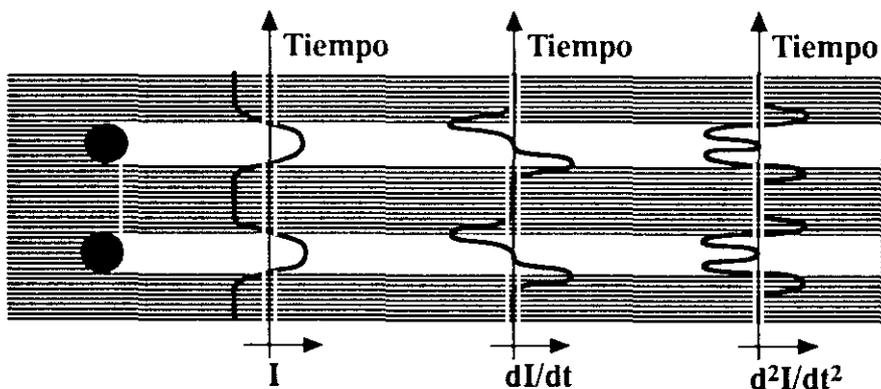


Fig. 3.59. Esquema del proceso del principio físico de funcionamiento del sistema de metrología láser utilizado.

En nuestros ensayos el emisor láser realiza el barrido horizontal en un plano paralelo a la cara de la probeta sometida a flexotracción. El haz láser es dirigido directamente a través de la ventana de sílice en la parte posterior del horno hacia el interior de la cámara. El detector, que está perfectamente alineado con el emisor, recibe el haz láser a través de la otra ventana de sílice, situada en la parte anterior del horno, después de pasar entre las dos espigas. Las dos espigas de alúmina, pegadas a la probeta (Fig. 3.60), interrumpen el barrido láser, y se hace que el procesador digital mida e interprete la variación de la distancia entre los bordes interiores de las sombras de las espigas como el incremento en el CMOD.

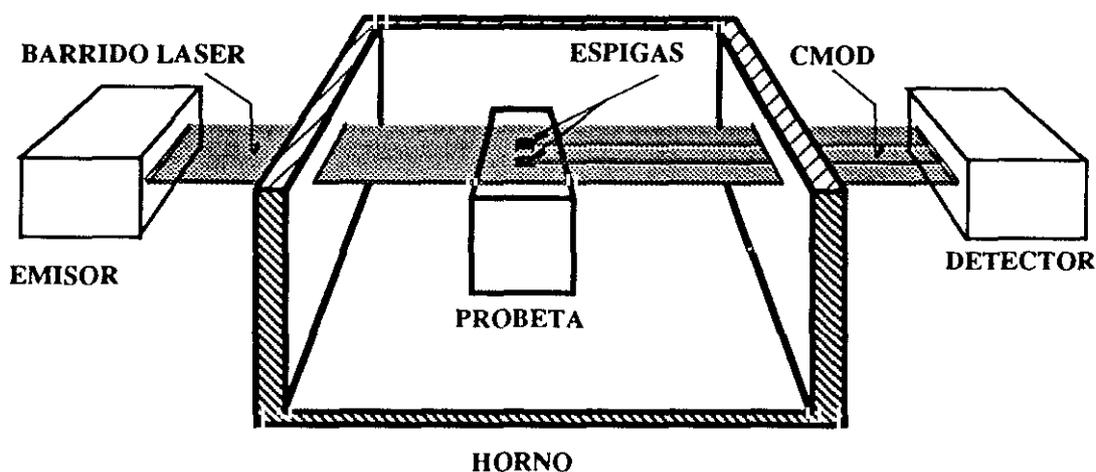


Fig. 3.60. Esquema del dispositivo de medida del CMOD.

6. *Sistema de adquisición de datos.* Se empleó un sistema de adquisición de datos de 16 bits (0.3 mV de resolución), para lectura de las magnitudes del ensayo, fuerza, desplazamiento, CMOD, y los cuatro termopares. Este sistema de adquisición de datos es gobernado por un ordenador que almacena los datos con una frecuencia de un 1 Hz.

#### 3.7.4 Sistema de retrocontrol de la máquina de ensayos

El procesador digital del extensómetro láser, y las ganancias del servocontrol PID (Proporcional-Integral-Derivada) de la máquina de ensayos, fueron configurados de forma tal que a través de una salida analógica instalada en el procesador se enviaron las lecturas realizadas a la máquina de ensayos como si fuera la señal de un extensómetro convencional, y se pudo gobernar la máquina en control de CMOD.

Resulta fundamental para poder realizar el retrocontrol en CMOD el reducir las fluctuaciones térmicas en el interior de la cámara del horno. Aunque la resolución del extensómetro es muy alta, fluctuaciones en la densidad del aire causan fluctuaciones en el índice de refracción que dan lugar a una pérdida de precisión en la medida. Estas fluctuaciones pueden resultar muy severas, especialmente a altas temperaturas, debido al flujo convectivo del aire. Un buen análisis de los diversos tipos de fluctuaciones y sus orígenes ha sido hecho por Carroll (Carroll *et al.* 1989). En nuestro dispositivo experimental estas fluctuaciones se han reducido empleando un horno con paredes de gran espesor, fuelles cerámicos, un largo proceso de estabilización de la temperatura, y promediando sobre 150 barridos del extensómetro. El extensómetro láser fue configurado para que la señal de salida correspondiese a  $100 \text{ mV}/\mu\text{m}$ .

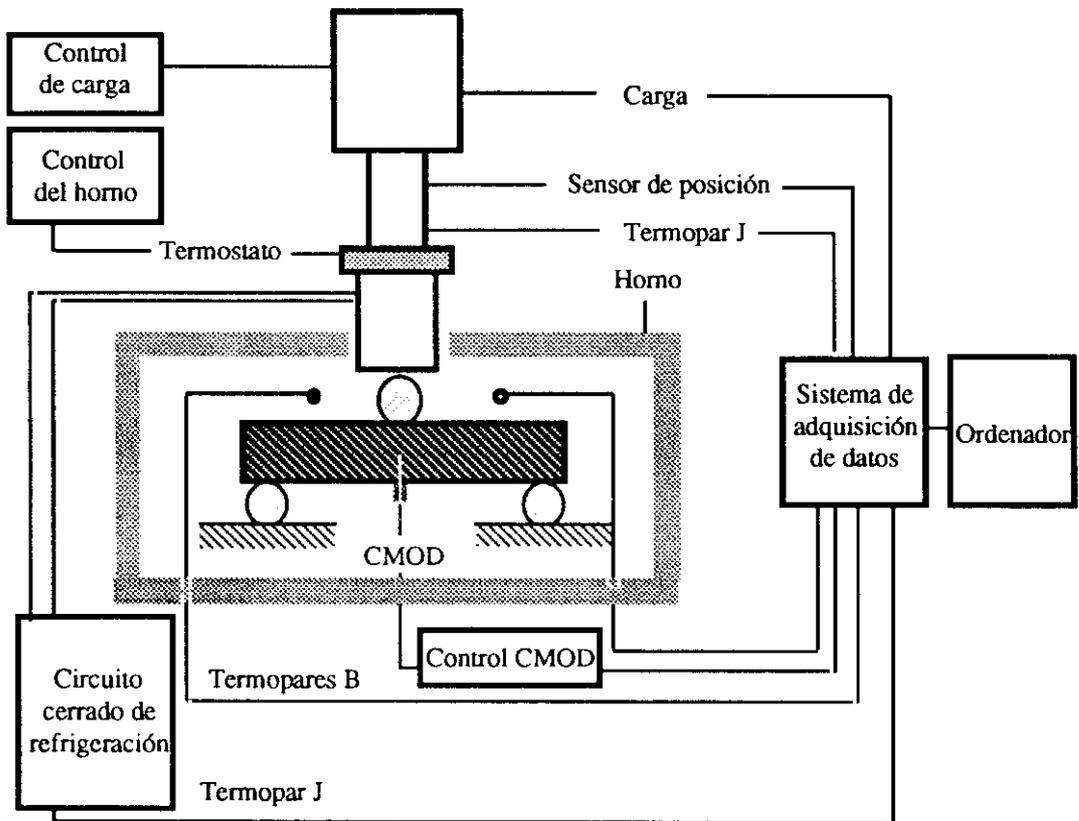


Fig. 3.61.. Esquema general del dispositivo de ensayo a altas temperaturas.

### 3.7.5 Efecto del promediado en el error de la medida

Como cada barrido del láser requiere una cantidad de tiempo pequeña, pero finita, y como el promediado de la señal es ineludible para reducir la fluctuación excesiva de la señal, la señal de retroalimentación que recibe la máquina de ensayos es escalonada, y no continua.

El intervalo de tiempo entre datos,  $\Delta t_u$ , es dado por la cociente entre el número de barridos sobre los que se promedia,  $N$ , y la velocidad de barrido, 250 Hz:

$$\Delta t_u = 4N \cdot 10^{-3} \text{ s}$$

Así, si el promedio se realiza sobre un número de barridos grande, la fluctuación de la señal se reduce, pero los intervalos entre el envío de nuevas señales a la máquina de ensayos son largos. Si el retraso entre dos señales consecutivas es mayor que 1.5 segundos, se pierde el control de la máquina. Por otro lado, si se realiza un promedio sobre un número demasiado pequeño de barridos, es imposible controlar la máquina a causa de la excesiva fluctuación en la señal.

El efecto del promediado se puede ver en la Fig. 3.62. Se tomó una lectura cada  $3 \cdot 10^{-3}$  s para poder registrar las fluctuaciones de bajo periodo, que son las que afectan a nuestros ensayos dada la duración de los mismos (menos de 40 minutos). Cuando el extensómetro no envía señal alguna, el equipo presenta un ruido eléctrico con un error cuadrático medio (RMS) de  $\pm 7$  nm. Este umbral de ruido electrónico es inevitable y aparecerá en todas las medidas que se realicen con el equipo. Ahora, si medimos una distancia constante, y promediamos sobre distinto número de barridos, podemos ver que el error cuadrático medio disminuye conforme aumenta el número de barridos promediados desde RMS= 99 nm para un promedio sobre 5 barridos, hasta 28 nm para un promedio sobre 300. Mientras, el periodo entre dos lecturas consecutivas aumenta de 0.09 a 1.20 segundos respectivamente.

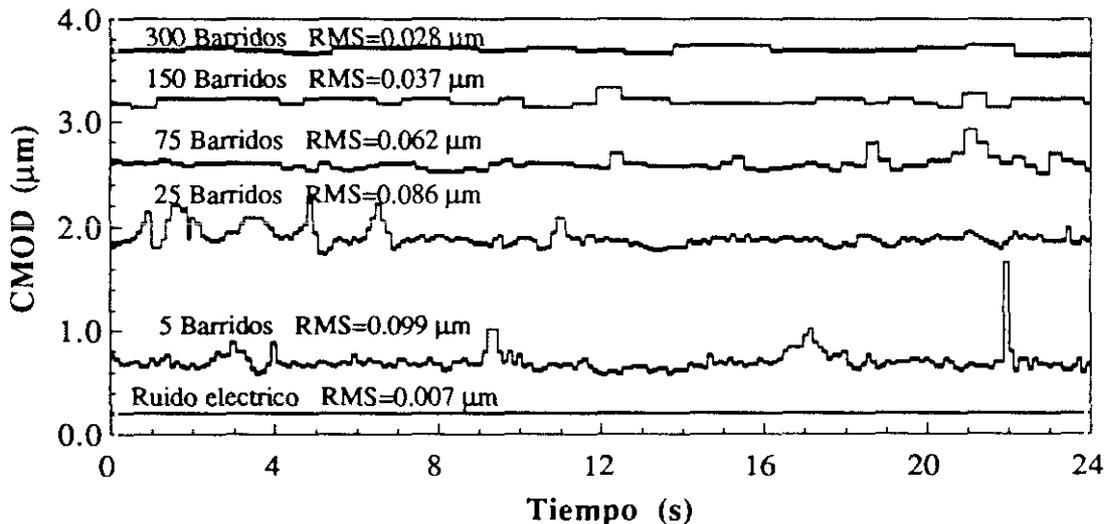


Fig. 3.62. Efecto en el CMOD de promediar sobre un número de barridos creciente.

Experimentalmente se ha comprobado que la mejor estabilidad en los ensayos se alcanza con promedios sobre 150 barridos, tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura. Con este número de barridos la fluctuación se mantuvo dentro de unos límites razonables (alrededor de

150 nm durante 35 minutos que dura un ensayo), y fue posible controlar la máquina de ensayos en un amplio intervalo de velocidades de CMOD, desde  $1 \mu\text{m}/\text{hora}$ , hasta  $1 \mu\text{m}/\text{s}$ . En los ensayos que se presentan en el apartado 3.8 se utilizó una doble rampa de CMOD,  $1 \mu\text{m}/\text{s}$  durante las primeras  $20 \mu\text{m}$  de deformación, y  $5 \mu\text{m}/\text{s}$  el resto del ensayo.

### 3.7.6 Efecto de la temperatura en el error de la medida

La Figs. 3.63 y 3.64 muestran el registro típico de una medida estática (probeta sin carga) a  $25$  y  $600$  °C. El microprocesador del extensómetro láser fue ajustado para promediar sobre 150 barridos, y se tomaron lecturas a intervalos de 1 segundo, durante un tiempo comparable a la duración de un ensayo. Resulta evidente que las fluctuaciones son del mismo orden a ambas temperaturas. De hecho la desviación estandar de ambas es similar:  $114 \text{ nm}$  a  $25$  °C y  $106 \text{ nm}$  a  $600$  °C. Por tanto, el aislamiento térmico y el promediado de la señal son lo suficientemente buenos como para evitar un aumento excesivo de las fluctuaciones con la temperatura.

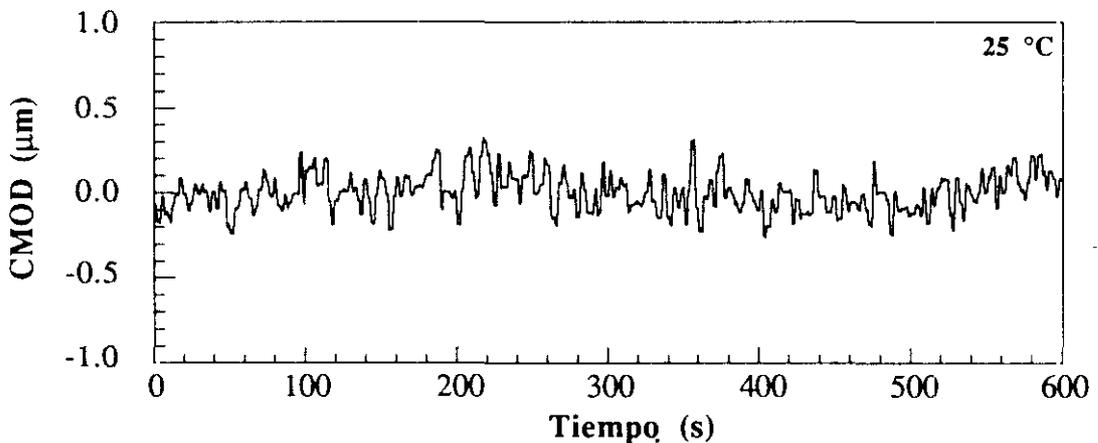


Fig. 3.63. Ruido de la señal de CMOD a  $25$  °C.

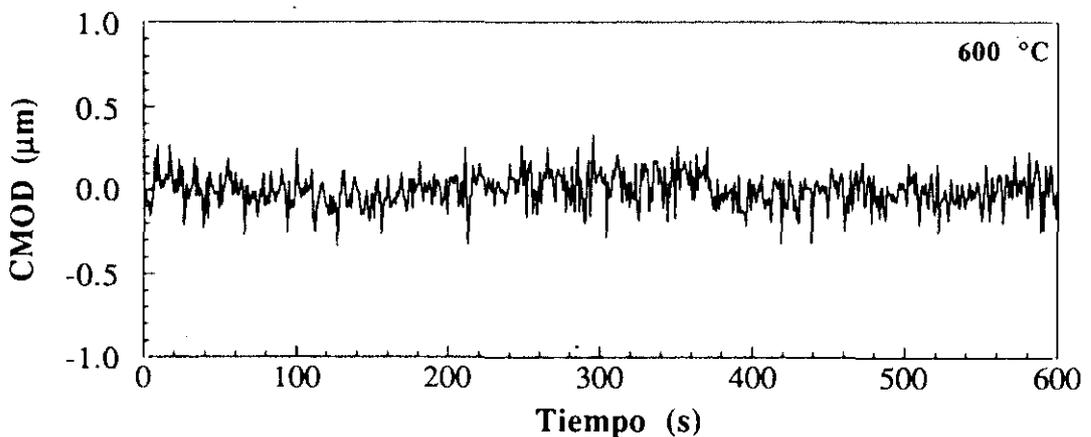


Fig. 3.64. Ruido de la señal de CMOD a  $600$  °C.

### 3.7.7 Influencia del paralelismo de las espigas en los resultados

La falta de paralelismo entre las espigas puede ser una importante fuente de error. Para analizar la influencia de este efecto, tres probetas de aluminio, con entallas de 5 mm de profundidad, y rigidez similar a las probetas de circonia itriada, fueron ensayadas a temperatura ambiente. Una de estas probetas presenta dos espigas metálicas (fijadas mecánicamente) perfectamente paralelas; otra dos espigas simétricas y divergentes —tomando como origen la superficie de la boca de la entalla— con un ángulo positivo entre ambas de  $+8^\circ$ . La tercera probeta tiene dos espigas simétricas y convergentes con un ángulo de  $-10^\circ$ . Se realizaron tres ciclos de carga y descarga para cada una de ellas, registrándose la fuerza y el CMOD en las condiciones expuestas anteriormente. Los resultados se muestran en las Fig. 3.65.

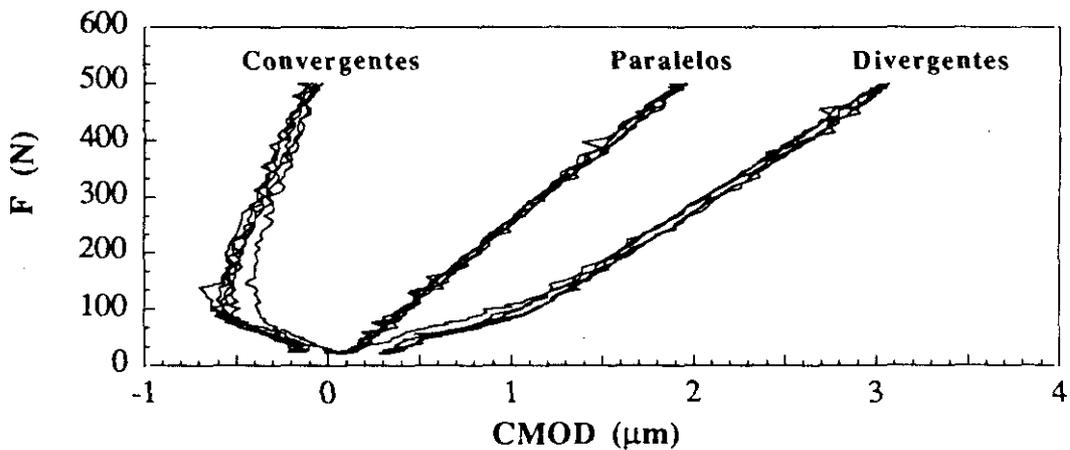


Fig. 3.65. Influencia del paralelismo entre las espigas en el CMOD medido.

Cuando las dos espigas son paralelas la relación entre fuerza y CMOD es lineal. Sin embargo, cuando las espigas son divergentes o convergentes, el CMOD medido se desplaza a la derecha o a la izquierda. Este efecto se debe al desplazamiento vertical del punto de medida del CMOD durante el ensayo, de forma que se puede correlacionar el CMOD de las espigas converges y divergentes con el CMOD de las espigas paralelas, de acuerdo con:

$$\text{CMOD}(\theta) = \text{CMOD}(0) + 2u \tan(\theta/2)$$

donde  $\text{CMOD}(0)$  es el CMOD medido con espigas paralelas,  $u$  es el desplazamiento vertical de la sección central de la probeta, y  $\theta$  es el ángulo entre espigas. De ser cierta la ecuación anterior las curvas  $F-u$  obtenidas de la Fig. 3.65 deben coincidir. La Fig. 3.66 muestra los resultados de este cálculo, y el buen acuerdo entre ambos resultados. Adicionalmente, la curva de la Fig. 3.66 puede ser empleada junto a la ecuación anterior para corregir el resultado en el caso de que no sea posible pegar las espigas a las probetas de circonia de forma que queden perfectamente paralelas.

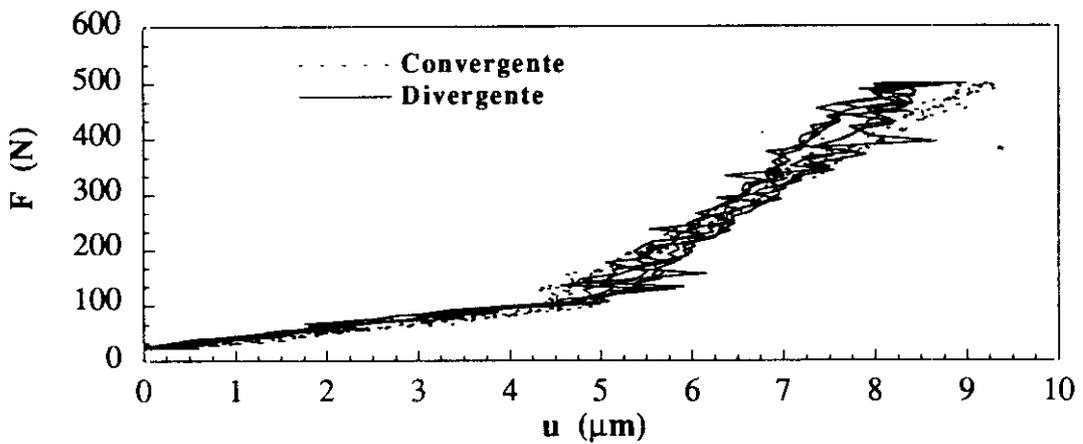


Fig. 3.66. Curvas Fuerza-u recalculadas.

### 3.7.8 Análisis de la histéresis del dispositivo de ensayo

El equipo de ensayo tiene un papel fundamental en la evaluación de la energía disipada en los ensayos de flexión en tres puntos ya que es el medio con que realizamos la carga, medida y control de los experimentos. El registro completo de carga y descarga de la curva Fuerza-Desplazamiento, y Fuerza-CMOD de una probeta en la zona de comportamiento elástico debería ser lineal y repetitivo, para que la energía disipada por este mecanismo fuese pequeña. La histéresis experimental es la medida de la desviación de la respuesta del sistema cuando se realizan procesos de carga cíclicos sobre las probetas en régimen lineal.

Los resultados que se presentan a continuación muestran, sólo, la linealidad, y repetitividad del desplazamiento del punto de carga frente a la carga aplicada, dado que, como se puede apreciar en la Fig. 3.65, para probetas de espigas paralelas los registros Fuerza-CMOD, la repetitividad y la linealidad son muy altas, dando lugar a una histéresis despreciable.

Se utilizó una probeta muy rígida de circonia itriada, de dimensiones 8x10x50 mm, sin fisurar. Se ensayó en flexión en tres puntos a 25, 300, y 600 °C, por éste orden. El desplazamiento del punto de carga se midió con el extensómetro tipo LVDT localizado en el exterior del horno. Con el extensómetro láser se determinó la misma magnitud pero en el interior del horno, de forma que no se incluyó en esta medida la deformación del dispositivo de carga (como ocurre cuando medimos con el LVDT).

El haz láser se colocó verticalmente, en vez de horizontal como cuando se mide el CMOD, para poder medir directamente el desplazamiento entre la superficie inferior la sección central de la probeta sometida a flexotracción, y la superficie en que ésta apoya en el dispositivo de carga. Las Fig. 3.67, 3.68, y 3.69 muestran que los resultados.

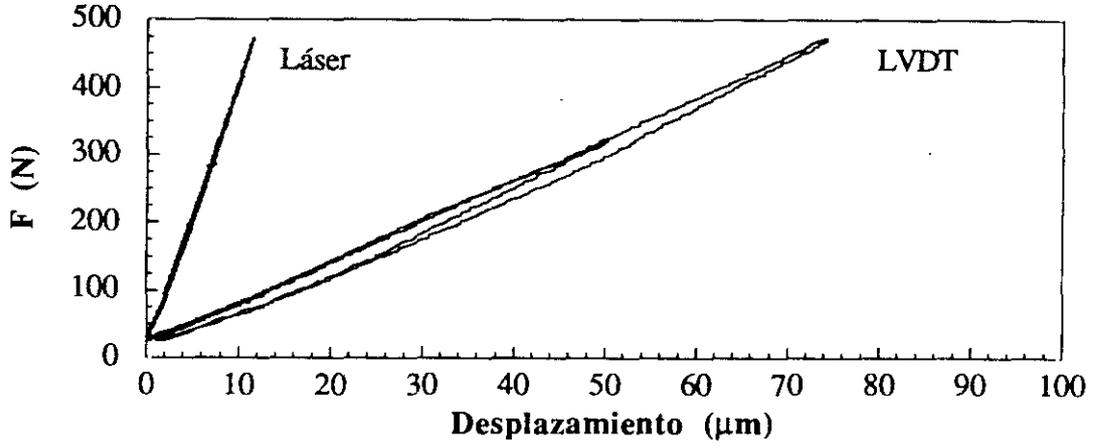


Fig. 3.67. Linealidad del desplazamiento del punto de carga a 25 °C.

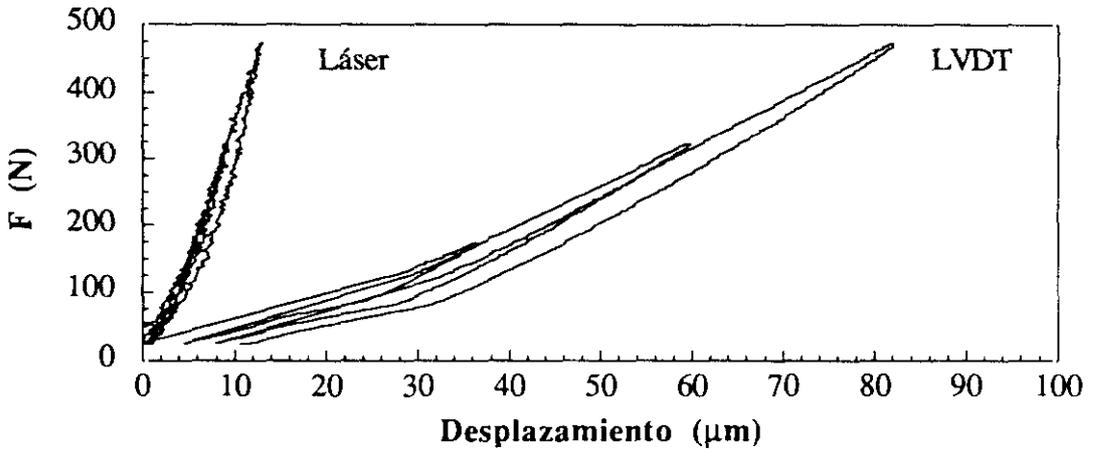


Fig. 3.68. Linealidad del desplazamiento del punto de carga a 300 °C.

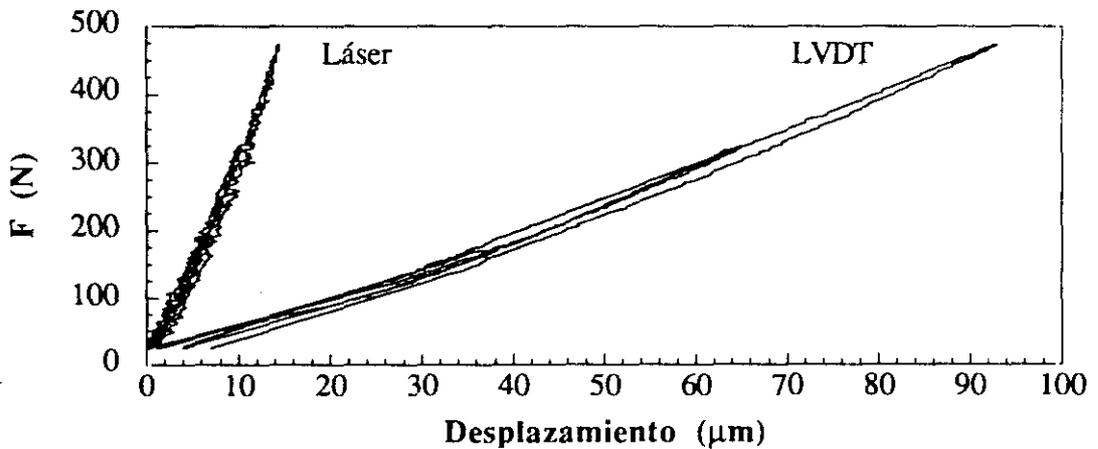


Fig. 3.69. Linealidad del desplazamiento del punto de carga a 600 °C.

La respuesta del extensómetro láser se correlaciona bastante bien con la que da el extensómetro LVDT, exceptuando que el LVDT da un valor mayor debido a que está midiendo el desplazamiento de la probeta más la deformación elástica del dispositivo de ensayo. En cualquier caso, ambas medidas muestran una pequeña histéresis de unos pocos  $\mu\text{J}$ .

### 3.8 RESULTADOS DE $K_{IC}$ , $G_F$ , Y CURVAS-R

La Fig. 3.70 muestra algunas de las curvas Fuerza-CMOD típicas, obtenidas usando el procedimiento anteriormente descrito, a 25, 300, y 600 °C. La Fig. 3.71 muestra las curvas Fuerza-Desplazamiento correspondientes a los mismos ensayos. La rama de descarga con retroceso en las deformaciones (*snap-back*) que aparece en estas últimas curvas es característica de dispositivos que conducen a ensayos inestables en control de desplazamiento. Por tanto, el control en CMOD es estrictamente necesario para obtener ensayos estables en este material, y con este dispositivo. De otra forma sería imposible determinar la energía de fractura, y la curva-R en este material.

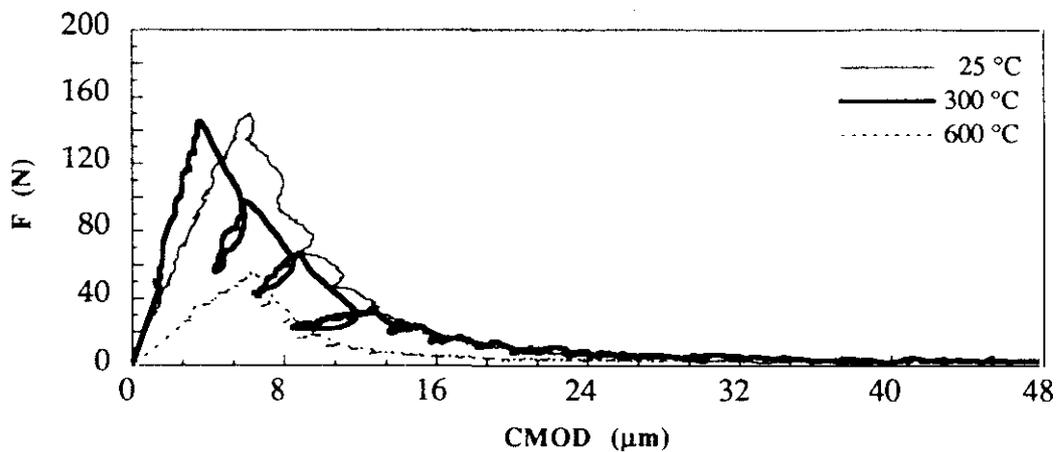


Fig. 3.70. Curvas Carga-CMOD.

De la curva Fuerza-Desplazamiento se puede calcular la energía de fractura,  $G_F$ , sin más que dividir el trabajo realizado durante la fractura (área debajo de la curva) entre el incremento de superficie de fractura durante el ensayo. Las curvas-R podrían obtenerse bien de las descargas en las curvas F-CMOD, o bien suponiendo que el material tiene un comportamiento elástico y lineal, y definiendo una longitud de grieta equivalente (Elices y Planas 1992). En nuestro caso se calculó la curva-R a partir de las curvas Fuerza-Desplazamiento (ver Apendice), ya que de esta forma su determinación es más precisa. La Fig. 3.72 muestra como varía el aspecto de la curva-R con la temperatura.

Desafortunadamente los ensayos a 900 °C resultaron ser inestables, por problemas que más adelante exponaremos, y sólo fue posible obtener valores de  $G_F$  y de la curva-R hasta 600 °C. No obstante, el valor de la tenacidad obtenido a 900 °C se ha incluido en los resultados ya que es comparable con los de ensayos estables (de hecho algunos de los ensayos previos al ajuste del dispositivo a temperaturas inferiores fueron inestables y dieron valores de la tenacidad similares a los de los ensayos estables), y permite ampliar la información respecto al comportamiento del material a alta temperatura.

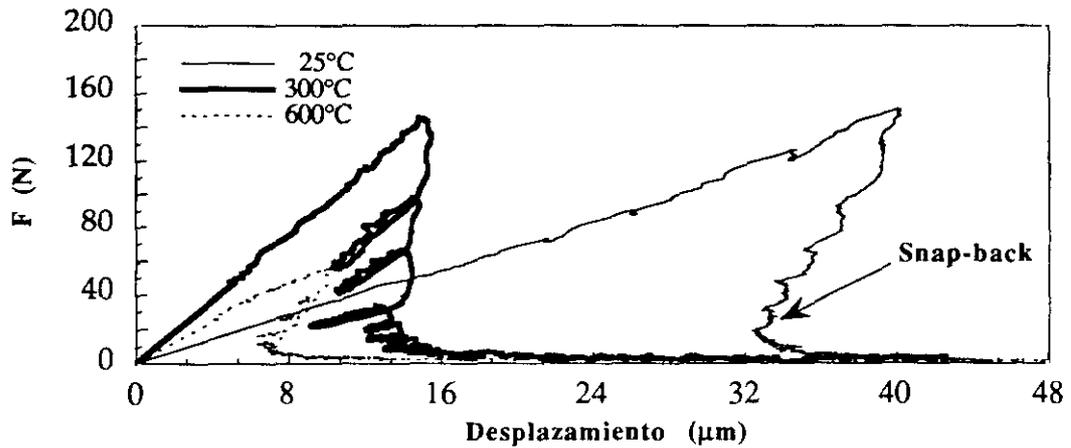


Fig. 3.71. Curvas Carga-Desplazamiento.

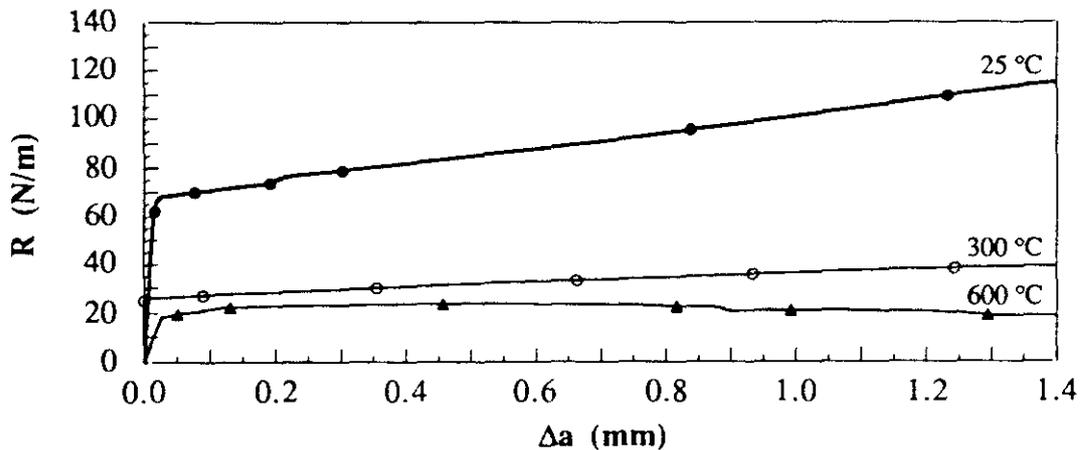


Fig. 3.72. Variación de la curva-R con la temperatura.

En la Tabla 3.19 se comparan el valor medio de los resultados obtenidos a 25, 300, 600, y 900°C, de la energía de fractura,  $G_F$ , de la tenacidad aparente,  $K_Q$ , y de la tenacidad de fractura obtenida a partir de la energía de fractura,  $K_{\infty} = (G_F E)^{1/2}$ . La tenacidad aparente ha sido calculada a partir de la carga máxima haciendo uso de la fórmula de Tada (Tada *et al.* 1985). También se incluyen valores de la tenacidad de fractura,  $K_{IC}$ , tomados de la literatura (Nose y Fujii 1988, Ghosh *et al.* 1989, Becher 1986). Como se puede comprobar, hay un buen acuerdo

entre los resultados, y se aprecia una acusada disminución del valor de la tenacidad de fractura, y consecuentemente de la  $G_F$ , conforme aumenta la temperatura (Figs. 3.73 y 3.74). Entre 600 y 900 °C se alcanza un valor asintótico de la tenacidad, el cual coincide con el de la circonia cúbica monocristalina (Evans 1986), que es del orden de 1.8-2.0 MPa m<sup>1/2</sup>. Esto muestra que a estas temperaturas deja de ser efectiva la transformación tenaz en el aumento del  $K_{IC}$ .

Tabla 3.19. Valores medios de la tenacidad y de la energía de fractura medidas a 25, 300, 600, y 900 °C.

Temperatura (°C)	$K_Q$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	$G_F$ (N/m)	$K_{\infty}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	$K_{IC}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )
25	3.9	108.1	4.7	4-5.5
300	2.8	42	2.9	
600	2.0	17	1.9	
900	1.8			

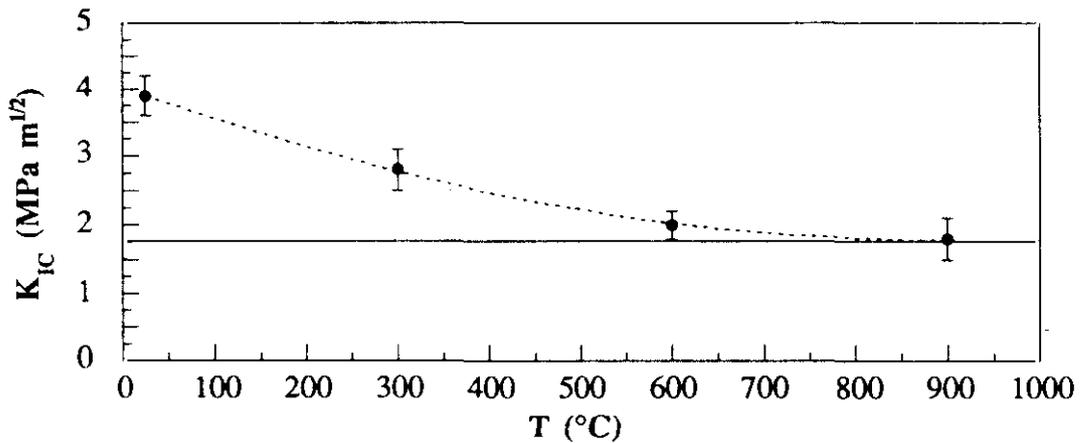


Fig. 3.73. Variación del valor medio de  $K_Q$  con la temperatura.

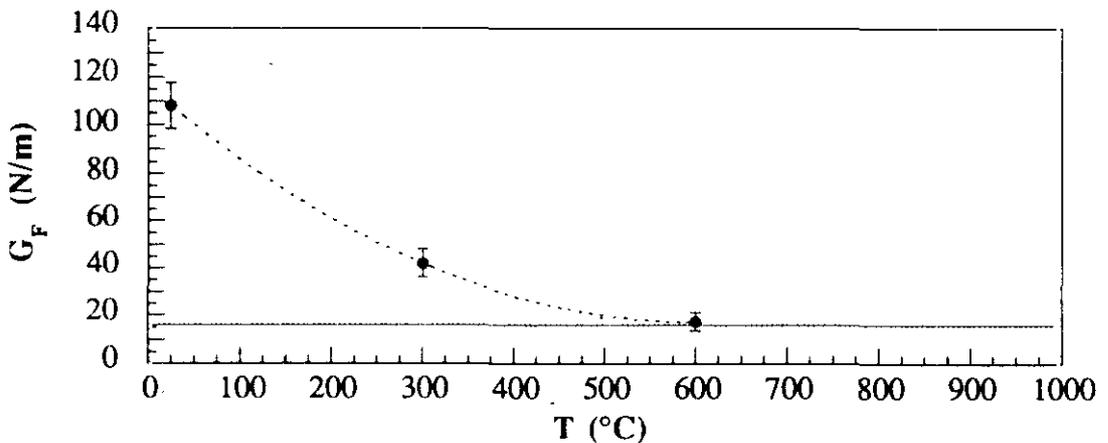


Fig. 3.74. Variación del valor medio de  $G_F$  con la temperatura.

### 3.9 ENSAYOS COMPLEMENTARIOS

En los apartados siguientes se presentan los resultados de algunos ensayos adicionales necesarios para la completa caracterización del comportamiento en fractura de la circonia itriada. Estos ensayos suponen, en algunos casos, una extensión de la técnica anteriormente presentada, o nuevas aplicaciones de la misma.

#### 3.9.1 Dilatometría

Con los ensayos de dilatometría se pretende observar la temperatura,  $A_s$ , a la que de forma espontánea comienza para la circonia itriada la transformación de partículas monoclinica a tetragonal, y la temperatura,  $A_f$ , a la que esta transformación termina<sup>17</sup>. Esto evidentemente tendrá un efecto directo en la tenacidad del material, pues a medida que sea más fácil producir la transformación monoclinica→tetragonal, menor será la zona transformada. Con tal fin se ha desarrollado un dispositivo de dilatometría basado en el extensómetro láser.

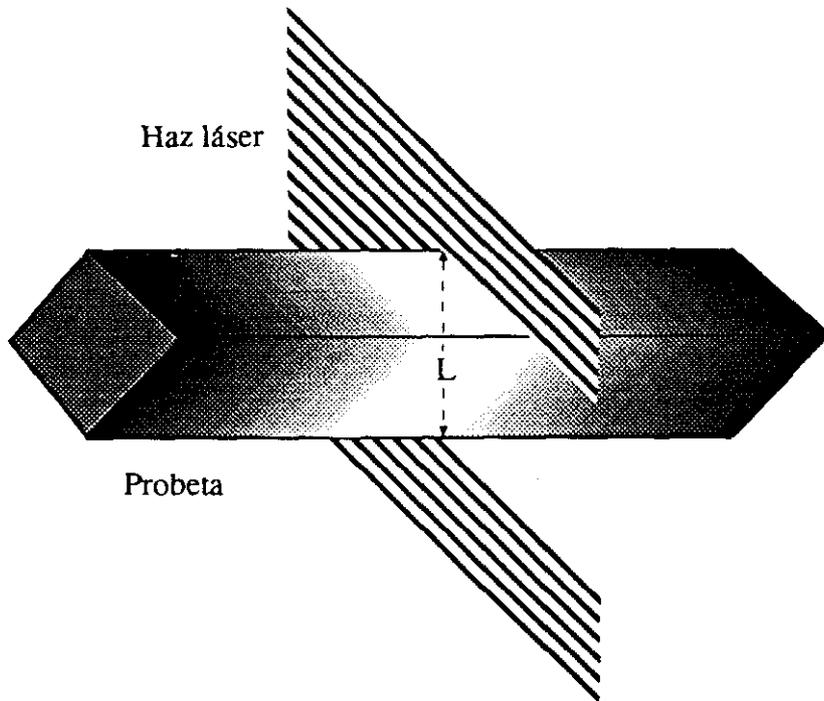


Fig. 3.75. Esquema simplificado del dispositivo de dilatometría.

El dispositivo utilizado para las dilatometría es básicamente el mismo que el empleado en el análisis de la histéresis del dispositivo de ensayo. El haz láser se colocó vertical y se midió el espesor de una probeta de sección cuadrada. Esta muestra se encuentra colocada

<sup>17</sup>El registro de las temperaturas de comienzo y final de la transformación inversa,  $M_s$  y  $M_f$ , no se realizó ya que no tiene interés para nuestros propósitos.

horizontalmente<sup>18</sup> en el interior del horno. Para poder enfocar bien el haz láser se giraron 45° las superficies de apoyo respecto del plano horizontal, mediante unos pequeños rebajes que se hicieron en los extremos. De esta forma el haz láser midió siempre en un mismo punto de la diagonal de la sección de la probeta (Fig. 3.75).

Los ensayos comenzaron a temperatura ambiente y se subió hasta 1100 °C a una velocidad de 5 °C/min. El sistema de toma de datos fue similar al descrito con anterioridad. En este caso se registró una lectura cada diez segundos. El extensómetro láser fue configurado para promediar sobre 500 barridos, con una salida analógica de  $\pm 10$  V que correspondió a  $\pm 100$   $\mu\text{m}$ . Las dimensiones de la probeta empleada fueron 5x4.9x23 mm.

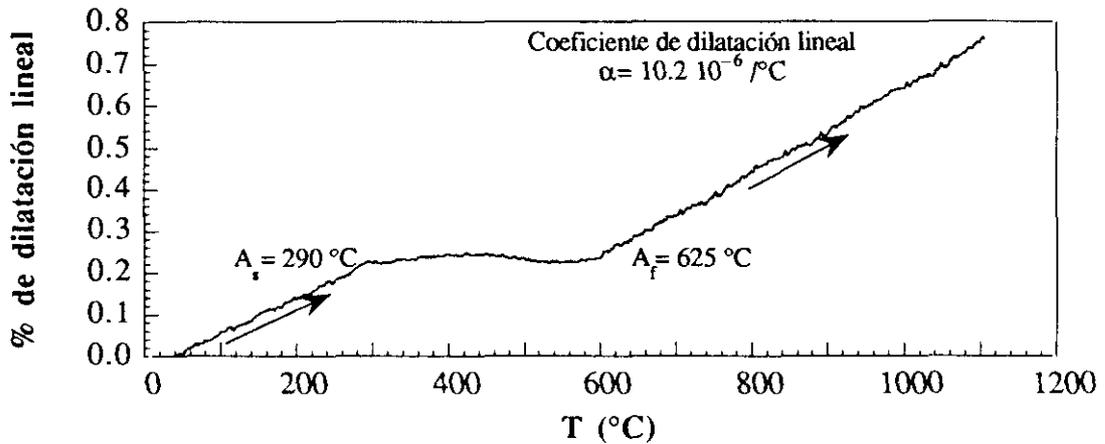


Fig. 3.76. Curva dilatométrica para la circonia itriada.

La Fig. 3.76 muestra el aspecto de la curva dilatométrica de esta circonia itriada. Aparece una zona lineal hasta 300 °C, y pasados los 600, con una pendiente que corresponde con el coeficiente de dilatación lineal del material dado por el fabricante,  $10.2 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ . Es en el intervalo de 290 a 625 °C, correspondiendo con la pendiente horizontal de la curva, en el que se produce la transformación monoclinica a tetragonal de forma espontánea.

### 3.9.2 Ensayos de tracción indirecta

Un parámetro fundamental en los modelos cohesivos es el conocimiento de la resistencia a tracción del material. El inconveniente es que ésta resulta muy difícil de determinar por varios motivos. Por una parte está la complejidad de mecanización en material cerámico de las probetas de tracción tradicionales (Grathwohl 1988, Amaral y Pollock 1988). Por otro lado tenemos el

<sup>18</sup>Si las medidas de dilatación se hubiesen hecho en horizontal (con la probeta vertical), cosa que hubiera sido mucho más sencilla, el resultado se habría visto influido por el desplazamiento de la probeta debido a la dilatación de las barras en que se encuentra apoyada. De esta forma el punto de medida no hubiera sido constante, y lo que obtendríamos sería un perfil de rugosidad de la probeta.

problema de las mordazas de tracción. Estas deben ser lo suficientemente rígidas como para poder traccionar el material, pero a la vez no deben oprimir demasiado a la probeta para no romperla por cizalla. Además deben permitir el perfecto alineamiento de todo el dispositivo, evitando pequeñas torsiones que darían lugar a la rotura en flexión de la muestra. A lo anterior hay que sumarle el problema de si las mordazas deben estar frías o calientes. Si son frías (Liu *et al.* 1988, Hermansson y Dunlop 1988) el extremo de la muestra a ensayar se encuentra cientos de grados por debajo de la temperatura en la zona de ensayo, produciéndose considerables gradientes de temperatura. A cambio se facilita la fabricación de las mordazas, ya que éstas pueden ser metálicas. Si se opta por mordazas de tracción calientes la probeta gana en homogeneidad de temperatura, pero el dispositivo de tracción debe ser cerámico, lo cual complica el dispositivo extraordinariamente (Ohji 1988, Kandil y Dyson 1988).

Ante estas dificultades se ha optado por comprobar si es posible emplear probetas de tracción indirecta o brasileñas (Fig. 3.77) para la medida de esta magnitud en materiales cerámicos a alta temperatura. Este método, empleado ampliamente a temperatura ambiente en otros materiales frágiles como el hormigón y las rocas, presenta la gran ventaja de trabajar en compresión. En estos ensayos se utilizan probetas cilíndricas que son comprimidas según su diámetro principal. Esta compresión origina una tracción indirecta transversal que provoca la rotura por la sección central de la probeta. Este ensayo permite obtener un valor de la resistencia a tracción,  $\sigma_t$ , en función de la carga máxima,  $F_{m\acute{a}x}$ , siendo:

$$\sigma_t = \frac{2 F_{m\acute{a}x}}{\pi B \phi}$$

donde B es el espesor de la probeta, y  $\phi$  es el diámetro de la misma.

En nuestro caso se emplearon probetas de 9 mm de diámetro y 5 mm de espesor, que fueron rectificadas en su canto de apoyo para poder conseguir un buen contacto entre la probeta y el dispositivo de carga.

Como dispositivo de carga se emplearon las barras de alúmina de 60 mm perfectamente alineadas<sup>19</sup>. Sobre estas se colocaron sendas placas de carburo de wolframio para no dañarlas. Entre estas placas, y coaxiales con las barras de carga, se colocaron las probetas. El dispositivo de medida fue el mismo que el descrito anteriormente, pero con la salvedad que en este caso se utilizó una célula de carga de 100 kN de capacidad, y que el extensómetro láser en vez de medir el CMOD, midió el incremento del diámetro de la probeta por efecto Poisson (Fig. 3.78).

En la Tabla 3.20 y Fig. 3.79 pueden verse reflejados los resultados de estos ensayos. La resistencia a tracción cae fuertemente con el aumento de la temperatura, sobre todo a partir de los 300 °C, y se hace muy acusada a los 600 °C.

<sup>19</sup>La utilización de un dispositivo de carga cerámico permitió que toda la probeta estuviese a la misma temperatura, con las ventajas de homogeneidad en las condiciones de ensayo que ésto conlleva.

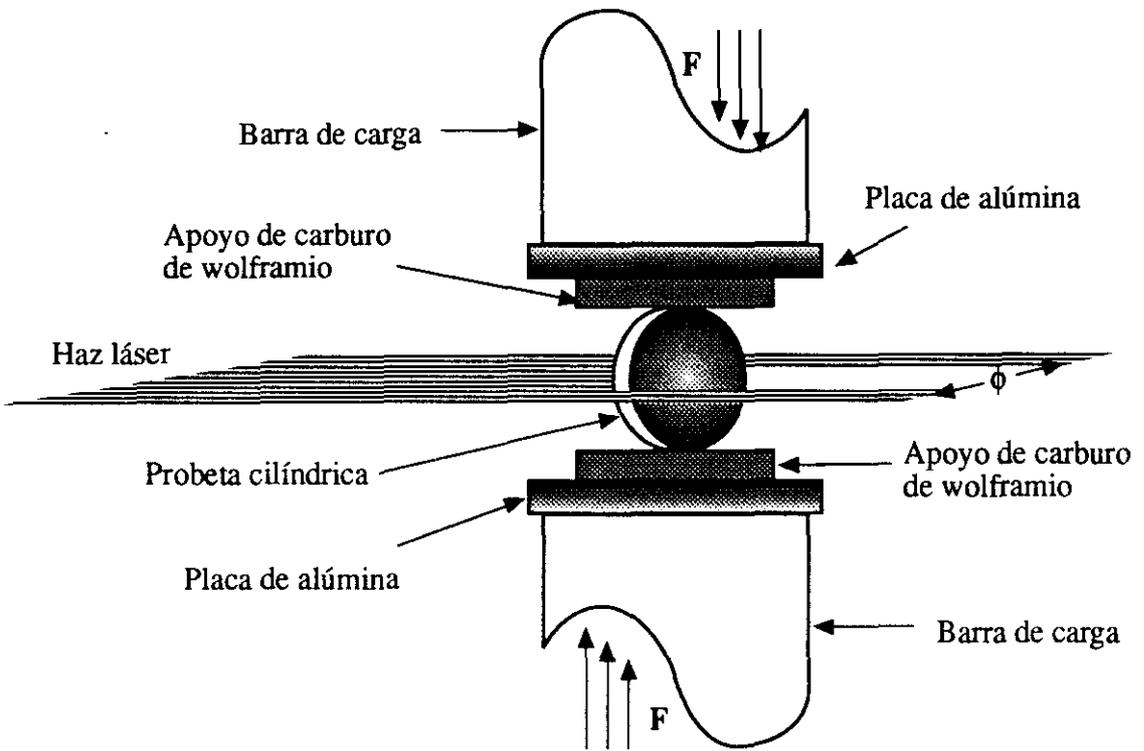


Fig. 3.77. Aspecto de las probetas y dispositivo de carga usados en los ensayos de tracción indirecta.

Tabla 3.20. Valores medios de la resistencia a tracción a 25, 300, 600°C.

Temperatura (°C)	$\sigma_t$ (MPa)	RMS (MPa)
25	368	12
300	315	7
600	92	4

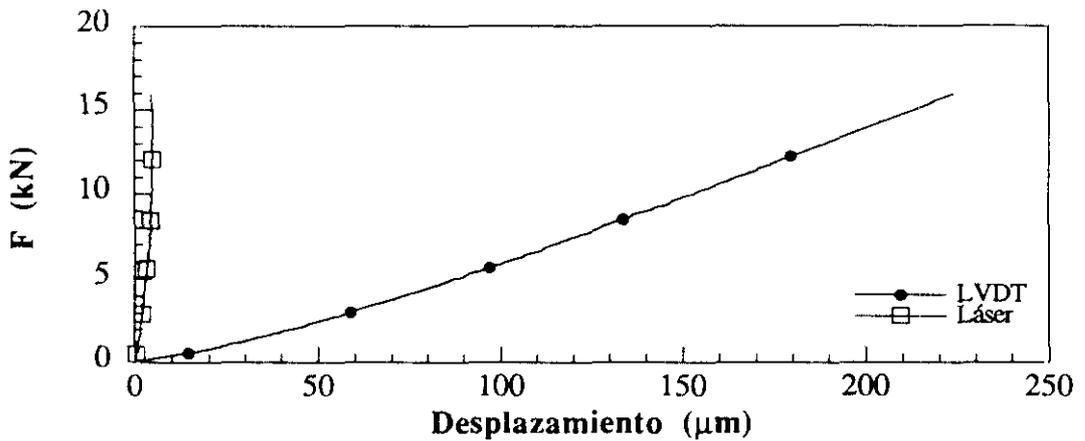


Fig. 3.78. Deformación de la probeta en un ensayo brasileño a 25 °C, donde el LVDT mide el desplazamiento del punto de carga, y el láser el incremento en el diámetro de la probeta.

A la vista de los resultados, se puede decir que este método propuesto permite una medida sencilla y repetitiva de la resistencia a tracción, simplificando los dispositivos de ensayos ya que se trabaja en compresión; y lo que es más, el trabajar con los extremos de las barras de carga a la misma temperatura que la probeta permite evitar los fuertes gradientes de temperatura que se generan en los métodos de tracción directa con mordazas frías.

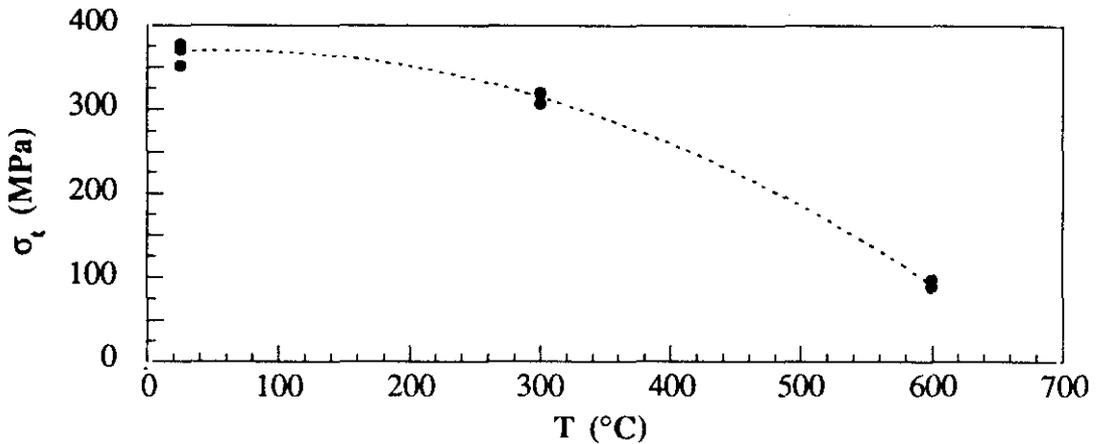


Fig. 3.79. Resultados individuales de la resistencia a tracción frente a la temperatura.

### 3.9.3 Medida del módulo de elasticidad

El módulo de elasticidad, E, se determinó mediante un método dinámico, utilizando un aparato comercializado por la empresa GRINDO-SONIC. Esta técnica permite obtener el valor de la frecuencia fundamental de resonancia de la probeta. El sistema funciona como se describe: inicialmente se hace vibrar a la muestra mediante una percusión que se realiza sobre la misma, y a continuación, mediante un micrófono debidamente acondicionado, un microprocesador realiza un análisis determinando la frecuencia fundamental de vibración (Spinner y Tefft 1961, Aly y Semler 1985, ASTM C 1198-91).

La ecuación que permite calcular el módulo de elasticidad en función de la frecuencia de resonancia es:

$$E = 0.94642 \cdot 10^{-8} \frac{m A f^2}{B} \left( \frac{L}{W} \right)^3$$

$$A = 1 + 6.685(1 + 0.0752\nu + 0.8109\nu^2) \left( \frac{W}{L} \right)^2 - 0.868 \left( \frac{W}{L} \right)^4 \frac{8.34(1 + 0.2023\nu + 2.173\nu^2) \left( \frac{W}{L} \right)^2}{1 + 6.338(1 + 0.14081\nu + 1.536\nu^2) \left( \frac{W}{L} \right)^2}$$

$f$  es la frecuencia de resonancia expresada en Hz

$\nu$  es el coeficiente de Poisson

$L$  la longitud de la probeta en cm

$B$  el espesor de la probeta en cm

$W$  el canto de la probeta en cm

$m$  la masa de la probeta en gr

En estos ensayos se emplearon probetas de dimensiones ( $W \times B \times L$ ) 4x3x45 mm, siendo los resultados obtenidos:

$$E (\text{Mg-PSZ}) = 197 \text{ GPa}$$

$$E (\text{Al}_2\text{O}_3) = 370 \text{ GPa}$$

$$E (\text{Y-TZP}) = 207 \text{ GPa}$$

Desafortunadamente, la técnica descrita anteriormente sólo permite medir el módulo de elasticidad a temperatura ambiente. Para salvar esta contrariedad se realizaron ensayos de variación de la flexibilidad del material con la temperatura (usando un dispositivo y probetas como el descrito en 3.7.7). De la variación de esta pendiente con la temperatura, se calculó el módulo de elasticidad a 300 y 600 °C.

La Fig. 3.80 muestra los resultados de estos ensayos. Se aprecia como la pendiente no varía significativamente de 25 a 300 °C, y que se reduce en un 12.5% al llegar la temperatura a los 600 °C. El módulo de elasticidad para la circonía itriada seguirá siendo de alrededor 207 GPa a 300 °C, mientras que a 600 °C cae a 180 GPa.

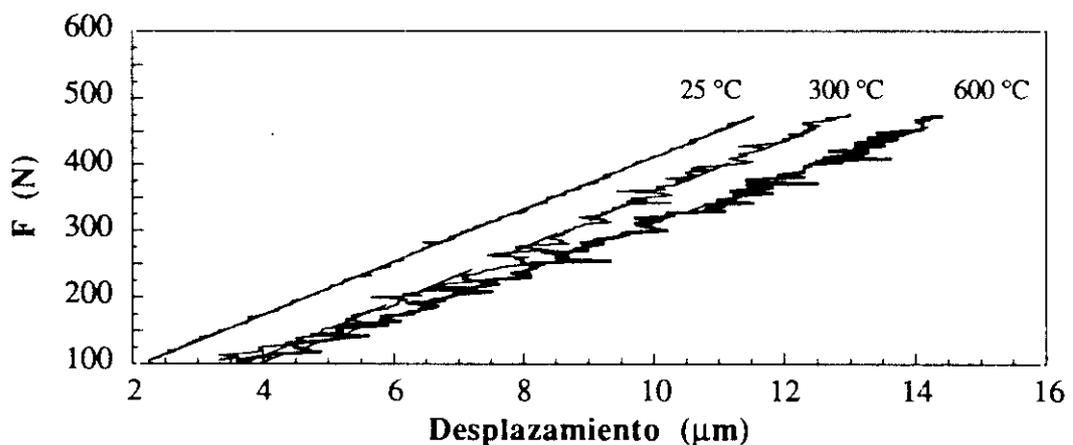


Fig. 3.80. Variación de la pendiente de la curva Fuerza-Desplazamiento en función de la temperatura.

### 3.9.4 Efecto de tamaño

A el fin determinar la influencia del tamaño de la probeta en la tenacidad de la circonia itriada se realizaron ensayos con probetas de dimensiones 5x5x23 mm, y distancia entre apoyos 20 mm. Las probetas fueron prefisuradas con la técnica del puente en compresión y ensayadas en las mismas condiciones y similar dispositivo de ensayo a los descritos en 3.7.3. Los ensayos se realizaron en control de desplazamiento, a una velocidad de 50  $\mu\text{m}/\text{min}$ , y por tanto resultaron ser inestables. De los valores obtenidos de la carga máxima se calculó la tenacidad de fractura utilizando la fórmula de Tada. Los resultados, similares a los de probetas de tamaño doble, se pueden ver en la Tabla 3.21.

Tabla 3.21. Resultados de la tenacidad para probetas pequeñas.

Probeta	c/W	$K_Q$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )
ZC1-SP	0.4684	4.1
ZC2-SP	0.1234	3.6
ZC4-SP	0.2419	4.1
<b>Media</b>		<b>3.9</b>
<b>Desv. estandar</b>		<b>0.3</b>

### 3.10 EXTENSIONES Y LIMITACIONES DE LA TÉCNICA

La técnica propuesta para la medida del CMOD ha sido utilizada con éxito (con un bajo nivel de fluctuación de la señal) hasta los 1300 °C. Esto hace que sea muy prometedora en su aplicación a la caracterización del comportamiento en fractura de los materiales cerámicos tanto a temperatura ambiente como a temperaturas elevadas.

También se han mostrado otras aplicaciones de la técnica, como es la dilatometría, la medida del desplazamiento del punto de carga, la deformación de probetas cilíndricas en tracción indirecta, y el cálculo del módulo de elasticidad a alta temperatura. Parece por tanto, interesante la utilización de este tipo de extensometría láser para la medida de deformaciones en otros materiales (materiales compuestos, metales, plásticos), otras geometrías, y distintas condiciones de ensayo (fluencia, ambientes agresivos, vacío,...).

No obstante, desde el punto de vista del control en CMOD de la máquina de ensayos, el procedimiento trabaja muy bien hasta los 800-900 °C, pero para temperaturas superiores no se pueden conseguir ensayos estables debido a la adhesión entre la probeta y los apoyos. De hecho, a estas temperaturas, una fina capa de óxido empieza a formarse entre la probeta de circonia itriada y los rodillos de carburo de silicio. Esta capa crea una adherencia que impide el

movimiento libre de los rodillos, e introduce una fuerza de rozamiento tangencial en los apoyos. La consecuencia es que la carga máxima aumenta debido a las fuerzas de adhesión, y la muestra rompe catastróficamente cuando la constricción se libera repentinamente. Este efecto no deseado podría reducirse mediante la modificación de la composición y geometría del dispositivo de ensayo.



# ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

En este capítulo se realiza un análisis microestructural de las superficies de fractura de la circonia parcialmente estabilizada (Mg-PSZ), de la alúmina, y de la circonia itriada (3Y-TZP) que complementa la caracterización mecánica. Se trata de identificar los micromecanismos que contribuyen al aumento de la tenacidad, y analizar la influencia del generador de grieta (entalla e impronta Vickers) en la tenacidad de fractura de los tres materiales estudiados.

Para la circonia itriada se analiza el efecto que tiene la temperatura en el conjunto de los parámetros de fractura (tenacidad, curva-R, energía de fractura, módulo de elasticidad, resistencia a tracción) medidos en el capítulo anterior. Se intentará correlacionar este comportamiento, y la curva dilatométrica, con los micromecanismos de fractura presentes en este material.

Tanto las superficies como los perfiles de fractura que se analizan fueron previamente sometidos a un ataque químico con ácido ortofosfórico en ebullición para revelar más claramente su microestructura. Todas las probetas se recubrieron con una capa continua de oro para prevenir la acumulación de carga durante su observación en el microscopio electrónico de barrido (MEB).

### 4.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LA Mg-PSZ

En la Fig. 4.1 se muestra la superficie de fractura de una probeta prefisurada de Mg-PSZ. Ésta presenta una línea vertical más brillante en el centro de la probeta que separa la zona correspondiente a la prefisuración de la zona ensayada a flexión. Esta zona de mayor brillo es consecuencia del desajuste entre planos de fractura de la zona prefisurada respecto a la zona rota en flexión.

Las Figs. 4.1, 4.2a y 4.2b, muestran que no hay diferencia en el aspecto microscópico de la fractura al pasar de la zona prefisurada (Fig. 4.2a) a la zona ensayada (Fig. 4.2b). En ambos casos la fractura es mayoritariamente intergranular, y no hay ningún indicio a nivel

microestructural que haga pensar que el generador de la pregrieta (entalla) influye en el resultado final de la tenacidad medida.

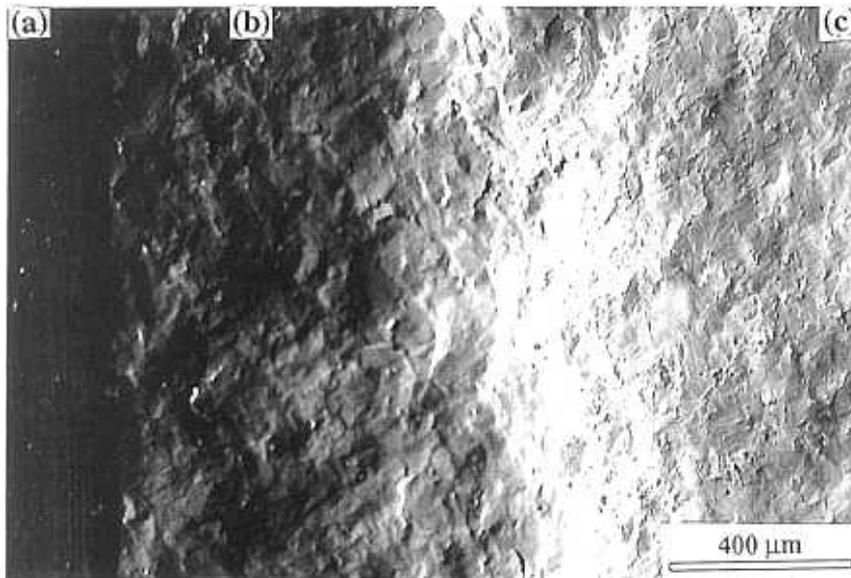


Fig. 4.1. Superficie de fractura de la probeta de Mg-PSZ prefisurada. Nótese que existen tres zonas: a) zona entallada, b) zona prefisurada, y c) zona ensayada a flexión.

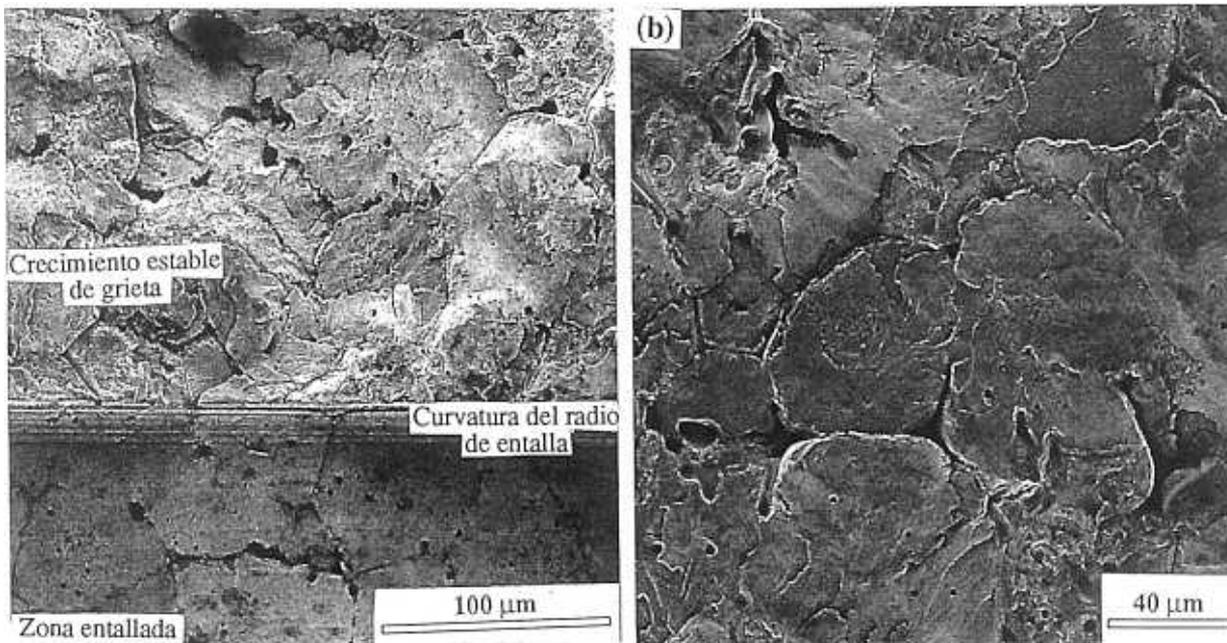


Fig. 4.2. Superficie de fractura de la probeta de Mg-PSZ, mostrando en detalle la zona prefisurada (a), y la zona ensayada a flexión (b).

Las Figs. 4.3a y 4.3b muestran el perfil de la grieta principal en Mg-PSZ. Se observa que la rotura es predominantemente intergranular siguiendo la porosidad que se acumula en las fronteras de grano, y que la grieta es desviada por los granos. La Fig. 4.3c muestra en detalle cómo existen ramificaciones de la grieta principal en grietas secundarias, lo que da lugar a

granos que hacen de ligamentos resistentes. Este efecto se puede ver más en detalle en la Fig. 4.4. En esta sección transversal de la grieta se muestra que la grieta ha perdido continuidad solapándose distintos tramos de la misma, a distintos niveles. Estos granos aun sin romper (ligamentos resistentes) son capaces de transmitir carga, y cotribuyen a aumentar la tenacidad del material.

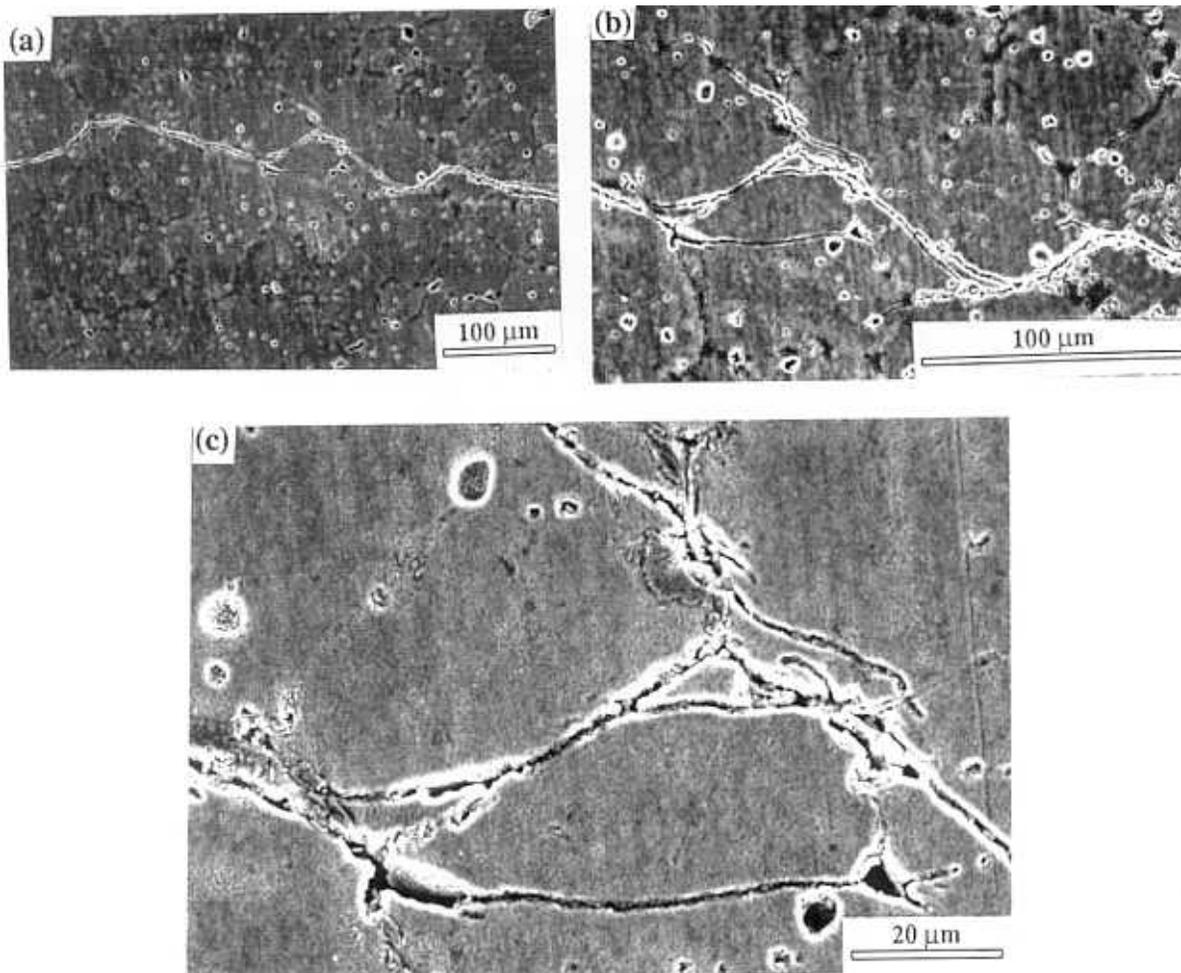


Fig. 4.3. Perfil de la grieta principal en Mg-PSZ con tres niveles de detalle. Nótese que la fractura es primordialmente intergranular, y que hay una ramificación lateral apreciable de la grieta principal.

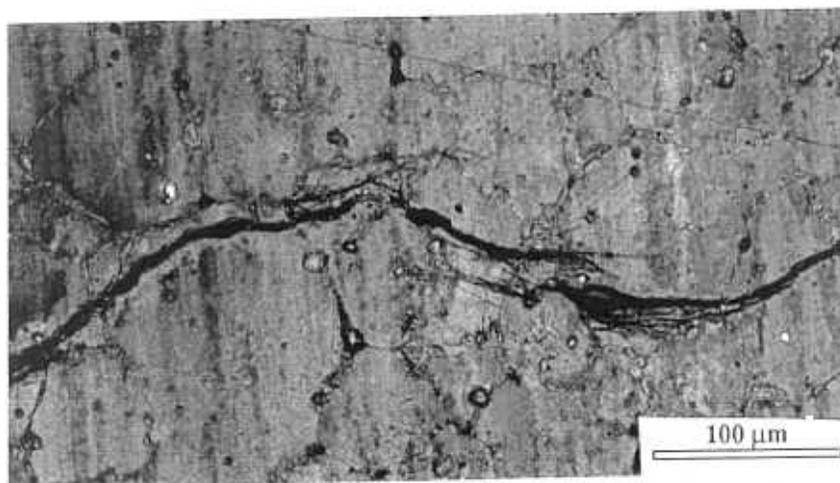


Fig. 4.4. Solapamiento de la grieta y ligamentos resistentes en Mg-PSZ.

El análisis de la superficie de fractura (Fig. 4.5) confirma que la rotura es en este material mayoritariamente intergranular. Estudiando más en detalle estas superficies (Figs. 4.6a y 4.6b) se aprecian cambios bruscos en el plano de la superficie de fractura y granos semiarrancados. Este aspecto es debido al solapamiento de la fisura (Fig. 4.4) y a los ligamentos resistentes que quedan en la estela de la grieta. Al romperse totalmente el material quedan en contacto distintos planos de fractura, y algunos granos semiarrancados debidos a la ramificación de las grietas.

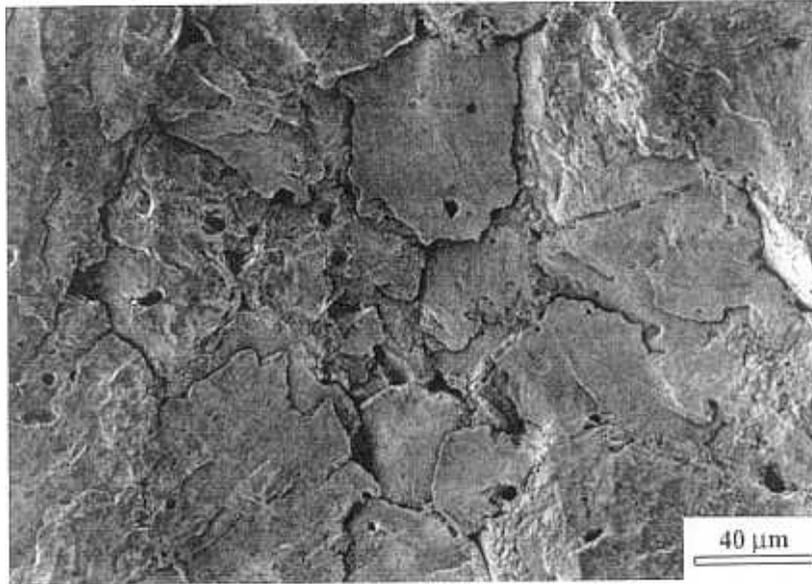


Fig. 4.5. Aspecto de la superficie de fractura en Mg-PSZ.

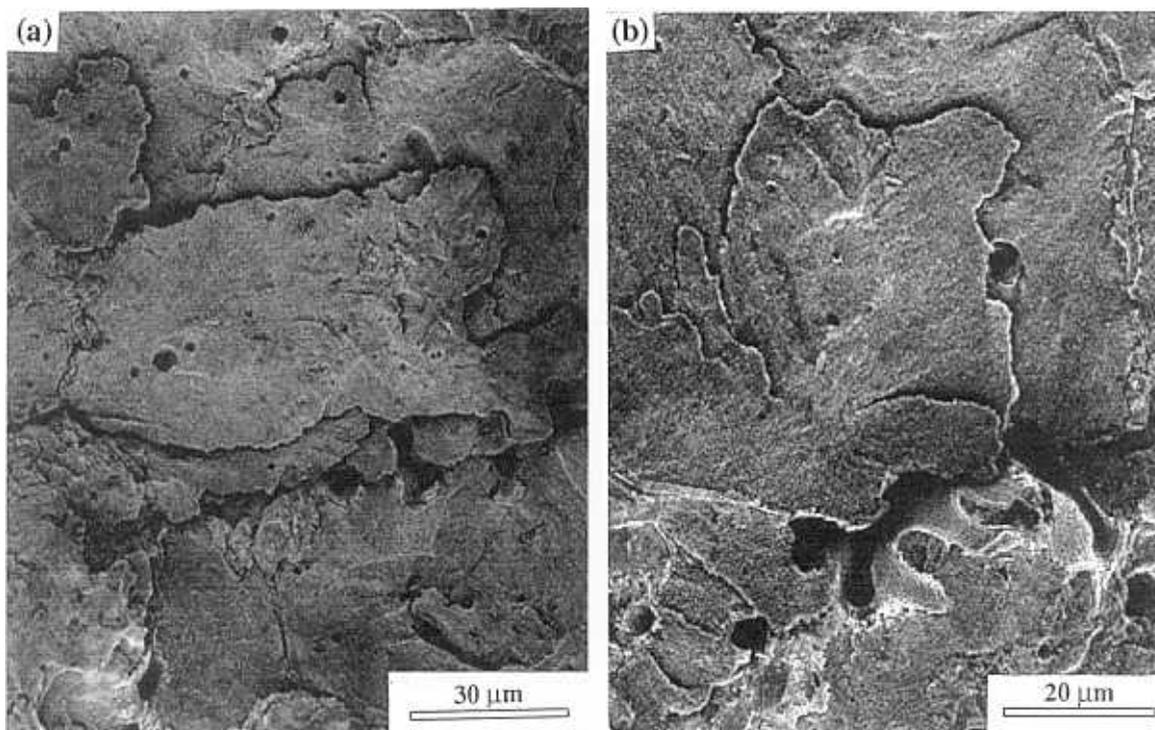


Fig. 4.6. Detalle de la superficie de fractura en Mg-PSZ.

En definitiva, para la Mg-PSZ la ramificación y desviación de la grieta son dos de los micromecanismos de aumento de la tenacidad predominantes. Esto podría explicar el que no exista una diferencia significativa entre la tenacidad obtenida para probetas entalladas, SENB, y las prefisuradas con grieta larga, SEPB (Fig. 3.51). Ya que por una parte tenemos que la transformación tenaz suele crear una zona transformada de pequeño tamaño alrededor del fondo de la grieta. De otro lado, la ramificación de grietas no es un micromecanismo que produzca un incremento de la tenacidad con el aumento de la longitud de grieta. Por tanto, no habrá una gran zona en la estela de la grieta que contribuya a un efecto de curva-R, y la diferencia entre la tenacidad medida en probetas entalladas y probetas con pregrietas largas será pequeña, y fundamentalmente debida a la influencia del mecanizado y espesor de la entalla, más que a efectos microestructurales.

Los micromecanismos anteriores, junto a la transformación tenaz, contribuyen a aumentar la tenacidad de la circonia parcialmente estabilizada hasta  $8 \text{ MPa m}^{1/2}$ , y son, posiblemente, los responsables de que esta tenacidad cuatro veces superior a la de los monocristales de circonia cúbica,  $1.8\text{-}2.0 \text{ MPa m}^{1/2}$  (Evans y McMeeking 1986).

## 4.2 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LA $\text{Al}_2\text{O}_3$

La Fig. 4.7 muestra la superficie de fractura de una probeta prefisurada de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , donde se aprecian dos zonas de distinto brillo. Estas corresponden a la zona prefisurada y a la zona ensayada a flexión. De nuevo el distinto brillo de las dos zonas se debe a un pequeño cambio en el plano de fractura al pasar de una zona a otra.

La Fig. 4.8 muestra un detalle de la sección transversal de la impronta Vickers. Como se ve, el daño del generador de la pregrieta (impronta Vickers) queda limitado a una zona pequeña cerca de la superficie, muy alejada del frente de la pregrieta, de forma que no hay nada que haga pensar que influye en el resultado final de la tenacidad.

Las Fig. 4.9 muestra un detalle de la superficie de fractura en la zona de transición de la pregrieta a la grieta crecida en flexión, no apreciándose una clara diferencia en el aspecto microscópico de la fractura al pasar de una zona a otra.

La fractura de esta alúmina es predominantemente intergranular (Fig. 4.10), con independencia del tamaño de los granos que la grieta encuentra en su camino. En las Figs. 4.11 y 4.12 se muestra como la grieta aparece y desaparece entre ligamentos (granos) que permanecen sin romper. Estos ligamentos ejercen una fuerza de cierre de la grieta, cientos de micras por detrás del frente de grieta, que contribuye a aumentar la tenacidad del material. Los granos se rompen, o son arrancados con una cierta rotación previa, cuando la abertura de la grieta es aun pequeña, tal y como muestran las Figs. 4.13 y 4.14 respectivamente.

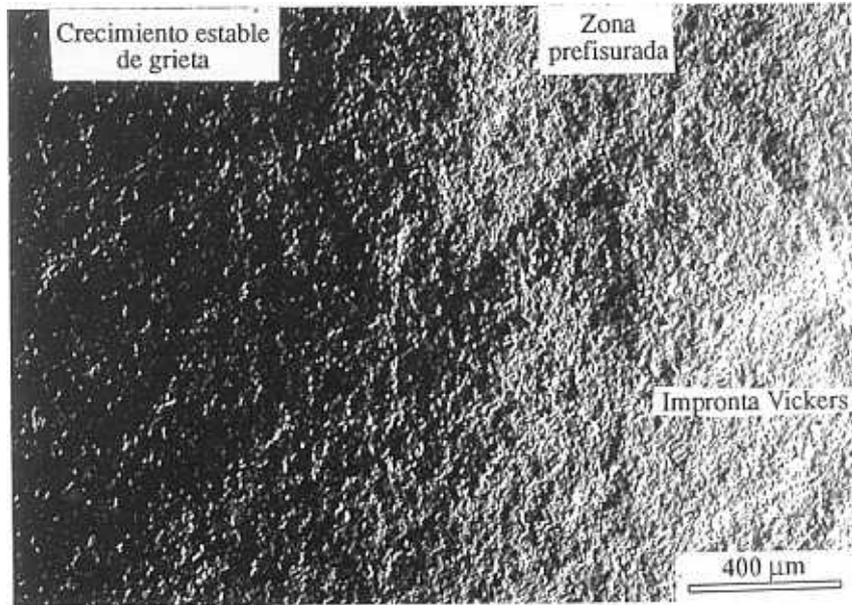


Fig. 4.7. Superficie de fractura de la probeta de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> prefisurada. Nótese que existen tres zonas: a) zona de la impronta Vickers, b) zona prefisurada, y c) zona ensayada a flexión.

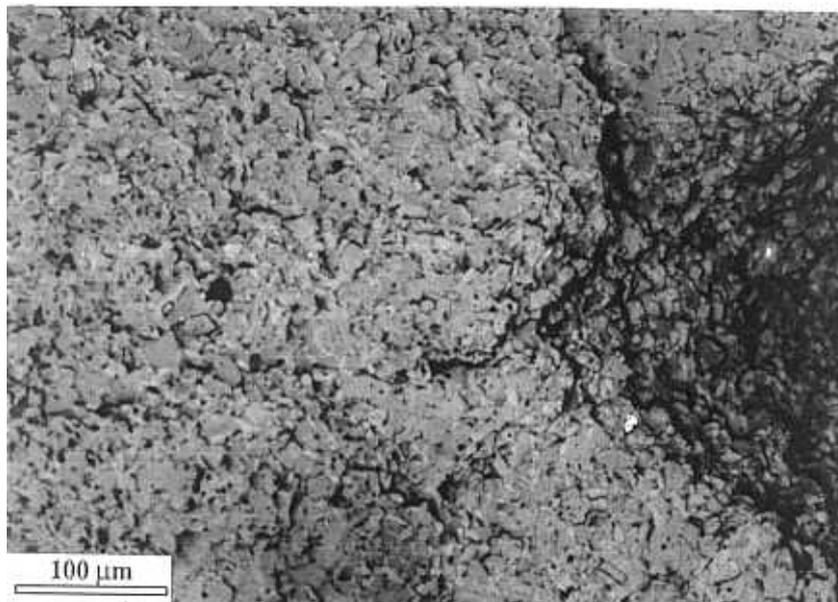


Fig. 4.8. Detalle de la sección transversal de la impronta Vickers en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

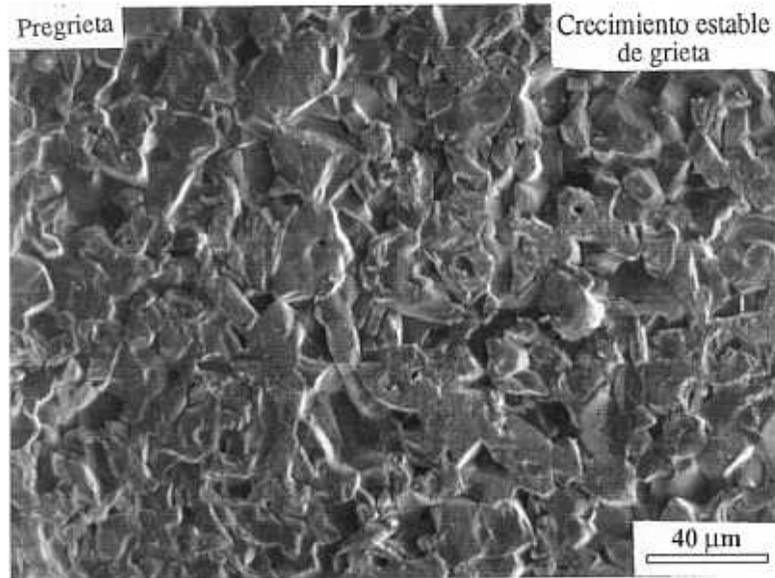


Fig. 4.9. Superficie de fractura de la probeta de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , mostrando en detalle la zona prefisurada (a), y la zona ensayada a flexión (b).

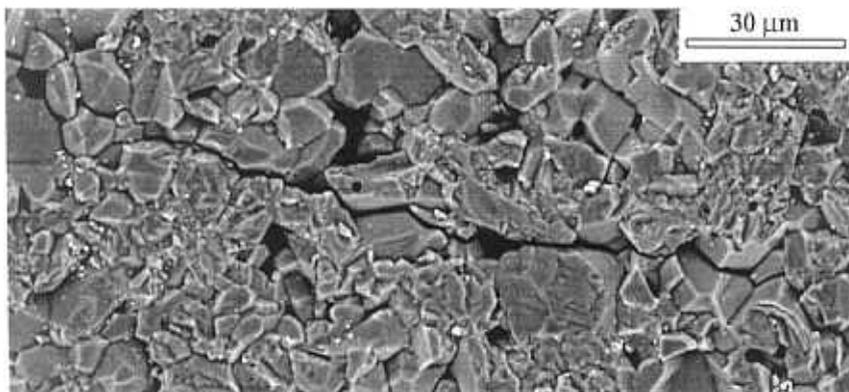


Fig. 4.10. Perfil de la grieta principal en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Nótese que la fractura es primordialmente intergranular.

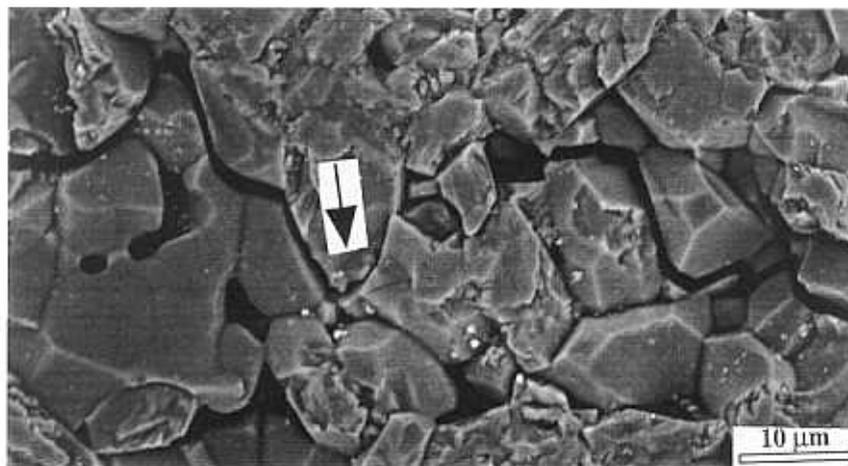


Fig. 4.11. Perfil de la grieta principal en  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Detalle de ligamentos resistentes.

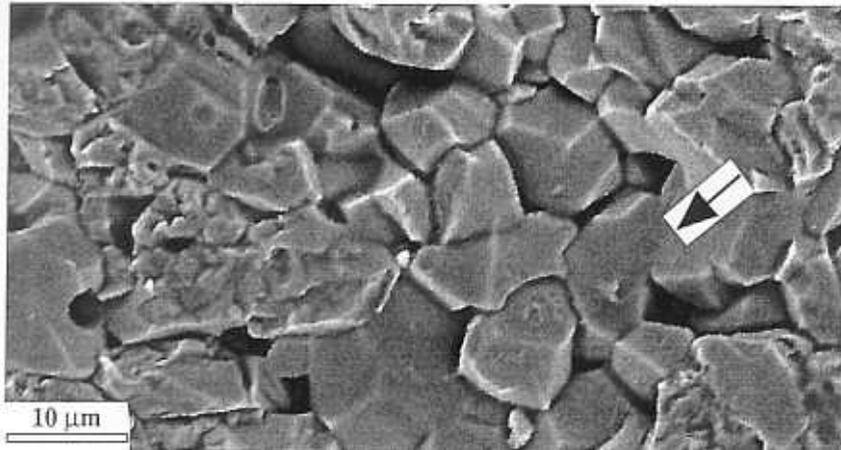


Fig. 4.12. Perfil de la grieta principal en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Detalle de ligamentos resistentes.

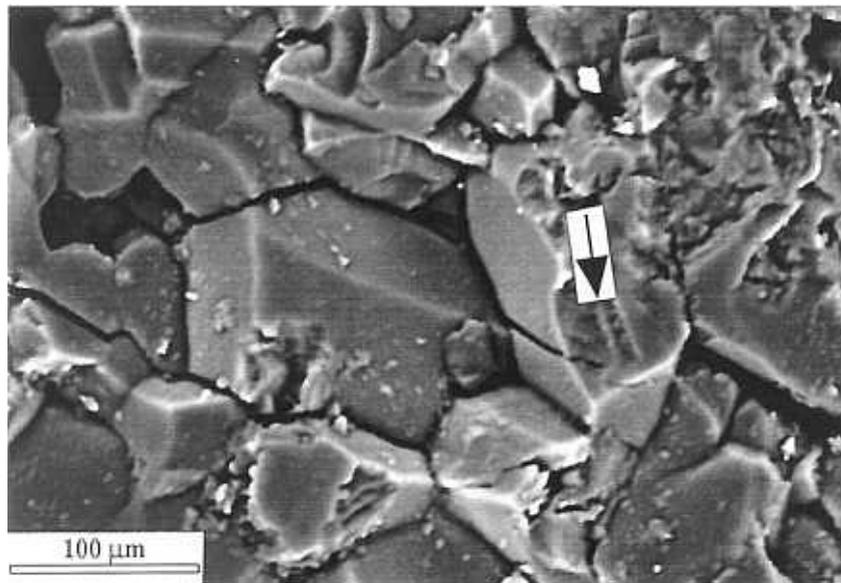


Fig. 4.13. Perfil de la grieta principal en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Detalle de ligamento remanente en proceso de rotura.

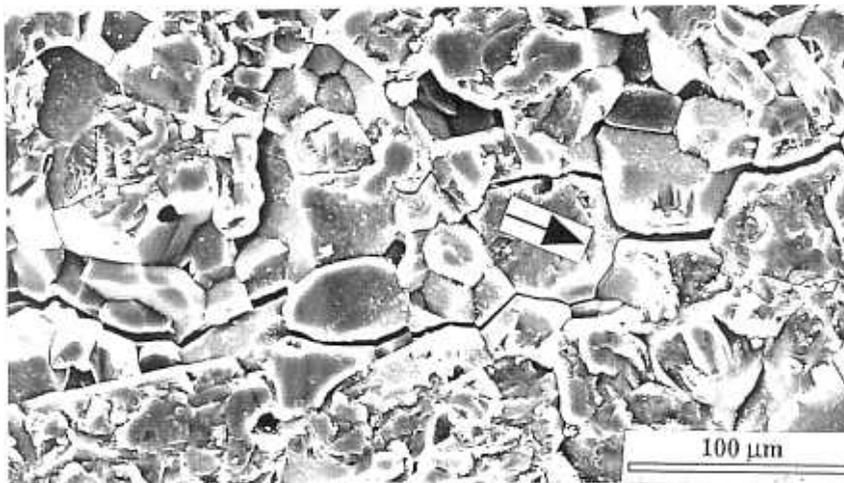


Fig. 4.14. Perfil de la grieta principal en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Detalle de dos granos girados antes de ser arrancados.

En la Fig. 4.15 se muestra la superficie de fractura para este material. Esta micrografía confirma que la fractura es mayoritariamente intergranular con granos totalmente arrancados de la superficie (ver flecha) y que posiblemente actuaron como ligamentos resistentes.

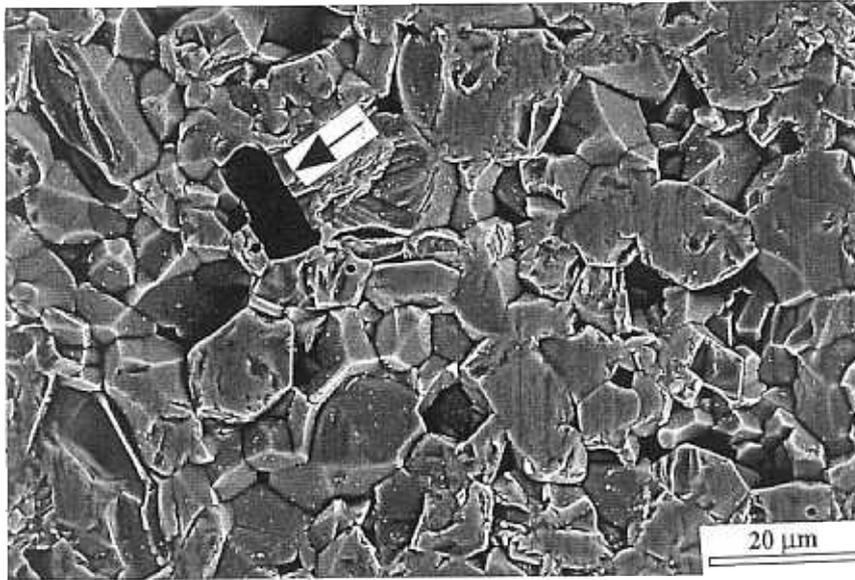


Fig. 4.15. Superficie de fractura en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Nótese los huecos correspondientes a granos totalmente arrancados.

Los ligamentos resistentes que se han observado constituyen el principal micromecanismo responsable de que la tenacidad aumente hasta los 4.5 MPa m<sup>1/2</sup> en este material; esta tenacidad es unas 2.5 veces superior a la del zafiro (monocristales de α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), que es del orden de 1.8 MPa m<sup>1/2</sup> (Dörre y Hübner 1984).

La presencia de ligamentos resistentes como mecanismo de refuerzo fundamental en la alúmina explica que la tenacidad medida en las probetas SEPB, sea considerablemente mayor que la de las probetas entalladas, SENB (Fig. 3.52). Al ser los ligamentos resistentes un micromecanismo acumulativo su contribución al aumento de la tenacidad se incrementa conforme crece la longitud de grieta hasta alcanzar un estado estacionario. El aumento de tenacidad puede ser muy considerable, y la zona de ligamentos resistentes bastante larga, comparada con las dimensiones de la probeta.

Los métodos de ensayo que introducen entallas no tienen contribución debida a este efecto, ya que hasta después de alcanzar la carga máxima no se propaga una cierta longitud de grieta. Esto no ocurre con las probetas SEPB que presentan una pregrieta larga, y por tanto dan lugar a valores de la tenacidad mayores (Fig. 3.52).

### 4.3 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL Y DE LOS RESULTADOS DE FRACTURA DE LA 3Y-TZP EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA

#### 4.3.1 Influencia del generador de pregrieta

La observación a pocos aumentos de la superficie de fractura de una probeta prefisurada de circonia itriada (Fig. 4.16) muestra dos zonas con distinto brillo. Estas corresponden, como en los casos anteriores, a la zona prefisurada y a la zona ensayada en flexión. De nuevo la diferencia de brillo entre las dos zonas se debe al cambio de plano de fractura al pasar de una zona a otra

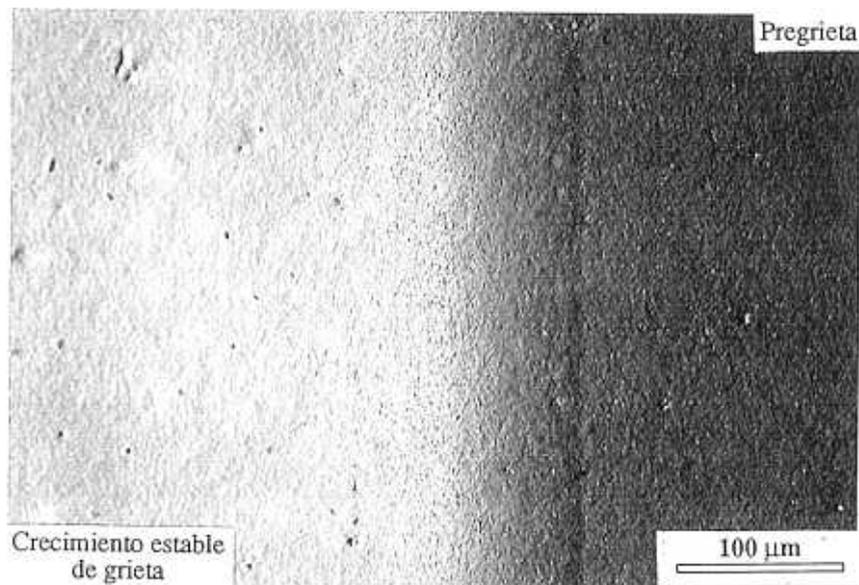


Fig. 4.16. Superficie de fractura de la probeta de 3Y-PSZ prefisurada. Nótese que existen dos zonas: a) zona prefisurada, y b) zona de crecimiento estable de la grieta.

La Fig. 4.17 muestra como se desarrolla la impronta Vickers por debajo de la superficie. Aparecen grietas de tipo medio alrededor de una zona muy dañada, correspondiente a la deformación plástica debida a la impronta Vickers. Afortunadamente, esta zona es muy pequeña y el daño introducido por el generador de la pregrieta queda limitado a una zona de unos cientos de micras alrededor de la superficie, no siendo previsible una influencia importante sobre el frente de la pregrieta que se encuentra a unos cinco milímetros de distancia.

Las Figs. 4.18a y 4.18b muestran que no hay diferencia apreciable en el aspecto microscópico de la fractura al pasar de la zona prefisurada a la de crecimiento estable de grieta.

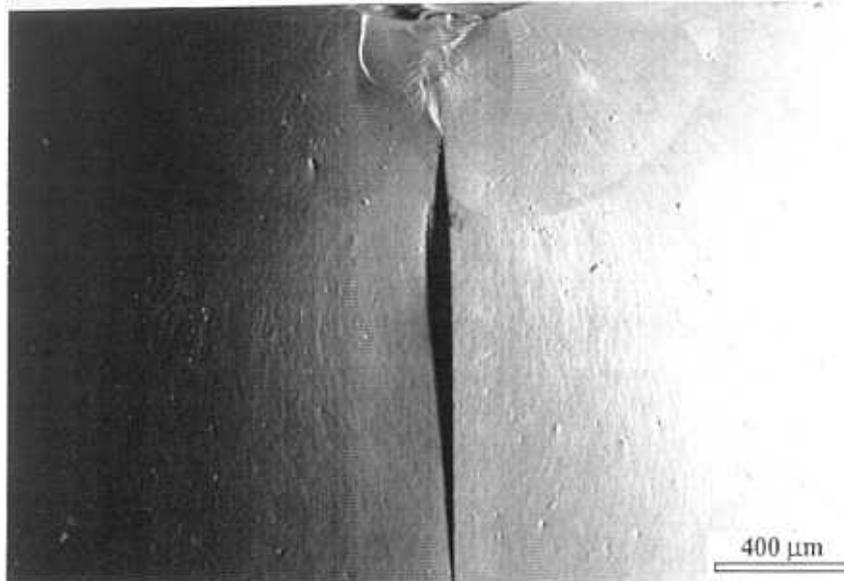


Fig. 4.17. Detalle de la sección transversal de la impronta Vickers en 3Y-PSZ.

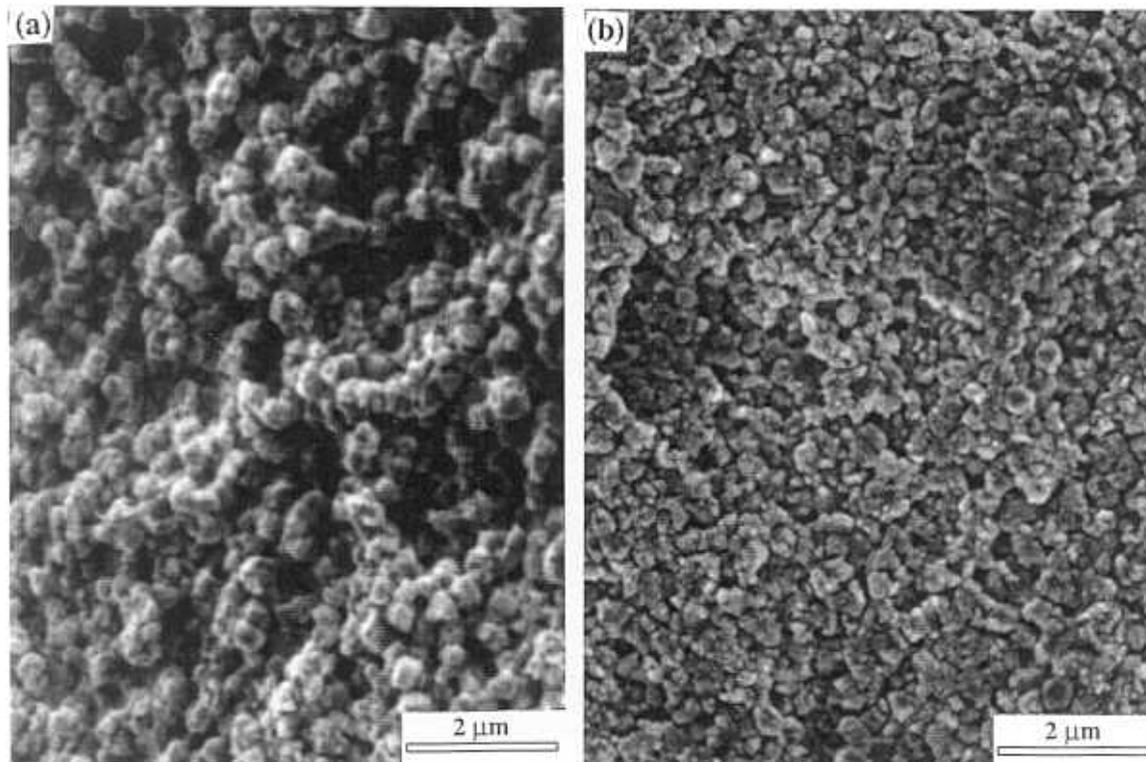


Fig. 4.18. Superficies de fractura de la probeta de 3Y-PSZ, correspondientes a la zona prefisurada (a), y la zona de crecimiento estable de grieta (b).

#### 4.3.2 Fractura a temperatura ambiente

La fractura a temperatura ambiente en este material es intergranular para granos de tamaño submicrónico, tal y como muestra la Fig. 4.19. Sin embargo, cuando la grieta avanza en el

material y encuentra granos de tamaño por encima de la micra (Fig. 4.20) puede rodearlos o romperlos por mitad. Este comportamiento hace pensar que puedan actuar como ligamentos resistentes cuando la grieta ha crecido por delante de ellos, de forma similar a como ocurría en el caso anterior con la alúmina.

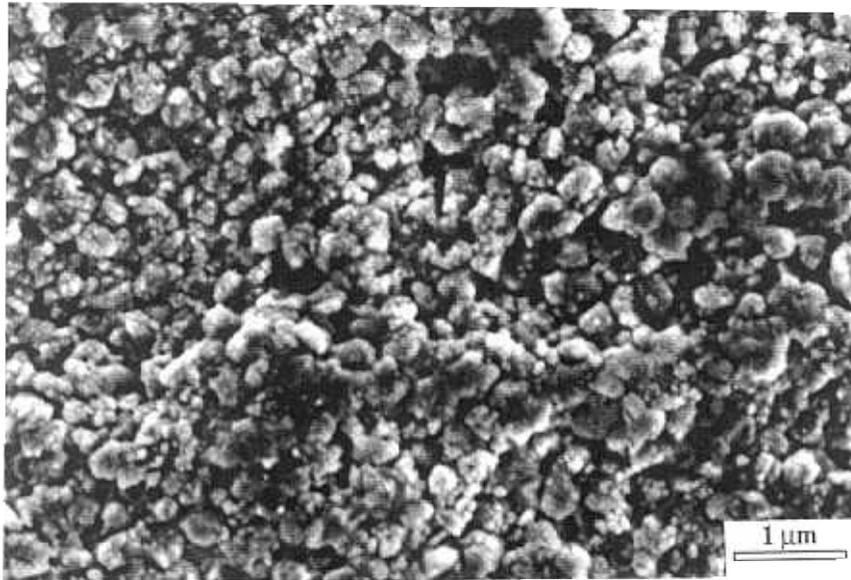


Fig. 4.19. Detalle de la superficie de fractura a temperatura ambiente en 3Y-PSZ.

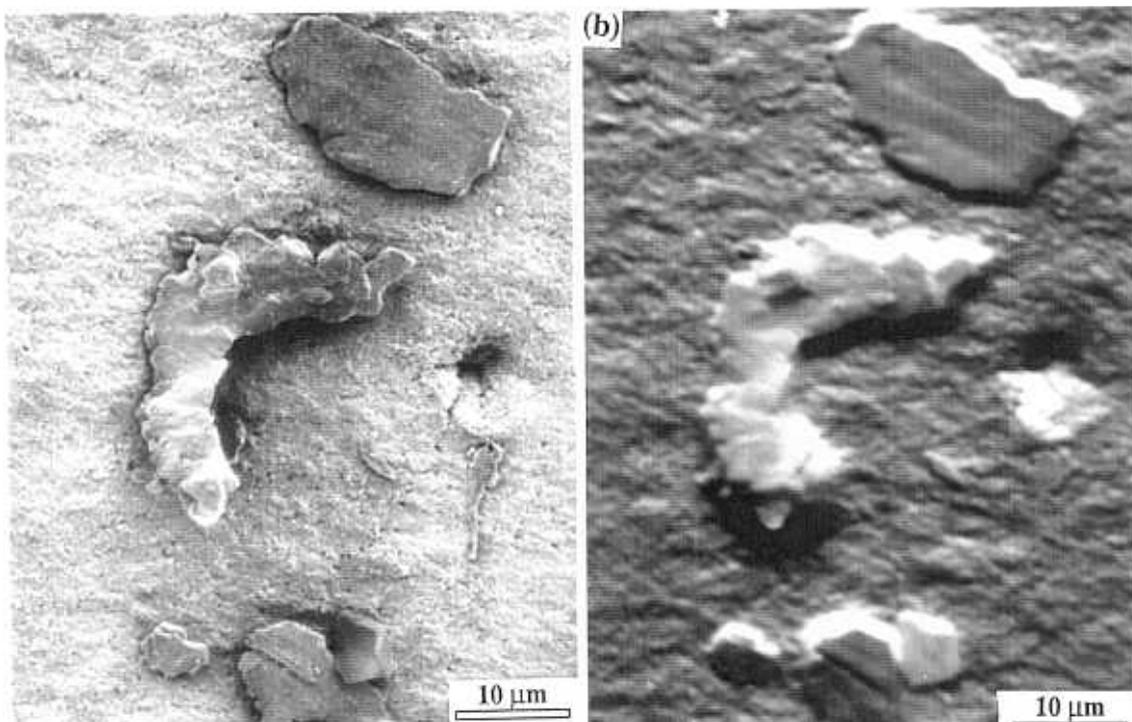


Fig. 4.20. Superficie de fractura a temperatura ambiente en 3Y-PSZ en modo SEI (a) y en topografía (b).

A fin de confirmar la suposición anterior se analiza el perfil de las grietas en este material. Lamentablemente, estas superficies no pudieron ser pulidas y el ataque químico no fue tan efectivo como en casos anteriores, por lo que resulta más difícil su observación microscópica. En las Figs. 4.21, 4.22, y 4.23 se presenta una secuencia de amplificación del perfil de la

grieta. A pocos aumentos el aspecto es que la fisura avanza perfectamente recta (Fig. 4.21), debido al pequeño tamaño de los granos. Según miramos más en detalle, la microestructura del material empieza a revelarse, y se aprecia como la grieta tiene un perfil irregular, en el que se pueden encontrar granos arrancados (Fig. 4.23a), zonas totalmente fracturadas (Fig. 4.23b), y zonas todavía intactas (Fig. 4.23c) que actúan como ligamentos resistentes.

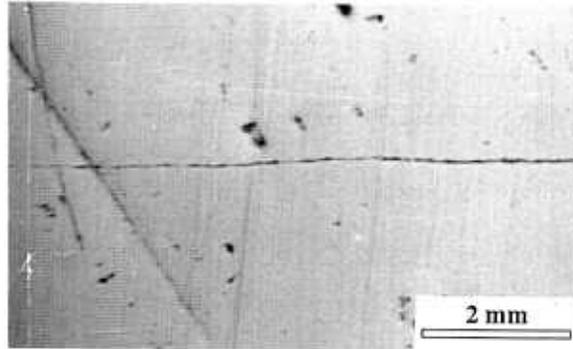


Fig. 4.21. Perfil de fractura a temperatura ambiente en 3Y-PSZ.



Fig. 4.22. Perfil de fractura a temperatura ambiente en 3Y-PSZ.

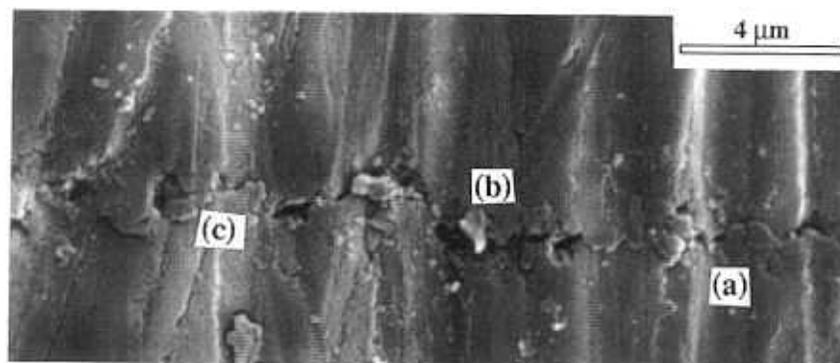


Fig. 4.23. Perfil de fractura a temperatura ambiente en 3Y-PSZ.

Una observación todavía más detallada del perfil de fractura pone de manifiesto que en la zona más alejada al fondo de fisura (Fig. 4.24), la grieta no está totalmente abierta, y siguen quedando ligamentos (granos de mayor tamaño y zonas de material) sin romper, capaces de

transmitir carga. En zonas muy próximas al fondo de grieta se observa una zona microfisurada de granos pequeños donde el material está muy dañado, pero aún sin romper (Fig. 4.25).

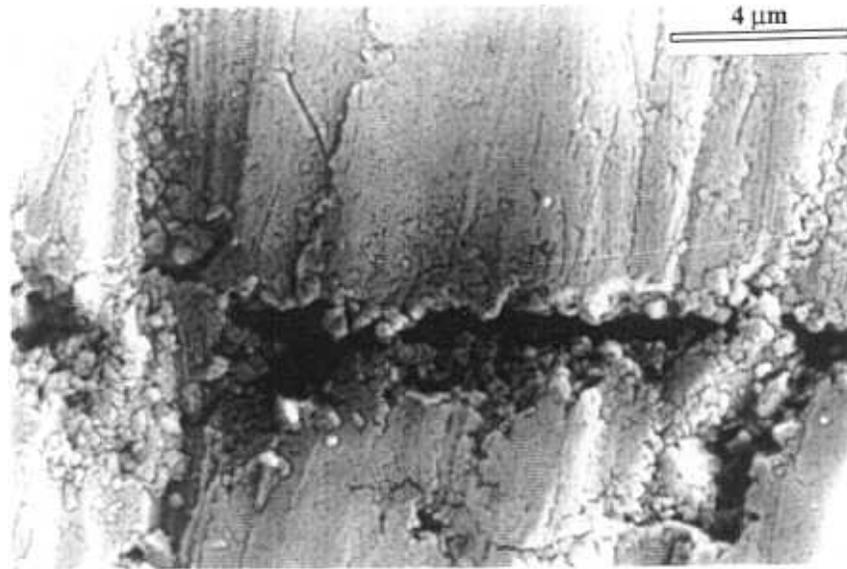


Fig. 4.24. Detalle del perfil de fractura a temperatura ambiente en 3Y-PSZ: zona más alejada del fondo de grieta.

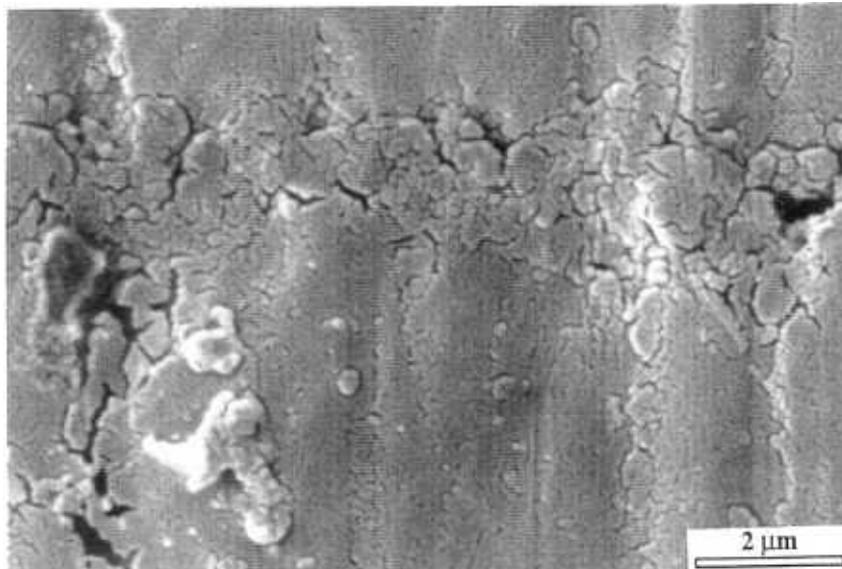


Fig. 4.25. Detalle del perfil de fractura a temperatura ambiente en 3Y-PSZ: zona más cercana del fondo de grieta.

En el apartado 3.8 vimos que la curva-R a temperatura ambiente crece sobre un intervalo de 1 a 1.5 mm antes de alcanzar su máximo. A la vista de los resultados del análisis microestructural de la superficie de fractura, un comportamiento de curva-R para valores de  $\Delta a$  tan grandes como el que se presenta en la Fig. 3.72 (se pasa de un valor inicial de 68 N/m a 118 N/m en la zona estacionaria, con un crecimiento de grieta por encima del milímetro) puede suponerse consecuencia de dos factores: (i) el “*pinchado*” de la grieta debido a los ligamentos

resistentes (los granos de tamaño por encima de la micra permanecen sin romper incluso para valores de longitud de fisura,  $\Delta a$ , muy grandes), y (ii) la ramificación lateral de la grieta.

En las micrográficas anteriores se ha mostrado que la circonia itriada presenta a temperatura ambiente ligamentos resistentes, y que permanecen sin romperse incluso a distancias muy alejadas (varios milímetros) del fondo de grieta. Estos ligamentos hacen que los labios de la fisura queden “pinchados”, y que sea necesario un trabajo extra para poder propagar la fisura. Además, la geometría irregular de los granos crea fricciones y aplastamientos en los puntos de contacto, lo que también contribuye al aumento de la tenacidad. Por supuesto, el valor inicial de la curva-R es atribuible a la transformación martensítica que se produce en una región pequeña alrededor del fondo de fisura (Heuer 1987). Este razonamiento explicaría que a temperatura ambiente la tenacidad aparente ( $K_{Q0} = 3.9 \text{ MPa m}^{1/2}$ ) medida a partir de la carga máxima sea sustancialmente menor que la determinada de la energía de fractura del material ( $K_{\infty} = 4.7 \text{ MPa m}^{1/2}$ ).

#### 4.3.3 Análisis de los resultados de fractura en la circonia itriada en función de la temperatura

El análisis de las superficies de fractura a 300, 600, y 900 °C no muestra diferencias significativas en el tipo de fractura respecto a los encontrados a temperatura ambiente. En los tres casos (Figs. 4.26, 4.27, y 4.28) se observa que la fractura es típicamente intergranular al igual que ocurría a temperatura ambiente.

En el capítulo anterior se vio que existe una disminución muy acusada del valor de la tenacidad, de la energía de fractura, y de la resistencia a tracción, conforme aumenta la temperatura. Este comportamiento se puede explicar empleando la curva dilatométrica (Fig. 3.76) obtenida para este material. A partir de los 290 °C comienza la transformación espontánea de las partículas en fase monoclinica a fase tetragonal, de forma que cuando se propaga la grieta en el material será necesaria una tensión umbral para producir la transformación inversa, y se transformaran menos partículas. Esto se traduce en una caída de la tenacidad, y de los demás parámetros de fractura, al dejar de ser operativo este mecanismo de refuerzo con el aumento temperatura.

A partir de los 625 °C (Fig. 3.76) la mayoría de las partículas monoclinicas se han transformado en tetragonales, siendo la transformación inversa casi imposible. La tenacidad alcanza un valor mínimo que se mantiene prácticamente inalterado cuando se realizan ensayos a 900 °C (Fig. 3.19). Esta caída de la tenacidad con la temperatura es consistente con otros estudios (Becher y Feber 1987) de materiales con base circonia.

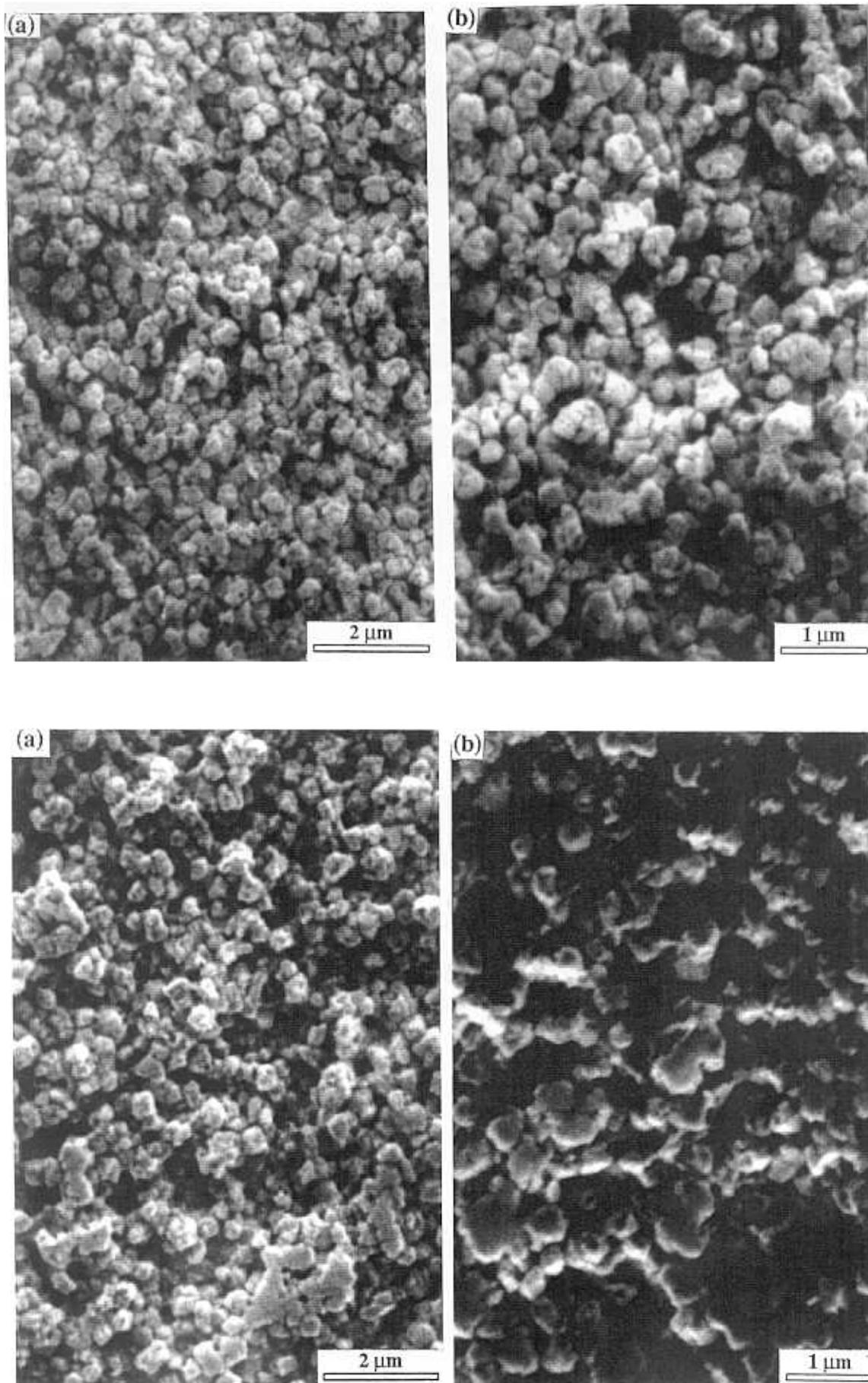


Fig. 4.27. Apariencia de la superficie de fractura en 3Y-TZP a 600 °C.

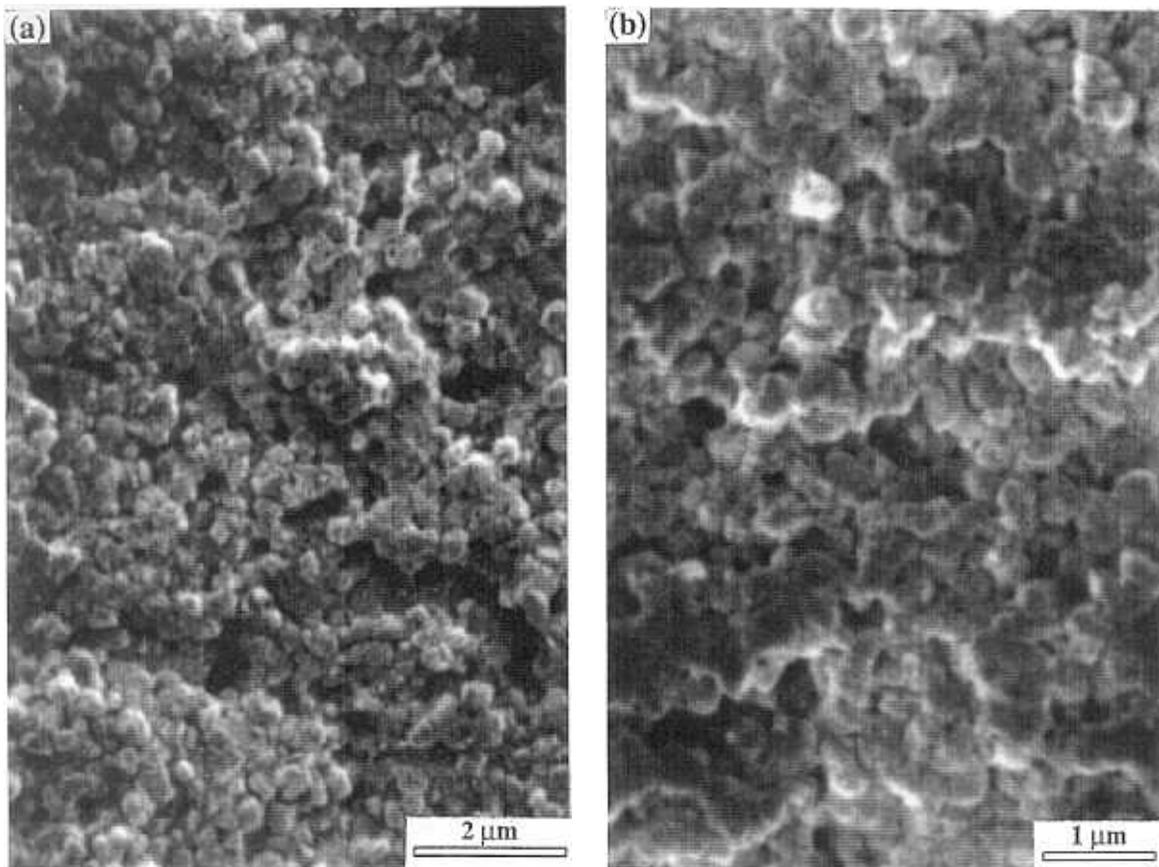


Fig. 4.28. Apariencia de la superficie de fractura en Y-TZP a 900 °C.

En cuanto a la curva-R, se ve que con aumento de la temperatura (Fig. 3.72) el valor inicial de la misma disminuye. Ésto está ligado a la disminución de la tenacidad aparente con la temperatura. Más interesante parece el hecho de que la curva-R se haga prácticamente cuadrada a 600 °C, de forma que  $K_{Q}$  y  $K_{\infty}$  son similares. Esto supone que en la cola de la grieta no están presentes los micromecanismos de aumento de la tenacidad descritos anteriormente (ligamentos resistentes y ramificación de la fisura). Una explicación plausible a este hecho es que al aumentar la temperatura las fases vítreas intergranulares (debidas al “binder” y otros productos residuales introducidos durante la sinterización del material) sufren un reblandecimiento que las hace viscosas, permitiendo que los granos se deslicen fácilmente unos sobre otros, y reduciendo en definitiva el efecto de los ligamentos resistentes.

Desgraciadamente el pequeño tamaño de los granos (de unos 320 nm) impide analizar en el microscópio electrónico de barrido la existencia de fases vítreas. Una forma de intentar validar esta suposición es analizar la evolución del módulo de elasticidad con la temperatura.

Como se mostró en el apartado 3.9.3 el módulo de elasticidad empieza a reducirse a partir de los 600 °C (a 300 °C es similar al de temperatura ambiente), lo que indicaría que a temperaturas inferiores no hay cambios importantes en la estructura del material. Sólo a partir

de 600 °C empezarían a activarse las fases vítreas, que harían disminuir el módulo de elasticidad, y por ende, atenuarían los efectos de aumento de tenacidad citados anteriormente.

Por último, es interesante señalar que no hay un aumento de la estabilidad de los ensayos al aumentar la temperatura. Para poder cuantificar este efecto es conveniente utilizar la *longitud característica*, definida como:

$$l_{ch} = \frac{E G_F}{\sigma_t^2}$$

siendo la fragilidad del material a ensayar inversamente proporcional a este parámetro.

Así, y aunque la energía de fractura,  $G_F$ , y el módulo de elasticidad,  $E$ , disminuyen al aumentar la temperatura, también lo hace la tensión de rotura,  $\sigma_t$ . De esta forma, mientras la longitud característica media es de 165  $\mu\text{m}$  a temperatura ambiente, pasa a 88  $\mu\text{m}$  a 300 °C, y alcanza los 368  $\mu\text{m}$  a los 600 °C. Las variaciones correspondientes de la fragilidad no son suficientes como para mejorar significativamente la estabilidad de los ensayos (a 300 °C el material es incluso más frágil que a temperatura ambiente).

# CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

### 5.1 CONCLUSIONES

Como resumen de las distintas investigaciones desarrolladas en la presente tesis doctoral se presentan las conclusiones que se exponen a continuación.

- 1) Los métodos experimentales en los que el ensayo se realiza en compresión son más adecuados, para su uso en condiciones de alta temperatura, que los que se efectúan en tracción.
- 2) Las técnica de grietas superficiales controladas, IF (*indentation fracture*), no permite una determinación fiable de la tenacidad de fractura. Este método presenta una fuerte dependencia de la tenacidad respecto a la carga de ensayo, y de la fórmula empleada para su cálculo. No obstante, el método es interesante como comparación rápida entre materiales similares, o para el control de calidad en una línea de producción.
- 3) La tenacidad medida a partir de probetas SENB (*single edge notched beam*) se incrementa fuertemente con el espesor del radio de fondo de entalla, independientemente del material empleado (alúmina o circonía).
- 4) Los resultados de la tenacidad en probetas CN (*chevron notched*) son difíciles de interpretar y muestran un crecimiento considerable de la grieta previo a la carga máxima que no se refleja en la expresión para el cálculo de la tenacidad. Además, esta geometría presenta serios problemas para conseguir un mecanizado reproducible de la entalla triangular.
- 5) El método IS (*indentation strength*) no resulta válido para la determinación de la tenacidad, ya que la grietas generadas por la impronta Vickers no es una pregrieta adecuada para materiales cerámicos tenaces como la 8.5Mg-PSZ (circonía parcialmente estabilizada con un 8.5% molar de magnesio). Adicionalmente, para materiales con tenacidad más baja como la alúmina

99.7%, la tenacidad medida presenta una dependencia respecto a la carga Vickers aplicada.

- 6) La técnica del puente en compresión es muy adecuada para la prefisuración de materiales cerámicos, ya que una vez encontradas las condiciones de ensayo adecuadas permite obtener de forma rápida y repetitiva probetas prefisuradas, lo que representa una gran ventaja respecto a los métodos de fatiga. Para esta técnica ha sido posible determinar experimentalmente la influencia que tienen en la longitud de grieta obtenida el tipo de generador utilizado, la carga máxima aplicada, la distancia entre apoyos y la longitud de los mismos. Asimismo, se constata que una entalla es un generador de grieta mucho más repetitivo y fiable que una impronta Vickers.
- 7) La geometría de flexión en tres puntos es más estable que la de flexión en cuatro puntos, además la tenacidad medida en los ensayos TPB (*three point bending*) es siempre apreciablemente menor que la de los FPB (*four point bending*) debido a las fuerzas de rozamiento del rodillo y la rótula adicionales.
- 8) Los ensayos de flexión en tres puntos de probetas prefisuradas son los más adecuados para la determinación de la tenacidad de fractura en materiales cerámicos, tanto a temperatura ambiente como a alta temperatura.
- 9) Es posible controlar una máquina de ensayos servohidráulica empleando la señal analógica del CMOD (*crack mouth opening displacement*), medido por un extensómetro láser, como señal de retroalimentación. Con esta técnica se consiguen realizar ensayos de fractura estables, a temperatura ambiente y a alta temperatura, para geometrías inestables en control de desplazamiento.
- 10) Los ensayos estables obtenidos con la anterior técnica suministran más información (que de otra forma no sería posible obtener) que los ensayos tradicionales de fractura, basados sólo en la medida de la carga máxima o de la longitud de grietas superficiales. Las ramas de descarga después del máximo, y los ciclos de descarga y recarga permiten la determinación de la energía de fractura y de la curva-R.
- 11) Un buen aislamiento térmico es esencial para realizar medidas con bajo nivel de ruido, y poder controlar la máquina de ensayos. El promediado sobre varias lecturas reduce el nivel de fluctuación de la señal. No obstante, este promedio no puede extenderse sobre un número de lecturas muy grande ya que si el intervalo de retroalimentación es excesivamente grande, se pierde el control de la máquina.
- 12) La influencia en el CMOD del desalineamiento entre espigas puede ser determinada y corregida en los resultados.

- 13) La linealidad del dispositivo experimental diseñado es muy alta, y la histéresis del mismo despreciable.
- 14) Los resultados para 3Y-TZP (circonia tetragonal policristalina estabilizada con un 3% molar de itria) muestran que la tenacidad, la energía de fractura, la curva-R y la resistencia a tracción disminuyen rápidamente con la temperatura.
- 15) El sistema de extensometría láser propuesto permite, con pequeñas modificaciones, la determinación del módulo de elasticidad a alta temperatura, y de la curva dilatométrica del material.
- 16) Mediante los ensayos de tracción indirecta se puede determinar la resistencia a tracción de los materiales cerámicos a alta temperatura de una forma muy repetitiva y fiable, y sin los inconvenientes (mordazas frías y/o flexiones en las probetas) que presentan los métodos de tracción directa.
- 17) No es posible apreciar el efecto de tamaño en la tenacidad de la circonia itriada para los tamaños de probeta habitualmente utilizados.
- 18) Con el sistema experimental propuesto es posible realizar una caracterización completa (tenacidad, energía de fractura, curva-R, resistencia a tracción, módulo de elasticidad, y curva dilatométrica) del comportamiento en fractura de los materiales cerámicos a alta temperatura.
- 19) No parece existir una influencia del generador de grieta en la tenacidad medida en probetas prefisuradas.
- 20) El análisis microestructural de las superficies y perfiles de fractura ha permitido constatar que, los ligamentos remanentes y la ramificación de la grieta principal, son micromecanismos fundamentales para aumentar la tenacidad en los tres materiales cerámicos estudiados, independientemente del tamaño de grano del material (desde 32 nm hasta más de 50  $\mu\text{m}$ ) y de la existencia de otros micromecanismos de refuerzo como la transformación martensítica de partículas tetragonales de circonia.

## 5.2 TRABAJO FUTURO

Tomando como punto de partida el trabajo realizado y las conclusiones expuestas en el apartado anterior se plantean las siguientes líneas de trabajo para futuras investigaciones:

- 1) Analizar la dependencia de la tenacidad de fractura con el radio de fondo de entalla en probetas CN.

- 2) Realizar una modelización numérica de las condiciones de prefisuración en probetas SEPB (*single edge precracked beam*) para su comparación con los resultados experimentales.
- 3) Analizar nuevas posibilidades de prefisuración (por ejemplo haciendo fatiga en el puente en compresión), y métodos de ensayo como el SENB y el CN con entallas en "V".
- 4) Mejorar la técnica de medida de la longitud de grieta en probetas prefisuradas, SEPB.
- 5) Comparar resultados de probetas entalladas con SEPB reentalladas, y ver si se aproxima al de probetas SENB. De esta forma se podría analizar el efecto de la entalla en la determinación de la tenacidad.
- 6) Establecer las modificaciones necesarias en el equipo de ensayo desarrollado a fin de que sea posible obtener ensayos estables por encima de los 900 °C.
- 7) Desarrollar un dispositivo de tracción directa para materiales cerámicos a alta temperatura, y comparar los resultados de éste con los de tracción indirecta. De esta forma se podría comprobar directamente la validez del método propuesto.
- 8) Dar un respaldo teórico al comportamiento en fractura de la 3Y-TZP mediante la modelización de los resultados obtenidos con modelos de fisura cohesiva y de fisura equivalente.
- 9) Comprobar si el aumento de tenacidad en materiales con base circonia se debe mayoritariamente a la transformación martensítica, o bien si hay una componente importante debida a ligamentos remanentes y zonas cohesivas.

- Aly, F., y Semler, C. E., "Prediction of refractory strength using nondestructive sonic measurements". *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 64, 12, p. 1555-1558, 1985.
- Amaral, J. E., y Pollock, C. N., "Machine design requirements for uniaxial testing of ceramic materials". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 51-69. Ed. Elsevier Applied Science, UK, 1988.
- Antis, G. R., Chantikul, P., Lawn, B. R., y Marshall, D. B., "A critical evaluation of indentation technique for measuring fracture toughness: II, direct crack measurements". *J. Am. Ceram. Soc.*, 64, 9, p. 533-538, 1981.
- Artz, E., Ashby, M. F., y Verrall, R. A., "Interface controlled diffusional creep". *Acta Metall.*, 31, 12, p. 1977-1989, 1983.
- ASTM C 1198-91, "Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio for advanced ceramics by sonic resonance". American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA, 1991.
- ASTM E399-83, "Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials". American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA, 1983.
- Awaji, H., y Sakaida, Y., "Stress intensity factor for V-notch single-edge notched beam and chevron notch methods". *Ceram. Inter.*, 18, p. 11-17, 1992.
- Awaji, H., y Sakaida, Y., "V-notch technique for single-edge notched beam and chevron notch methods". *J. Am. Ceram. Soc.*, 79, 11, p. 3522-3523, 1990.
- Bar-On, I., Beals, J. T., Leatherman, G. L., y Murray, C. M., "Fracture toughness of ceramic precracked bend bars". *J. Am. Ceram. Soc.*, 73, 8, p. 2519-2522, 1990.
- Baremlatt, G. J., "The mathematical theory of equilibrium crack in the brittle fracture". *Adv. App. Mech.*, 7, p. 55-125, 1962.
- Barker, L. M., "A simplified method for measuring plane strain fracture toughness". *Engng. Fracture Mech.*, 9, 361-366, 1977.
- Barlett, M. L., Blanchard, C. R., Davidson, D. L., y Nagy, A., "Testing advanced materials at high temperatures". *Advanced Mater. & Proc.*, 11, p. 18-24, 1988.
- Baxter D. F., "Tensile testing at extreme temperatures". *Advanced Materials & Processes*, 14, 2, p. 22-30, 1991.

- Bazant, Z. P., Belytschko, T. B., y Chang, T. P., "Continuum theory for strain softening". ASCE J. Eng. Mech., 110, p. 1666-1692, 1984.
- Bazant, Z. P., Xi, Y., y Reid, G. R., "Statistical size effect in quasibrittle structures: I. Is Weibull theory applicable?". ASCE J. Eng. Mech., 117, 11, p. 2609-2622, 1991.
- Bazant, Z. P., Lin, F., y Pijaudier-Cabot, G., "Yield limit degradation: nonlocal continuum model with local strain". Int. Conf. Computational Plasticity, 1757-1780. Ed. Owen, Hinton, Oñate, Barcelona, España, 1987.
- Bazant, Z. P., "Mechanics of distributed cracking". Appl. Mech. Rev., 5, p. 675-705, 1986.
- Bazant, Z. P., Mohammad, T. K., "Size effect in fracture of ceramics and its use to determine fracture energy and effective process zone length". J. Am. Ceram. Soc., 73, 7, p. 1841-1853, 1990.
- Bazant, Z. P., y Oh, B. H., "Crack band theory for fracture of concrete". Materials and Structures, 16, p. 155-177, 1983.
- Becher, P. F., "Microstructural design of toughened ceramics". J. Am. Ceram. Soc., 74, 2, p. 255-269, 1991.
- Becher, P. F., y Feber, M. K., "Mechanical behaviour of MgO-partially stabilized ceramics at elevated temperatures". J. Mat. Scien., 22, 973-980, 1987.
- Becher, P. F., Hsueh, C., Angelini, P., y Tiegs, T. N., "Toughening behaviour in whisker-reinforced ceramic matrix composites". J. Am. Ceram. Soc., 71, 12, p. 1050-1061, 1988.
- Becher, P. F., "Toughening behaviour in ceramics associated with the transformation of tetragonal ZrO<sub>2</sub>". Acta Metall., 34, p. 1885-1891, 1986.
- Binner, J. G. P., y Stevens, R., "The measurement of toughness by indentation". British Ceram Transact. J., 83, p. 168-172, 1984.
- Blendell, J. E., "The origins of internal stresses in polycrystalline alumina and their effects on mechanical properties". PhD Thesis. Massachusetts Institute of Technology, Massachusetts, USA, 1979.
- Bradt, R. C., "Fracture measurement of refractories, past, present, and future". Ceram. Bull., 67, 7, p. 1176-1178, 1988.
- Bravo-León, M., Jimenez-Melendo, M., y Dominguez-Rodriguez, A., "High temperature plastic deformation of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-stabilized ZrO<sub>2</sub> polycrystals". Structural Ceramics: Processing, Microstructure, y Properties, p. 205-210. Ed. Bentzen, Bilde-Sørensen, Christiansen, Horsewell, Ralph, Roskilde, Dinamarca, 1990.
- Budiansky, B., Amazigoo, J. C., y Evans, A. G., "Small-scale crack bridging and the fracture toughness of particule-reinforced ceramics". J. Mech. Phys. Solids, 36, 2, p. 167-187, 1988.
- Budiansky, B., Hutchinson, J. W., y Lambropoulos, J. C., "Continuum theory of dilatant transformation toughening in ceramics". Int. J. Solids Structures, 19, 4, p. 337-355, 1983.

- Buresch, F. E., "A structure sensitive  $K_{IC}$ -value and its dependence on grain size distribution, density, and microcrack interaction". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 4, p. 835-847. Ed. R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman, y F. F. Lange. Plenum Press, New York, USA, 1978.
- Buresch, F. E., "About the fracture zone surrounding the crack tip. in ceramics". *Fracture*, vol. 3, p. 929-933. Ed. D. M. P. Taplin, ICF4, Ontario, Canada, 1977.
- Butler, E. G., "Engineering ceramics: applications and testing requirements". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 1-11. Ed. Elsevier Applied Science, 1988.
- Carroll D. F., Wiederhorn S. M., y Roberts D. E., "Technique for tensile creep testing of ceramics". *J. Am. Ceram. Soc.*, 72, 9, p. 1610- 14, 1989.
- Clarke, D. R., "A simple calculation of process-zone toughening by microcracking". *J. Am. Ceram. Soc.*, 67, 1, p. C-15-C16, 1984.
- Clarke, D. R., y Faber, K. T., "Fracture of ceramics and glasses". *J. Phys. Chem. Solids*, 48, 11, p. 1115-1157, 1987.
- Clarke, D. R., "On the equilibrium thickness of intergranular glass phases in ceramic materials". *J. Am. Ceram. Soc.*, 70, p. 15-22, 1987.
- Claussen, N., "Strengthening strategies for toughened ceramics at high temperatures". *Mat. Scien. Engineer.*, 71, p. 23-38, 1985.
- Cook , R. F., y Lawn, B. R., "A modified indentation toughnes technique". *J. Am. Ceram. Soc.*, 66, p. 200-202, 1983.
- Coppola, J. A., y Bradt, R. C., "Measurement of fracture surface energy of SiC". *J. Am. Ceram. Soc.*, 55, 9, p. 455-460, 1972.
- Coppola, J. A., y Hasselman, D. P. H., "On the measurement of the work-of-fracture of refractories". *Ceram. Bull.*, 52, 7, 578, 1973.
- Crevelli-Visconti, I, y Cooper, G. A., "Mechanical properties of a new carbon fibre material". *Nature*, 221, p. 754-59, 1969.
- Chantikul, P., Antis, G. R., Lawn, B. R., y Marshall, D. B., "A critical evaluation of indentation technique for measuring fracture toughness: II, strength method". *J. Am. Ceram. Soc.*, 64, 9, p.539-543, 1981.
- Chiang, S. S., Marshall, D. B., y Evans, A. G., "The response of solids to elastic/plastic indentation I. Stresses and residual stresses". *J. Appl. Phys.*, 53, 1, p. 298-311, 1982.
- Chiang, S. S., Marshall, D. B., y Evans, A. G., "The response of solids to elastic/plastic indentation II. Fracture initiation". *J. Appl. Phys.*, 53, 1, p. 312-317, 1982.
- Choi, S. R., Yamaishi, K., Miyahara, N., y Oikawa, T., "Brittle-to-ductile transition. silicon nitride". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 10, p. 427-441. Ed. R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York, USA, 1992.
- Dadkhah, M. S., Marshall, D. B., Morris, L. W., y Cox, B. N., "Direct measurement of transformation zone in toughened zirconia". *J. Am. Ceram. Soc.*, 74, 3, 584-592, 1991.

- Dalgleish, B. J., Johnson, S. M., y Evans, A. G., "High temperature failure of polycrystalline alumina: I, crack nucleation". *J. Am. Ceram. Soc.*, 67, 11, p. 741-750, 1984.
- Dalgleish, B. J., Johnson, S. M., y Evans, A. G., "High temperature failure of polycrystalline alumina: II, creep crack growth and blunting". *J. Am. Ceram. Soc.*, 67, 11, p. 7451-763, 1984.
- Davidge, R. W., "Engineering performance prediction for ceramics". *Mat. Scien. & Tech.*, 2, 9, p. 902-909, 1986.
- Davidge, R. W., "Effects of microstructure on the mechanical properties of ceramics". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 2, p. 447-468. Ed. Bradt, Hasselman, Lange. Plenum, New York, USA, 1973.
- Dörre, E., y Hübner, H., "Alumina in Processing, Properties, and Applications". Ed. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, RFA, 1984.
- Dub, S. N., y Maistrenko, A.L., "Reliability of ceramics fracture toughness measurements by indentation". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 10. Ed. R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York, USA, 1992.
- Dugdale, D. S., "Yielding of steel sheets containing slits". *J. Mech. Phys. of Solids.*, 8, p. 100-104, 1960.
- Dusza, J., "Comparison of fracture toughness testing method applied to  $\text{Si}_3\text{N}_4$ + $\text{Si}_3\text{N}_4$ -whisker system". *Scripta Metall. Mater.*, 26, p. 337-342, 1992.
- Dyson, B. F., Lohr, R. D., y Morrell, R., "Technical testing of engineering ceramics at high temperatures". Reprinted from the *International Journal of High Technology Ceramics*, vol. 4, n. 2-4, The Netherlands. Ed. Elsevier Applied Science Publishers, London & New York, USA, 1988.
- Eagar, T. W., "Whither advanced materials?". *Advanced Materials & Processes*, 6, p. 30-41, 1991.
- Ekkehard, H. L., Claussen, N., y Swain, M. V., " $K_R$ -curve behavior of duplex ceramics". *J. Am. Ceram. Soc.*, 74, 1, p. 211-18, 1991.
- Elices, M., "Mecánica de la fractura". Publicaciones de la E.T.S.I. de Camios, Canales, y Puertos de Madrid, 1992.
- Elices, M., y Planas, J., "Materials models". *Fracture Mechanics of Concrete Structures*, p.16-66. Ed. L. Elfgren. Chapman and Hall, London, UK, 1989.
- Elices, M., y Planas, J., "Size effect in concrete structures: an R-curve approach". *Applications of Fracture Mechanics to Reinforced Concrete*, p. 169-199. Ed. A. Carpinteri, Elsevier Applied Science, 1992.
- Evans, A. G., y Charles, E. A., "Fracture toughness determination by indentation". *J. Am. Ceram. Soc.*, 59, 7-8, p. 371-372, 1976.
- Evans, A. G., "A general approach for the statistical analysis of fracture". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 3, p. 31-49. Ed. Bradt *et al.* Plenum Press 1978.

- Evans, A. G., "Fracture toughness: the role of indentation techniques". *Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials*, STP 678, p. 112-135. Ed. S. W. Freiman, ASTM, Philadelphia, PA, USA, 1979.
- Evans, A. G., y Cannon, R. M., "Toughening of brittle solids by martensitic transformation". *Acta Metall.*, 34, p. 761-800, 1986.
- Evans, A. G., "High toughness ceramics and ceramic composites". *Materials Architecture*, p. 51-91. Ed. J. B. Bilde-Sørensen, Roskilde, Denmark, 1989.
- Evans, A. G., y McMeeking, R., "On the toughening of ceramics by strong reinforcements". *Acta Metall.*, 34, p. 2435-2441, 1986.
- Evans, A. G., y Rana, A., "High temperature failure mechanics in ceramics". *Acta Metall.*, 28, 129-141, 1980.
- Evans, A. G., y Wilshaw, T. R., "Quasi-static solid particle damage in brittle solids-1. Observations, analysis and implications". *Acta Metall.*, 24, p. 939-956, 1976.
- Evans, A. G., "Perspective on the development of high-toughness ceramics". *J. Am. Ceram. Soc.*, 73, 2, p. 187-206, 1990.
- Faber, K. T., y Evans, A. G., "Crack deflection processes I. Theory". *Acta Metall.*, 32, 4, p. 565-576, 1983.
- Faber, K. T., y Evans, A. G., "Crack deflection processes II. Experiment". *Acta Metall.*, 32, 4, p. 577-584, 1983.
- Freiman, S. W., "Brittle fracture behaviour of ceramics". *Ceram. Bull.*, 67, 2, 392402, 1988.
- Garvie, R. C., Hannink, R. H., y Pascoe, R. T., "Ceramic steel?". *Nature*, 258, p. 703-704, 1975.
- Geiger G., "Advancements in mechanical testing of advanced ceramics". *Ceram. Bull.*, 69, 11, p. 1793-1800, 1990.
- Ghosh A., White, K. W., Jenkins, M. G., Kobayashi, A. S., y Bradt, R. C., "Fracture resistance of a transparent magnesium aluminate spinel". *J. Am. Ceram. Soc.*, 74, 7, p. 1624-1630, 1991.
- Ghosh, A., Jenkins, M. G., White, K. W., Kobayashi, A. S., y Bradt, R. C., "Elevated-temperature fracture resistance of a sintered  $\alpha$ -silicon carbide". *J. Am. Ceram. Soc.*, 72, 2, p. 242-247, 1989.
- Grathwohl, G., "Current testing methods: a critical assessment". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 31-50. Ed. Elsevier Applied Science, UK, 1988.
- Guilemany, J. M., Nuñez, M. D., y García, J., "Materiales cerámicos: estructura, propiedades, y aplicaciones-I". *Revista Técnica Metalurgica*, 296, 1, p. 4-18, 1990.
- Guilemany, J. M., Nuñez, M. D., y García, J., "Materiales cerámicos: estructura, propiedades, y aplicaciones-II". *Revista Técnica Metalurgica*, 297, 2, p. 4-24, 1990.
- Guinea, G. V., "Medida de la energía de fractura del hormigón". Tesis doctoral, p. 62-127. Universidad Politécnica de Madrid, Madrid, 1990.

- Guiu, F., y Stevens, R. N., "Physical interpretation of fracture-toughening mechanisms". *J. Mat. Scien.*, 26, 4375-4382, 1991.
- Gyekenyesi, J. Z., y Bartolotta, P. A., "An evaluation of strain measuring devices for ceramic composite". *J. Testing Eval.*, 20, 4, p. 285-295, 1992.
- Hermansson, T., y Dunlop, G. L., "A high-temperature tensile testing rig for ceramic materials". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 171-176. Ed. Elsevier Applied Science, UK, 1988.
- Heuer, A. H., "Transformation toughening.  $ZrO_2$ ". *J. Am. Ceram. Soc.*, 70, 10, 689-698, 1987.
- Hillerborg, A., Modeer, M., y Petersson, P. E., "Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements". *Cement Concrete Res.*, 6, p. 773-782, 1976.
- Hillerborg, A., "The theoretical basis of a method to determine the fracture energy from size effect and brittleness number". *Materials and Structures*, 18, p. 291-296, 1985.
- Hilling, W. B., "Strength and toughness of ceramic matrix composites". *Ann. Rev. Mater. Sci.*, 17, p. 341-383, 1987.
- Hoagland, R. G., Marschall, C. W., y Duckworth, W. H., "Reduction of errors in ceramic bend tests". *J. Am. Ceram. Soc.*, 59, 5-6, p. 189-194, 1976.
- Hurst, R. C., Boone, C. F., Bressers, J., Etienne, C. F., Schuster, H., y Williams, J. A., "Strain measurement at high temperatures". *Proceedings of a CEC Workshop held at the JRC Petten (N.H.), Holanda*. Elsevier Applied Science Publishers, London & New York, 1986.
- Jenkins M. G., Kobayashi A. S., Sakai M., White K. W., y Bradt, R. C., "Fracture toughness testing of ceramics using a laser interferometric strain gage". *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 66, 12, p. 1734-1738, 1987.
- Jenq, Y. S., y Shah, S. P., "A two parameter fracture model for concrete". *J. Eng. Mech.*, ASCE, 111, 10, p. 1227-1241, 1985.
- Jimenez, M., y Dominguez, A., "Materiales cerámicos tenaces a base de  $ZrO_2$ : microestructura y propiedades mecánicas". *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.*, 30, 3, p. 157-164, 1991.
- JIS R 1607, "Testing methods for fracture toughness of high performance ceramics". *Japanese Industrial Standard*, Japan, 1990.
- Kandil, F. A., y Dyson, B. F., "Tensile creep for ceramics: the development of a testing facility". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 151-170. Ed. Elsevier Applied Science, UK, 1988.
- Kingery, W. D., Bowen, H. K., y Uhlmann, D. R., "Introduction to Ceramics". Ed. John Wiley and Son, NY., USA, 1986.
- Kingery, W. D., "Ceramic materials science in society". *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 19, p. 1-20, 1989.

- Kittl, P., y Díaz, G., "Weibull's fracture statistics, or probabilistic strength of materials: state of the art". *Res Mechanica*, 24, p. 99-207, 1988.
- Knickerbocker, S. H., Zangvil, A., y Brown, S. D., "Displacement rate and temperature effects. fracture of a hot-pressed silicon nitride at 1100 to 1325 °C". *J. Am. Ceram. Soc.*, 67, 5, p. 739-745, 1984.
- Krell, A., y Bakun, O. V., "High-temperature hardness of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-base ceramics". *Acta Metall.*, 34, 2, p. 1315-1319, 1986.
- Lange, F. F., Davis, B. I., y Clarke, D. R., "Compressive creep of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/MgO alloys". *J. Mater. Scien.*, 15, p. 601-610. 1980.
- Lange, F. F., "Measurements, transformation and high temperature fracture". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol 6., p.255-274. Ed. R. C. Bradt, A. G. Evans, D. T. H. Hasselman, F. F. Lange, New York, USA, 1983.
- Lange, F. F., "Strong, high temperature ceramics". *Ann. Rev. Mat. Sci.*, 4, p. 365-390. 1974.
- Lankford, L., "Indentation microfracture the Palmqvist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by the indentation method". *J. Mater. Sci. Lett.*, 1, p. 493-495, 1982.
- Lankford, L., "Threshold microfracture during elastic-plastic indentation of ceramics". *J. Mater. Sci.*, 16, p. 1177-1182, 1981.
- Lankford, L., y Davidson, D. L., "Indentation plasticity and microfracture in silicon carbide". *J. Mater. Sci.*, 14, p. 1177-1182, 1979.
- Lankford, L., y Davidson, D. L., "The crack-initiation threshold in ceramic materials subject to elastic/plastic indentation". *J. Mater. Sci.*, 14, p. 1662-1668, 1979.
- Laugier, M. T., "New formula for indentation toughness in ceramics". *J. Mater. Sci. Lett.*, 6, p. 355-356, 1987.
- Laugier, M. T., "The elastic/plastic indentation of ceramics". *J. Mater. Sci. Lett.*, 4, p. 1539-1541, 1985.
- Lawn, B. R., Evans, A. G., y Marshall, D. B., "Elasto/plastic indentation damage in ceramics in the median/radial crack system". *J. Am. Ceram. Soc.* 63, 9-10, p. 574-581, 1980.
- Lawn, B. R., "Fracture of brittle solids". Ed. Cambridge University Press, U. K., 1993.
- Lawn, B. R., y Evans, A. G., "A model for crack initiation in elastic/plastic indentation fields". *J. Mater. Sci.*, 12, p. 2195-2199, 1977.
- Lawn, B. R., y Fuller, E. R., "Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture". *J. Mater. Sci.*, 10, p. 2016-2024, 1975.
- Lawn, B. R., Fuller, E. R., y Wiederhorn, S. M., "Strength degradation of brittle surfaces: sharp indenters". *J. Am. Ceram. Soc.*, 59, 5-6, p. 193-197, 1976.
- Lawn, B. R., y Marshall, D. B., "Hardness, toughness, and brittleness: an indentation analysis". *J. Am. Ceram. Soc.*, 62, 7-8, p. 347-350, 1979.
- Lawn, B. R., y Swain, M. V., "Microstructure beneath point indentations in brittle solids". *J. Mater. Sci.*, 10, p. 113-122, 1975.

- Lee, M., y Brun, M., "Fracture toughness measurement by microindentation and three-point bend methods". *Mater. Scien. Eng., A* 105/106, p. 369-375, 1988.
- Lehman, R. L., "Primer on Engineering Ceramics". *Advanced Materials & Processes*, 6, p. 30-41, 1992.
- Lewis, M. H., y Karrunaratne, B. S. B., "Determination of high-temperature  $K_{I-v}$  data for Si-Al-O-N ". *Fracture Mechanics Methods for Ceramics, Rocks, and Concrete*, ASTM STP 745, p. 13-32. Ed. American Society for testing and Materials, 1981.
- Li, Z., Ghosh, A., Kobayashi, A., y Bradt, R. C., "Indentation fracture toughness of sintered silicon carbide in the Palmqvist crack regime". *J. Am. Ceram. Soc.*, 72, 6, p. 904-911, 1989.
- Liang, K. M., Orange, G., y Fantozzi, G., "Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials". *J. Mater. Sci.*, 25, p. 207-214, 1990.
- Liu, K. C., Pih, H., y Voorhes, D. W., "Uniaxial tensile strain measurement for ceramic testing at elevated temperatures: requirements, problems and solutions". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 69-88. Ed. Elsevier Applied Science, UK, 1988.
- Loveday, M. S., y Morrell, R., "Standardisation of mechanical testing and quality control". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 11-31. Ed. Elsevier Applied Science, 1988.
- Llorca, J., y Elices, M., "A cohesive crack model to study the fracture behaviour of fiber-reinforced brittle-matrix composites". *Int. J. Fracture*, 54, 251-267, 1992.
- Llorca, J., y Steinbrech, R. W., "Fracture of alumina: an experimental and numerical study". *J. Mat. Scien.*, 26, p. 6383-6390, 1991.
- MacBeth, J. W., "Update on the use of sintered  $\alpha$ -SiC as a seal face. automotive water pumps". *Ceram. Bull.*, 71, 2, p. 174-175, 1992.
- Mai, Y., y Lawn, B. R., "Crack stability and toughness characteristics in brittle materials". *Ann. Rev. Mater. Sci.*, 16, p. 415-39, 1986.
- Maniette Y., Inagaki M., y Sakai M., "Fracture toughness and crack bridging of a silicon nitride ceramic". *J. Eurp. Ceram. Soc.*, 7, p. 255-263, 1991.
- Marshall, D. B., Cox, B. N., y Evans, A. G., "The mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fiber composites". *Act. Metall.* 33, 11, 2013-2021, 1985.
- Marshall, D. B., "Crack shielding in ceria-partially-stabilized zirconia". *J. Am. Ceram. Soc.*, 73, 10, 3119-3121, 1990.
- Marshall, D. B., Evans, A. G., y Dovry, M. D., *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol 6., p.289-307. Ed. R. C. Bradt, A. G. Evans, D. T. H. Hasselman, F. F. Lange, New York, USA, 1983.
- Martinez, J., Jimenez, M., Dominguez, A., y Marquez, R., "Uso de la espectroscopía Raman en la determinación de fases en el Y-PSZ monocristalino". *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.*, 30, 4, p. 251-256, 1991.

- Masaki, T., "Mechanical properties of  $ZrO_2$ - $Y_2O_3$  ceramis". *J. Am. Ceram. Soc.*, 69, 8, p. 638-640, 1984.
- McKinney, K. R., y Rice, R. W., "Specimen size effects. fracture toughness testing of heterogeneous ceramics by notch beam method". *Fracture Mechanics Methods for Ceramics, Rocks & Concrete*, ASTM STP 745, p. 118-126. Ed. s. W. Freiman, & E. R. Fuller Jr. American Society for Testing & Materials. Philadelphia, PA, USA, 1981.
- McMeeking, R., y Evans, A. G., "Mechanism of transformation toughening in brittle materials". *J. Am. Ceram. Soc.*, 65, 2, p. 242-256, 1982.
- Miranzo, P., y Moya, J. S., "Elastic/plastic indentation in ceramics: a fracture toughness determination method". *Ceram. Int.*, 10, 4, p. 147--152, 1984.
- Mod er M., "A Fracture mechanics approach to fracture analyses of concrete materials". Ph. D. Thesis, Division of Building Materials, University of Lund, Lund, Sweden, p. 78-102, 1979.
- Morrel, R., y Bryne, W. P., "NPL's experience with the VAMAS high temperature fracture toughness round robin". Newsletter n  15, ESIS Technical Committee 6 "Ceramics", Freiburg, Germany, 1993.
- Morscher, G. N., Pirouz, P., y Heuer, A. H., "Temperature dependence of hardness in yttria-stabilized zirconia single crystals". *J. Am. Ceram. Soc.*, 74, 3, p. 491-500, 1991.
- Munz, D. G., "Fracture toughness calculation from maximum load in four point bend tests chevron notch specimens". *Int. J. Fracture*, 16, p. R137-R141, 1980.
- Munz, D., "Effect of specimen type on the measured values of fracture toughness of brittle ceramics". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 6, p. 1-26. Ed. R. C. Bradt, A. G. Evans, D. T. H. Hasselman, F. F. Lange, New York, USA, 1983.
- Munz, D., y Fett, T., "Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe". Ed. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, Germany, 1989.
- Mutoh, Y., Chulya, A., y Salem, J. A., "Analysis of precracking parameters for ceramic single-edge-precracked-beam specimens". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 10, p. 73-89. Ed. R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York, USA, 1992.
- Nakayama, J., "Direct measurement of fracture energy of brittle heterogeneous materials". *J. Am. Ceram. Soc.*, 48, 11, p. 583-587, 1965.
- Nakayama, J., Abe, H., y Bradt, R. C., "Crack stability in the work-of-fracture test: refractory applications". *J. Am. Ceram. Soc.*, 64, 11, p. 671-675, 1981.
- Nallathambi, P., y Karihaloo, B. L., "Determination of specimen size independent fracture toughness of plain concrete". *Magazine Con. Research*, 38, 135, 67-76, 1986.
- Newman, J. C., y Raju, I. S., "An empirical stress-intensity factor equation for the surface crack". *Eng. Fract. Mech.*, 15, p. 185-192 1981.
- Niihara, K., "A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics". *J. Mater. Sci. Letters*, 2, p. 221-223, 1983.

- Niihara, K., Morena, R., y Hasselman, D. P. H., "Evaluation of  $K_{IC}$  of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios". *J. Mater. Sci. Lett.*, 1, p. 13-16, 1982.
- Niihara, K., Morena, R., y Hasselman, D. P. H., "Indentation fracture toughness of brittle materials for Palmqvist cracks". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 5, p. 97-105. Ed. R. C. Bradt et al. Plenum Press, New York, USA, 1982.
- Nose, T., y Fujii, T., "Evaluation of fracture toughness for ceramic materials by a single-edge-precracked-beam method". *J. Am. Ceram. Soc.*, 71, 5, p. 328-333, 1988.
- Ohji, T., "Towards routine tensile testing". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 119-134. Ed. Elsevier Applied Science, UK, 1988.
- Ohji, T., Goto, Y., y Tsuge, A., "High temperature toughness and tensile whisker-reinforced silicon nitride". *J. Am. Ceram. Soc.*, 74, 4, p. 739-745, 1991.
- Orange, G., Tanaka, H., y Fantozzi, G., "Fracture toughness of pressureless sintered silicon carbide: a comparison of  $K_{IC}$  measurement methods". *Ceram. Inter.*, 13, p. 159-165, 1987.
- Ostajic, P., y McPherson, R., "A review of indentation fracture theory: its development, principles and limitations". *Inter. J. Fract.*, 33, p. 297-312, 1987.
- Outwater, J. O., Murphy, M. C., Kumble, R. G., y Berry, J. T., "Double torsion technique as a universal fracture toughness test method". *ASTM STP 559*, p. 127-138, 1974.
- Pabst, R. F., "Determination of  $K_{IC}$ -factors with diamond-saw-cuts in ceramic materials". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 2, p. 555-565. Ed. Haselman et al. Plenum Press, New York, USA, 1976.
- Pajares, A., Guiberteau, F., Cumbreira, F. L., y Dominguez-Rodriguez, A., "Un modelo para explicar la configuración de fisuras generadas mediante ensayos Vickers a diferentes cargas en 4Y-PSZ". *Anales de Mecánica de la Fractura*, 9, p. 22-29, 1993.
- Palmqvist, S., "Method att bestamma hos sproda material, sarskilt hardmetaller". *Jernkontorets Ann.*, 141, p. 300-307, 1957.
- Petersson, P. E., "Crack growth and development of fracture zone in plain concrete and similar materials". Tesis doctoral. Div. of Building Mat., Lund Inst. of Technology, Report TVBM-1006. Lund, Suecia, 1981.
- Planas, J., y Elices, M., "Un nuevo método de análisis del comportamiento asintótico de la propagación de una fisura cohesiva en modo I". *Anales de Mecánica de Fractura*, 4, p. 219-227, 1986.
- Planas, J., y Elices, M., "Size-effect in concrete structures: mathematical approximation and experimental validation". *Cracking and Damage, Strain Localisation and Size Effect*, p. 462-476. Ed. J. Mazars & Z. P. Bazant. Elsevier, London, U. K., 1989.
- Planas, J., y Elices, M., "Fisuras cohesivas y fisuras efectivas en el límite de grandes tamaños". *Anales de Mecánica de Fractura*, 7, p. 105-112, 1990.

- Planas, J., y Elices, M., "Nonlinear fracture of cohesive materials". *Int. J. Fract.*, 51, 139-157, 1991.
- Planas, J., Elices, M., y Toribio, J., "Aproximation of cohesive crack models by R-CTOD curves". *Fracture of Concrete and Rock: Recent Developments*, 203-212. Ed. Elsevier Applied Science, London, UK, 1989.
- Ponton, C. B., y Rawlings, R. D., "Vickers indentation fracture toughness test. Part 1: review of literature and standardised indentation toughness equations". *Mater. Sci. Tech.*, 5, 9, p. 865-872, 1989.
- Ponton, C. B., y Rawlings, R. D., "Vickers indentation fracture toughness test. Part 2: application and critical evaluation of standardised indentation toughness equations". *Mater. Sci. Tech.*, 5, 10, p. 961-976, 1989.
- Quinn, G. D., y Morrell, R., "Design data for engineering ceramics: a review of the flexure tests". *J. Am. Ceram. Soc.*, 74, 9, p. 2037-2066, 1991.
- Raj, R., "Fracture in monolithic ceramics at high temperatures". *ICF 7. Advances. Fracture Research*, vol. 4, p. 20-24. Houston, Texas, USA, 1989.
- Regnault, Ph., y Brühwiler, E., "Holographic interferometry for the determination of fracture process zone. concrete". *Eng. Fract. Mech.*, 35, 1/2/3, p. 29-38, 1990.
- Rice, R. W., Freiman, S. W., y Mecholsky, J. J. Jr., "Effect of flaw to grain size ratio on fracture energy of ceramics". *J. Am. Ceram. Soc.*, 63, 129-136, 1980.
- Rice, R. W., Pohanka, R. C., y McDonough, W. J., "Effect of stresses from thermal expansion anisotropy, phase transformations, and second phases on strength of ceramics". *J. Am. Ceram. Soc.*, 63, 703-711, 1980.
- Rice, R. W., "Test-microstructural dependence of fracture energy measurements in ceramics". *Fracture Mechanics Methods for Ceramics, Rocks, and Concrete*, ASTM STP 745, p. 96-117. Ed. American Society for testing and Materials, 1981.
- Rief, C., y Kromp, K., "Fracture toughness testing". *Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures*, p. 209-225. Ed. B. F. Dyson et al., Elsevier Applied Science, London, UK, 1988.
- Robertson, A., Wilkinson, D. S., y Caceres, C. H., "Creep and creep fracture in hot-pressed alumina". *J. Am. Ceram. Soc.*, 74, 5, p. 915-921, 1991.
- Roche, R., y Loveday, M. S., "Harmonisation and improvements in european standards". *Harmonisation of Testing Practice for High Temperature Materials*, p. 33-52. Ed. Elsevier Applied Science, 1992.
- Rots, J. G., Nauta, P., Kusters, G. M., y Blaauwendraad, J., "Smearred crack approach and fracture localization in concrete". *Heron*, 30, 1, p. 48-53, 1985.
- Rühle, M., y Evans, A. G., "High toughness ceramics and ceramic composites". *Progress in Materials Science*, 33, 2, p. 85-168. Pergamon Press, Oxford, UK, 1989.

- Sakaguchi, S., y Murayama, N., "Fracture toughness measurement by indentation fracture method at elevated temperature". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 10, p. 509-521. Ed. R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York, USA, 1992.
- Sakai, M. and, Bradt, R. C., "Graphical methods for determining the nonlinear fracture parameters of silica and graphite refractory composites". *J. Am. Ceram. Soc.*, 69, p. 371-382, 1986.
- Sakai, M., Yoshimura, J-I, Goto, Y., y Inagaki, M., "R-curve behavior of polycrystalline graphite: microcracking and grain bridging in the wake region". *J. Am. Ceram. Soc.*, 71, 8, p. 2609-616, 1988.
- Sakai, T., Ghosh, A., y Bradt, R. C., "The indentation fracture resistance of self-reinforced mullites". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 10, p. 119-133. Ed. R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York, USA, 1992.
- Sheppard, L. H., "Corrosion-resistant ceramics for severe environments". *Ceram. Bull.*, 70, 7, p. 1145-1158, 1991.
- Sheppard, L. H., "Cost-effective manufacturing of advanced ceramics". *Ceram. Bull.*, 70, 4, p. 25-29, 1991.
- Shetty, D. K., Wright, I. G. , Mincer, P. N., y Clauer, A. H., "Indentation fracture of WC-Co cermets". *J. Mater. Sci.*, 20, p. 1873-1882, 1985.
- Shih, T. T., "An evaluation of the chevron V-notched bend bar fracture toughness specimen". *Eng. Fract. Mechanics*, 14, 4, p. 821-832, 1981.
- Shih, T. T., y Opoku, J., "Application of fracture mechanics to ceramic materials: A state of the art review". *Eng. Fracture Mechanics*, 12, p. 479-498, 1980.
- Sims, C. T., "Non metallic materials for gas turbine engines". *Advanced Materials & Processes*, 6, p. 32-39, 1991.
- Spinner, S., y Tefft, W. E., "A method for determining mechanical resonance frequencies and for calculating elastic moduli from these frequencies". *Proceedings ASTM*, 61, p. 1229-1238, 1961.
- Steinbrech, R. W., "Toughening mechanisms for ceramic materials". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 10, p. 131-142, 1992.
- Steinbrech, R. W., Reichl, A., y Schaarwächter, W., "R-curve behavior of long cracks in alumina". *J. Am. Ceram. Soc.*, 73, 7, p. 2009-2015, 1990.
- Subbarao, E. C., "Zirconia: an overview". *Science and Technology of Zirconia*, vol. 3. Ed. A. H. Heuer and L. W. Hoops. The American Ceramic Society, Columbus, Ohio, USA, 1981.
- Suzuki, H., "Recent trends in the development of fine ceramics in Japan". *Mat. Scien. & Engineering*, 71, p. 211-226, 1985.
- Suzuki, S., Homma, H., y Kusaka, R., "Pulsed holographic microscopy as a measurement method of dynamic fracture toughness for fast propagating cracks". *J. Mech. Phys. Solids*, 36, 6, p. 631-653, 1988.

- Swain, M. V., "R-curve behaviour in polycrystalline alumina material". *J. Mater. Sci. Lett.*, 5, 10, p. 1313-15, 1986.
- Swain, M. V., y Rose, L. R. F., "Toughneing of ceramics". *Advances in Fracture Research*, Vol. 1, p. 473-494, 1984.
- Swanson, P., Fairbanks, C. J., Lawn, B. R., Mai, Y., y Hockey, B. J., "Crack-interface grain bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics: I, experimental study on alumina". *J. Am. Ceram. Soc.*, 70, 4, p. 279-289, 1987.
- Mai, Y., Lawn B. R., "Crack-interface grain bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics: II, theoretical fracture mechanics model". *J. Am. Ceram. Soc.*, 70, 4, p. 289-294, 1987.
- Tada, H., Paris, P. C., y Irwin, G. R., "The stress analysis of cracks handbook". Ed. Paris Productions Incorporated, Del Research Corp., St. Louis, Missouri, USA, 1985.
- Tanaka, K., "Elasto/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness: the inclusion core model". *J. Mater. Sci.*, 22, p. 1501-1508, 1987.
- Tattersall, H. G., y Tappin, G., "The work of fracture and its measurement in metals, ceramics and other materials". *J. Mater. Scien.*, 1, p. 296-301, 1966.
- Thomson, R. M., "Physics of fracture". *J. Phys. Chem. Solids*, 48, 11, p. 965-985, 1987.
- Thougless, M. D., Hsueh, C. H., y Evans, A. G., "A damage model of creep crack growth in polycrystals". *Acta Metall.*, 31, 10, p. 1675-1687, 1983.
- Torrecillas, R., "Comportamiento mecánico de mullita y mullita-circonia obtenida por sinterización reactiva". Tesis doctoral. UNED, Madrid, España, 1990.
- Vekinis, G., Ashby, M. F., y Beaumont, P. W. R., "R-curve behavior of  $Al_2O_3$  ceramics". *Acta Metall. Mater.*, 38, 6, p. 1151-1162, 1990.
- Wachtman, J. B. Jr., "Structural Ceramics". Academic Press, New York, USA, 1989.
- Wang, J., Rainforth, W. M., Wadsworth. I., y Stevens, R., "The effects of notch width on the SENB toughness for oxide ceramics". *J. Europ. Ceram. Soc.*, 10, p. 21-31, 1992.
- Warren, R., y Johannesson, B., "Creation of stable cracks in hardmetals using 'bridge' indentation". *Powder Metall.*, 27, 1, 25-29, 1984.
- Weibull, W., "A Statistical Distribution Fuction of Wide Applicability". *J. Appl. Mech.*, 18, p. 293-297, 1951.
- Wiederhorn, S. M., "Brittle fracture and toughening mechanisms in ceramics". *Ann. Rev. Mater. Sci.*, 14, p 373-403, 1984.
- Wiederhorn, S. M., "Subcritical crack growth in ceramics". *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 2, p. 613-646. Ed. R. C. Bradt, D. T. H. Hasselman, F.F. Lange Plenum Press, New York, USA, 1973.
- Wieninger H., Kromp K., y Pabst R. F., "Crack resistance curves of an alumina at high temperatures". *J. Mat. Scie.*, 22, p. 1352-1358, 1987.
- Wieninger, H. Kromp, K., y Pabst, R. F., "Crack resistance curves of alumina and circonia at room temperature". *J. Mat. Scien.*, 21, p. 411-418, 1986.



## PROCEDIMIENTO DE CÁLCULO DE LA CURVA-R

Para determinar la curva-R de un material es necesario conocer la tenacidad y la longitud de grieta en cada instante del ensayo. Dado que el equipo experimental utilizado no permite medir directamente la longitud de grieta, se define una longitud grieta equivalente, suponiendo que el material presenta un comportamiento elástico y lineal. Este cálculo se realiza, utilizando los resultados de la curva Fuerza-Desplazamiento de cada ensayo, según el procedimiento que se detalla a continuación.

La flexibilidad para una viga TPB prefisurada (Tada *et al* 1985) es<sup>20</sup>:

$$C_p = \frac{\Delta\delta}{\Delta P} = \frac{3s^2}{2D^2BE'} V_2\left(\frac{a}{D}\right) \quad (1)$$

donde  $s$ =distancia entre apoyos

$D$ =canto de la probeta

$B$ =espesor de la probeta

$E'$ =módulo de elasticidad generalizado

$a$ =longitud de grieta

$V_2\left(\frac{a}{D}\right)$ =factor adimensional que depende de la geometría de la probeta

$\Delta\delta$ =incremento en el desplazamiento del punto de carga

$\Delta P$ =incremento de la carga aplicada

Sin embargo la flexibilidad medida,  $C$ , con nuestros aparatos será la flexibilidad de la probeta,  $C_p$ , más la del equipo de ensayo,  $C_{ext}$ , de forma que tendremos que:

$$C = C_{ext} + C_p \quad (2)$$

---

<sup>20</sup>Esta relación y las siguientes son válidas siempre y cuando la luz entre apoyos,  $s$ , sea igual a cuatro veces el canto,  $D$ .

siendo la flexibilidad medida,  $C_0$ , para la longitud de grieta inicial,  $a_0$  (dato que podemos determinar por medida directa):

$$C_0 = C_{ext} + C_{p0} \quad (3)$$

restando las dos expresiones anteriores obtenemos que el aumento de flexibilidad,  $\Delta C$ , al aumentar la longitud de grieta de  $a_0$  hasta  $a$  durante el ensayo es:

$$\Delta C = C_p - C_{p0} = \frac{3s^2}{2D^2BE'} \left( V_2\left(\frac{a}{D}\right) - V_2\left(\frac{a_0}{D}\right) \right) \quad (4)$$

y por tanto que:

$$V_2\left(\frac{a}{D}\right) = V_2\left(\frac{a_0}{D}\right) + \frac{2D^2BE'}{3s^2} \Delta C \quad (5)$$

Ahora, si calculamos la función inversa,  $A$ , obtendremos la longitud de la grieta en función de la longitud de grieta inicial y de la carga aplicada:

$$\frac{a}{D} = A \left[ V_2\left(\frac{a}{D}\right) \right] = A \left[ V_2\left(\frac{a_0}{D}\right) + \frac{2D^2BE'}{3s^2} \Delta C \right] \quad (6)$$

donde  $\Delta C$  se determina restando a la flexibilidad medida durante un ensayo,  $\Delta C_{ensayo}$ , la debida a la parte lineal de la pendiente inicial,  $\Delta C_0$ , (ésta corresponde a la longitud de grieta inicial más la debida al equipo de ensayo) de forma que:

$$\Delta C = \Delta C_{ensayo} - \frac{\delta_0 + P \Delta C_0}{\Delta P} \quad (7)$$

donde  $\delta_0$  es la extrapolación del desplazamiento del punto de carga para carga aplicada,  $P$ , nula.

La expresión para el factor  $V_2\left(\frac{a}{D}\right)$  se ha determinado analíticamente<sup>21</sup> sabiendo que para nuestra geometría (Tada *et al.* 1985):

$$\frac{K^2}{E'} = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad (8)$$

siendo 
$$K = \frac{3Ps}{2D^2B} \sqrt{\pi a} F\left(\frac{a}{D}\right) \quad (9)$$

y  $F(a/D)$  una función adimensional bien determinada que depende de la geometría de la probeta. Entonces si derivamos la expresión (1) respecto a la longitud de grieta, y multiplicamos por  $(P^2/2B)$ :

<sup>21</sup>La expresión que aparece en la referencia anteriormente citada mostró ser poco precisa.

$$\frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da} = \frac{3s^2}{2D^2BE'} V_2' \left( \frac{a}{D} \right) \frac{1}{a} \frac{P^2}{2B} \quad (10)$$

igualando las expresiones (8) y (10) obtenemos que:

$$\left( \frac{3Ps}{2D^2B} \right)^2 \frac{\pi a}{E'} F^2 \left( \frac{a}{D} \right) = \frac{3s^2}{2D^2BE'} V_2' \left( \frac{a}{D} \right) \frac{1}{a} \frac{P^2}{2B} \quad (11)$$

que después de simplificar se reduce a:

$$V_2' \left( \frac{a}{D} \right) = 3\pi \frac{a}{D} F^2 \left( \frac{a}{D} \right) \quad (12)$$

expresión que integrada nos da la función deseada:

$$V_2 \left( \frac{a}{D} \right) = \int_0^{a/D} 3\pi \alpha F^2(\alpha) d\alpha \quad (13)$$

Con el fin de comprobar la fiabilidad de esta expresión, y la de la función inversa  $A[V(a/D)]$ , se calculó  $V(a/D)$  a partir de una serie de valores,  $a/D$ , tomados entre 0 y 1 en incrementos de milésima en milésima, para una probeta fisurada hasta la mitad de su canto. Sobre estos valores se aplicó la función inversa,  $A$ , y se determinó el error relativo entre los valores  $a'/D$  obtenidos después del proceso de cálculo, y los valores  $a/D$  originales. En la figura Fig. A.1 se muestra el error relativo en función de  $a/D$ , se puede apreciar que el error es despreciable (por debajo del 0.34%).

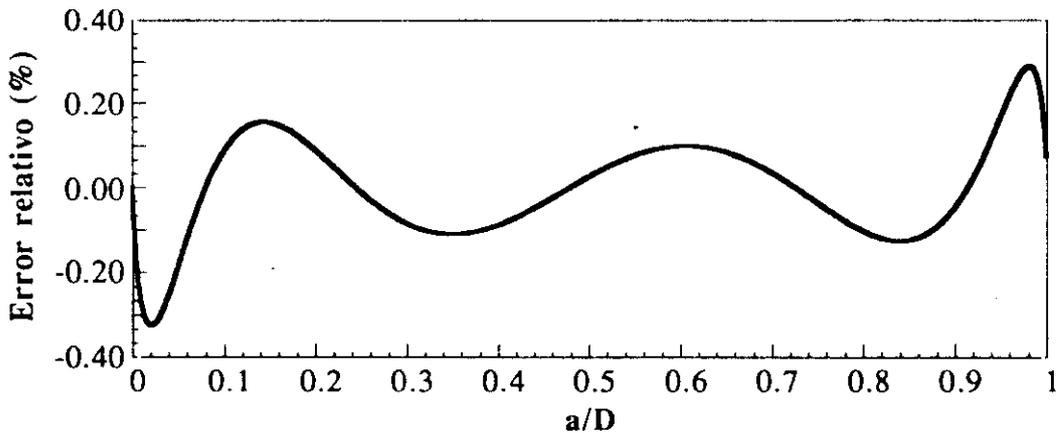


Fig. A.1. Error relativo  $\left( \frac{(a'/D) - (a/D)}{a/D} \right)$  en función de  $a/D$ .