

ESTIMACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA MEDIANTE EL MÉTODO DE INDENTACIÓN

JUAN MEZA

jmmrexa@yahoo.com

Ingeniero Mecánico, Universidad Nacional de Colombia Facultad de Minas, Medellín

CÉSAR CHAVES

cachaves@unalmed.edu.co

Profesor Asociado, Escuela de Ingeniería de Materiales, Universidad Nacional de Colombia Facultad de Minas, Medellín

Recibido para revisar 4 de Febrero de 2002, aceptado 6 de Febrero de 2003, versión final 4 de Marzo de 2003

RESUMEN: La medición de la tenacidad a la fractura K_{IC} en materiales frágiles, mediante métodos convencionales es bastante dispendiosa. Existe un método alternativo referido en la literatura como fractura por indentación (IF). Las ecuaciones derivadas de este método se fundamentan en la mecánica de la fractura elástica lineal y en el contacto de cuerpos elastoplásticos. En este artículo, se describe el Método IF y sus procedimientos y se muestran los principales problemas en la aplicación de éste, para lo cual se ha utilizado como material a estudiar Titanato de Bario $BaTiO_3$, para el cual al evaluar K_{IC} se obtuvo errores menores al 30% con respecto a los reportados por métodos convencionales.

PALABRAS CLAVES: Dureza, Tenacidad, Fragilidad, Electro-Cerámica, Fractura por indentación, Titanato de Bario.

ABSTRACT: Conventional methods for evaluation of Fracture Toughness K_{IC} of fragile materials are very complicated. There is a non conventional method referred in the literature as the Indentation Fracture (IF). The equations derivated of this one are based on the Lineal Fracture Mechanics and in the elastoplastic body contact. In this article is described the (IF) method and its procedures, and the problems in the application of this one are showed. Barium Titanate $BaTiO_3$ was used as studied material, K_{IC} evaluated in it produced errors less than the expected 30% compared with the reported with other conventional methods.

KEYWORDS: Hardness, Toughness, Brittleness, Electro-ceramics, Indentation Fracture, Barium Titanate.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos presentan propiedades de gran interés en diversas aplicaciones de ingeniería, en especial por su alta dureza, resistencia al creep y rigidez. Sin embargo su alta fragilidad ha limitado su uso, una de las propiedades que la caracteriza es la tenacidad a la fractura (K_{IC}) la cual se evalúa a través de métodos normalizados como el SEPB (ASTM estándar C 1161, Quinn, 1992). Sin embargo

estos métodos son dispendiosos y sólo producen un resultado por probeta.

Otro método usado es el de indentación (IF), el cual ha sido cuestionado debido a que las ecuaciones producto del modelamiento involucra constantes de calibración que introducen errores sistemáticos y también a errores que surgen de las imprecisiones en las mediciones necesarias en el ensayo (Meza, 2001). A pesar de esto y de que el método no ha sido normalizado, sigue siendo utilizado dada su relativa facilidad de aplicación (Orlovskaya et al., 2000; Pardo et al., 1991).

El Método IF requiere del conocimiento del valor de la dureza. La medida de esta propiedad en estos materiales está regulada por normas (ASTM estándar C1327-99) lo que la hace que los resultados obtenidos sean más confiables. El presente artículo tiene por objetivo mostrar el procedimiento usado para medir K_{IC} usando el Método IF para lo cual se ha fabricado Titanato de Bario, un material cerámico frágil y propenso al agrietamiento sobre el cual se han realizado diferentes mediciones.

2. EL MÉTODO IF

Cuando se aplica una carga P a través de un indentador Vickers a un material frágil se produce una huella y grietas en los vértices de la huella dejada (ver Figuras 1 y 4). Tanto las longitudes de las diagonales de la huella, como la de las grietas, son aprovechadas por el Método IF para la estimación de K_{IC} .

Para calcular K_{IC} por este método se han desarrollado varias ecuaciones, las cuales requieren del conocimiento del valor del módulo de Young y del módulo de Poisson para su utilización. Las ecuaciones se dividen en tres grupos: teóricas, empíricas, y semiempíricas. Entre las semiempíricas están las ecuaciones 1 (Anstis *et al.*, 1981) y la ecuación 2 (Evans y Charles)

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{0.5} \frac{P}{C^{3/2}} \quad (1)$$

$$K_{IC} = 0.0752 P / C^{3/2} \quad (2)$$

En estas ecuaciones E es el módulo de Young, P la carga aplicada a través del indentador, H la dureza definida como la carga aplicada sobre el área proyectada, C y a se definen en la Figura 1.

Si en la ecuación 1 se desconoce E/H se puede sustituir por el valor de 25 (Dusza and Sajgalik, 1995) que es un promedio para materiales cerámicos.

En este trabajo la dureza también será evaluada mediante la definición adoptada por Vickers según la ecuación 3:

$$Hv = \frac{1.854 * 10^6 * P}{(2a)^2} \quad (3)$$

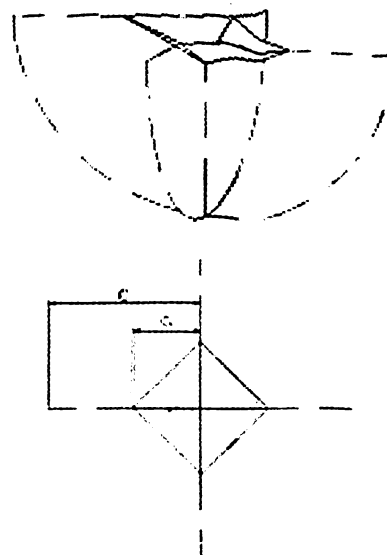


Figura 1. Configuración de una indentación Vickers en un material frágil. Arriba se muestran las grietas tipo medio centavo (en línea punteada) y la impresión de la pirámide (línea continua). Abajo la vista superior de la configuración, con la notación necesaria: C longitud de la grieta, $2a$ diagonal de la indentación.

En este artículo, se utilizaron las ecuaciones 1 y 2 para la evaluación de K_{IC} , ya que se sabe que producen valores con una precisión menor al 30% de error (Meza, 2001) (comparado con valores obtenidos mediante ensayos normalizados) y además no es necesario conocer propiedades como los módulos de Young y Poisson que son algo dispendiosos de obtener. En esta misma ecuación la constante de calibración de la que se habla en la introducción es 0.016 y su valor real es 0.016 ± 0.004 (Anstis *et al.*, 1981), esta variación se debe a que los modelos teóricos no tienen en cuenta propiedades mecánicas como el modulo de Poisson, efecto de fricción en el contacto y principalmente a que la forma como fluye un material bajo el indentador no obedece a un solo patrón o, lo que es lo mismo, depende de que tan rígido sea el material y de cómo se aplique la carga, lo que incide directamente en la forma como crecen la grietas alrededor de la zona

de contacto (*Meza y Chaves*). De hecho nótese que al hacer la sustitución $E/H = 25$ en la ecuación 1, ésta toma la forma $K_{IC} = 0.08 P/C^{3/2}$ que es de la misma forma que la ecuación 2, lo que indica que los principales errores de estas ecuaciones se derivan de la estimación de las "constantes" involucradas en ellas y que en realidad son únicas para cada material.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1. Fabricación del Titanato de Bario

Las probetas se fabricaron siguiendo la ruta convencional de fabricación de cerámicos por el método de reacción en estado sólido mediante prensado en frío (*Meza et al.*, 2001), mostrado en la figura 2.

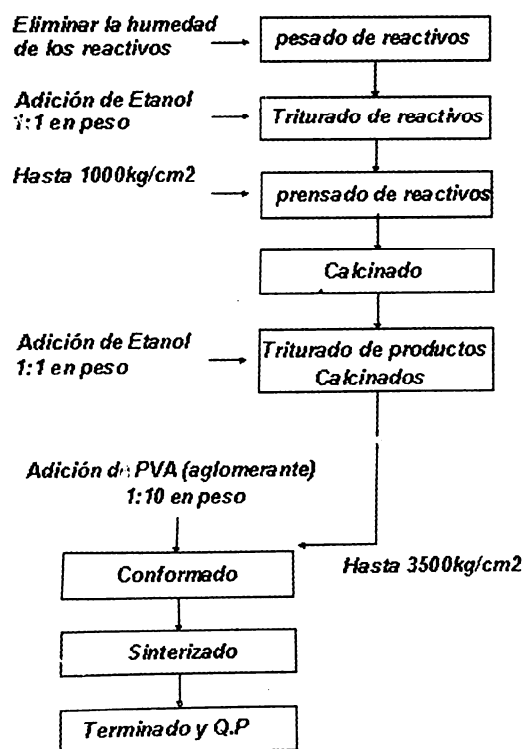


Figura 2. Ruta de convencional (reacción en estado sólido por prensado en frío) para la fabricación de cerámicos. Q.P (Quality Pass, aceptación del producto).

Los reactivos de partida usados fueron: Carbonato de Bario grado P. A y Dióxido de Titanio grado P.A

Las distintas variables de procesamiento fueron escogidas de acuerdo a los valores empleados por distintos autores (*Blamey and Parr*, 1993; *Callahan and Murray*, 1954; *Cook*, 1956; *DeVries and Bruke*, 1957; *Kluscar*, 1956)

Las velocidades de calentamiento y de enfriamiento fueron de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Los tiempos y temperaturas de sostenimiento fueron:

- Calcinado de 10 h a 950°C .
- Quemado del aglutinante (alcohol polivinílico PVA) de 3h a 520°C .
- Sinterizado de 2h a 1250°C .

La solución de PVA se hizo al 4% en agua destilada, esta solución fue mezclada con los productos calcinados y triturados en una proporción 1:1 en peso. La presión aplicada en el prensado de reactivos fue de 23 MPa y en el conformado de 75 MPa, las muestras obtenidas así fueron discos plano paralelos de 12.5 mm de diámetro y espesor mayor a los 2 mm, lo cual es suficiente para poder realizar los ensayos de indentación (ver sección 5).

Las muestras se pulen para obtener una superficie con buen acabado, en esta etapa se debe tener especial cuidado de no introducir esfuerzos residuales en la superficie, lo cual se logra con el pulido lento y usando lijas 0/0 hasta 3/0, luego se pasa a pulido con pasta de alúmina de 12.5 micras, 1 micras y 0.5 micras.

La caracterización microestructural se hizo mediante microscopía óptica, también se realizaron ensayos DRX para verificar la composición del material en un difractómetro marca Bruker axs d8 advanced y se midió la densidad por el método de Arquímedes.

La medición de dureza Vickers se hizo en un durómetro marca Wolpert Diatestor aplicándose una carga de 9.8 N obteniéndose cinco huellas "buenas" de acuerdo a la norma ASTM C1327-99. Los valores de las diagonales de las indentaciones y de las longitudes de las grietas, fueron medidas inmediatamente después de la descarga haciendo uso de un microscopio óptico con una resolución de 0.5 micras.

4. RESULTADOS

4.1 Caracterización Microestructural:

La pureza del material obtenido (Titanato de Bario) es mayor al 99% según se concluye de los resultados de DRX mostrados en la Figura 3, la densidad es de $5.91 \text{ g/cm}^3 = 98.35\% \rho_{teórica}$. En la Figura 4 se observa que la porosidad es poca, fina y bien distribuida. El tamaño de grano se estima que sea inferior a 3 micras, no se midió cualitativamente debido a las limitaciones de la microscopía óptica.

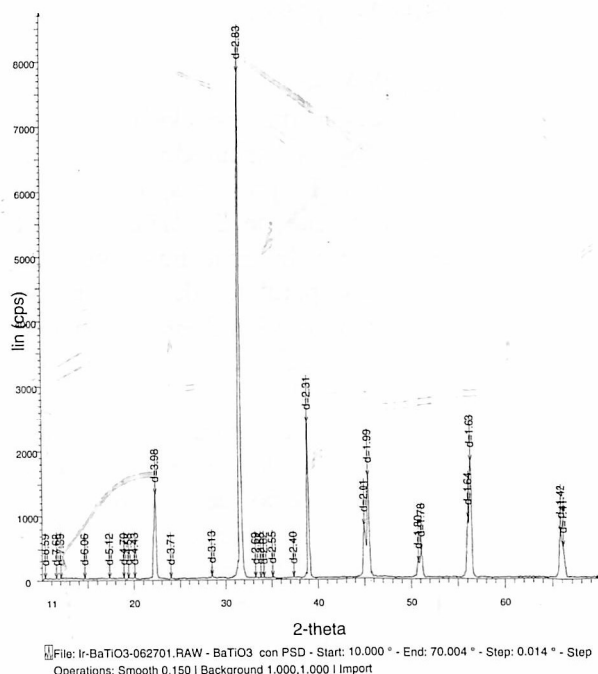


Figura 3. Difracción de rayos X para polvos de muestra sinterizada de BaTiO_3

4.2 Medición de dureza y tenacidad a la fractura

Los valores de las diagonales y longitudes de las grietas se muestran en las Tablas 1 y 2. En la Tabla 2 se muestran los valores de las longitudes promedio y los valores calculados para K_{IC} y dureza según las ecuaciones 1, 2 y 3 respectivamente. La Figura 4 muestra la indentación típica obtenida en el material fabricado. Las huellas obtenidas en materiales de

mayor porosidad (obtenidas con menor presión de conformado), difícilmente son aptas para medir K_{IC} debido al descascaramiento que se produjo en las probetas.

Tabla 1 Valores de las longitudes (en micras) de las grietas y diagonales obtenidas en BaTiO_3 por indentación Vickers en durómetro a 1000 gf (10 N)

I#	C_1	C_2	C_3	C_4	$2a_1$	$2a_2$	C	2a
1	95,5	95	96,5	90,5	51	49	94,38	50,00
2	94,5	89,5	97	90	47	46,5	92,75	46,75
3	86,5	93	99	94	48,5	48	93,13	48,25
4	95	100	100	87	52	47	95,50	49,50
5	109	98,5	100	80	49,5	49,5	96,88	49,50

I# Numero de ensayo. C_i longitud de la grieta en cada vértice (ver Figura 1), $2a_i$ diagonales de la indentación, C y 2a grieta y diagonal media de la indentación para cada ensayo. Todos los valores en μm

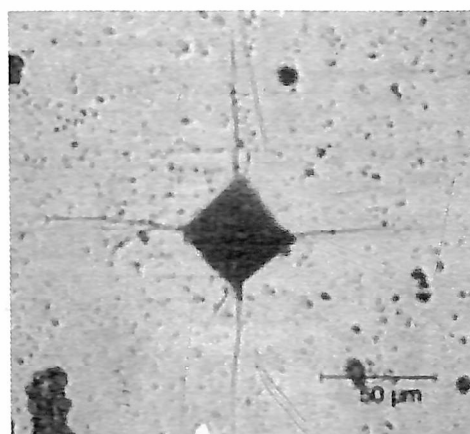


Figura 4. Micrografía de las indentación Vickers típica (10 N) en BaTiO_3 (obtenidas en el durómetro)

Tabla 2. Parámetros para calcular K_{IC}

ITEM	valor
Dureza Vickers $^{\square}$ [GPa]	7.80
Grieta promedio C [μm]	94.53
Diagonal 2a [μm]	48.80
C/a	3.9
Carga P [Kg]	1
$K_{IC} (1)^{\perp}$ [$\text{MPam}^{0.5}$]	0.87
$K_{IC} (2)^{\pi}$ [$\text{MPam}^{0.5}$]	0.9

$^{\square}$ Evaluada según la ecuación 3

$^{\perp}$ Evaluada según la ecuación 1 con $E/H = 25$

$^{\pi}$ Evaluada según la ecuación 2

5. DISCUSIÓN

El Método IF es fácil de ejecutar, pero requiere de una cuidadosa puesta a punto en sus distintas etapas, cosa que no es fácil de lograr, debido a que esto depende de la habilidad de la persona para preparar las muestras y para la lectura de las magnitudes implicadas (Quinn 1992, 1997, 1999).

Lo primero que se debe hacer para la evaluación de K_{IC} es un estudio de cómo varía la dureza con la carga aplicada y la observación en microscopio de la evolución de agrietamiento producido a diferentes cargas. Esto se hace ya que el agrietamiento producido puede ser excesivo o las huellas no uniformes, debido a una deficiente preparación de las probetas y fallas en la calibración de los equipos de indentación. Estudios de Dureza Knoop y Vickers, al variar la carga aplicada (Meza, 2001), muestran que la dureza de BaTiO_3 varía con la carga aplicada hasta alcanzar un valor constante, esto genera un problema adicional en cuanto a la selección de la carga que se debe aplicar para obtener un valor de K_{IC} correcto ya que las ecuaciones 1 y 2 fueron deducidas con valores de dureza constante. La forma en que se debe proceder es seleccionar la carga que produzca una huella de acuerdo a la norma ASTM C1327-99, y que además produzca un valor de dureza cercano o igual a la dureza constante. Sin embargo, se demuestra que estos materiales presentan un comportamiento de curva R similar a la mayoría de cerámicos (Meschke et al., 2000), por lo que no es claro si los valores de K_{IC} reportados en la literatura mediante métodos convencionales (Blamey and Parr, 1993; Pohanka et al., 1978; Cook, et al., 1983) corresponden a K_{I0} o a un valor superior a este, por lo que la comparación de los resultados obtenidos mediante el Método IF con los métodos convencionales se complica aún más.

Tanto la dureza, como la tenacidad a la fractura, dependen de la microestructura obtenida, en específico del tamaño de grano y porosidad, por lo que no se puede esperar una gran coincidencia con los datos reportados en la literatura que para el caso de BaTiO_3 con tamaño de grano inferior a $5 \mu\text{m}$, que son de 5 GPa y $1 \text{ MPam}^{0.5}$, para dureza Vickers (microindentación) y tenacidad a la fractura (método SEPB)

respectivamente. Sin embargo los resultados aquí obtenidos están de acuerdo con lo esperado debido a las siguientes razones: una dureza mayor ($7.8 \text{ Vs } 5 \text{ GPa}$) está acompañada de una tenacidad a la fractura menor ($0.9 \text{ Vs } 1 \text{ MPam}^{0.5}$), debido a la menor capacidad de deformación plástica del material bajo el indentador.

La gran variación del tamaño de la huella y del agrietamiento producido, con la forma como se aplica la carga (i.e equipo e indentador utilizado) (Quinn, 1998). En esta investigación el equipo utilizado aplica la carga a una velocidad mayor que la de un microdurómetro por lo que se espera se produzcan valores de dureza más altos (Doerner and Nix, 1986).

Si bien el tamaño de grano del material no se midió bajo norma, las observaciones mediante técnicas ópticas muestran un material con un grano inferior a los $3 \mu\text{m}$ por lo que la dureza con respecto a uno de $5 \mu\text{m}$ debe ser algo mayor.

Según los autores de las ecuaciones 1 y 2 utilizadas para la evaluación de K_{IC} se espera que estas produzcan como máximo un 30% de error comparado con los valores obtenidos por métodos convencionales. El valor hallado en este trabajo para BaTiO_3 está dentro de este intervalo, sin embargo sólo se puede considerar como una estimación de esta propiedad debido a que este método presenta varios problemas en su modelamiento (Meza, 2001).

Finalmente es importante decir que bajas porosidades en un material implican módulos de rigidez mayores y por lo tanto una fragilidad mayor, pero no necesariamente será menor la tenacidad (Quinn and Quinn, 1997). Desafortunadamente en la literatura no se reportan los valores de densidad de los materiales ensayados, por lo que no se puede hacer una comparación con los aquí fabricados.

6. CONCLUSIONES

Las muestras de Titanato de Bario fabricadas por el método de reacción en estado sólido presentan una buena microestructura, traducida en porosidad fina bien distribuida y de alta cristalinidad.

Las propiedades mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura obtenidas son de 7.2 GPa

y $0.9 \text{ Mpa} \cdot \text{m}^{0.5}$ respectivamente, estos valores difieren de los reportados en la literatura, sin embargo el valor de K_{IC} está dentro del límite de predicción de las ecuaciones 1 y 2.

Los principales requisitos que deben cumplir las probetas para que sea aplicable el Método IF en ellas son:

Porosidad fina y bien distribuida.

Buen acabado superficial y paralelismo de la superficies.

AGRADECIMIENTOS

Al profesor Marco Márquez de la Universidad Nacional de Colombia. Sede Medellín, por su ayuda con la obtención y análisis de difracción de rayos X.

Este trabajo es un resultado parcial de los proyectos DINAIN bajo contrato No. DI00C374 y DIME bajo contrato No.030805560

REFERENCIAS

- ASTM C 1327-99, *Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*, Annual book of ASTM Standards, Vol 14.02, 1999.
- ASTM C 1161, *Standard Test Method for Fracture toughness at room temperature of Advanced Ceramics*, Annual book of ASTM Standards, Vol 14.02, 1997.
- Anstis, G., et al., A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct crack Measurement, *J. Am. Ceram. Soc.*, 64 (9), 533-38, 1981.
- Blamey, J., Parr, T., Strength and Toughness of Barium Titanate Ceramics, *J. Mat. Sci.*, 28, (18) 4988-4993, 1993.
- Callahan, R. and Murray, J. Preparation of Reproducible Barium Titanate, *J. Amer. Ceram. Soc.*, 33, (5), 131-133, 1954.
- Cook, R. et al., *Fracture of Ferroelectric ceramics*, ferroelectrics., 50, (1-4), 267-72, 1983.
- Cook, W. Domain Twinning in Barium Titanate Ceramics. *J. Amer. Ceram. Soc.*, 39, (17), 1956.
- DeVries, R. and Bruke, J., Microstructure of Barium Titanate Ceramics. *J. Amer Ceram. Soc.*, 40, 1957.
- Dusza, J. and Sajgalík. P., *Handbook of Advanced Materials Testing* en Fracture Toughness and strength testing of Ceramic Composites cap 25. Marcel Dekker, inc, 554-560., 1995.
- Doerner, M and Nix, W. A method for intrpreting the data-deep sensing indentation instruments. *J. Mater. Res. Soc.*, 1, (4), 601-09 1986
- Kluscar. F., A Microstructure Study of Barium Titanate Ceramics, *J. Amer. Ceram. Soc.*, 39, 13-17, 1956
- Meshske, A. and Scheider, G., R Curve of BaTiO₃ due to Stress-Induced Ferroelectric Domain Switching, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 17, 1143-49, 1997
- Meza, J. *Tenacidad a la Fractura en Cerámicos*, Trabajo Dirigido de Grado. Sede Medellín: Universidad Nacional de Colombia, 2001.
- Orlovskava N., et al., Mechanical Properties of LaCoO₃ Based Ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.* (20), 51-56, 2000.
- Pardo. L. et al. Caracterización Mecánica de Cerámicas de PbTiO₃ Modificados con Ca y Vidrios de Boro Para la Preparación de Composites Piezoeléctricos, *Bol. Soc. Ceram. Vidr.*, 30, (5), 352-57, 1991.
- Pohanka, R. et al., Effect of Internal Stress on Strenght BaTiO₃, *J. Am. Cerm. Soc.*, 59, (1-2), 71-74, 1976.
- Pohanka, R. et al. Effect of Phase Transformation on the Fracrute Behavior of BaTiO₃, *J. Am. Ceram. Soc.*, 61, (1-2), 72, 1978.
- Quinn, G. Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Room Temperature, *J. Res. Nat. Inst. Sta. Tech.*, 97, (5), 579-607, 1992.
- Quinn, J. and Quinn, G. Hardness and Brittleness of Ceramics, *Ceram. Eng. Sci., Proc.*, 7, (3), 59-68, 1996.
- Quinn, J. and Quinn, G. Indentation Brittleness of Ceramics: a Fresh Approach, *J. Mat. Sci.*, 32, 4331-4346, 1997.
- Quinn, G. Hardness Testing of Ceramics, *Advanced Materials and Processes Magazine.*, 154, (2), 1998
- Quinn, G. Indentation Hardness Testing of Ceramics, *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 8, ASTM, 244-251, 1999.