



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“COMPARACIÓN DE MÉTODOS PARA
DETERMINAR LA TENACIDAD A LA FRACTURA”**

TESINA

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA

ERIKA CRISTINO TREJO

DIRIGIDA POR

Dr. JOSÉ DE JESÚS CORONEL HERNÁNDEZ

SINODALES

Dr. JOSÉ DE JESÚS CORONEL HERNÁNDEZ
DIRECTOR

Q. M. SALVADOR ALVARADO BALLEZA
SINODAL

Q. M. RAFAEL MORALES RIVERA
SINODAL

Q.B. MAGALI E. AGUILAR ORTÍZ
DIRECTOR DE LA FACULTAD DE QUÍMICA

FACULTAD DE
QUÍMICA



BIBLIOTECA

PROPIEDAD DE LA FACULTAD
DE QUÍMICA DE LA U.A.Q.

No. Adq. J50929

No. Titulo _____

Clas. 666

C933c



ÍNDICE GENERAL

Contenido	Página
ÍNDICE GENERAL	i
ÍNDICE DE CUADROS	iv
ÍNDICE DE FIGURAS	v
TESINA TEÓRICA	
RESUMEN	
I. INTRODUCCIÓN	1
II. ANTECEDENTES	2
II.1. Tenacidad a la Fractura	2
II.1.2 Valores de Tenacidad	2
II.1.3 Mecanismos de Aumento de Tenacidad	3
II.2. Métodos de Determinación de Tenacidad a la Fractura	5
II.2.1 Método IF	5
II.2.2 Cálculo de Tenacidad a la Fractura por el Método IF	8
II.2.3 Método IBS	9
II.2.4 Cálculo de Tenacidad a la Fractura por el Método IBS	10
II.3. Formación de Fisuras	11
II.3.1. Fisuras Semielípticas	12
II.4. Alúmina	13
II.4.1. Características	13
II.4.2. Estructura Cristalina	13
II.4.3. Propiedades Mecánicas	14

II.4.4. Aplicaciones	14
III. OBJETIVOS	14
III.1. Objetivo General	14
III.2. Objetivo Específico	14
IV. BIBLIOGRAFÍA	15
TESINA PRÁCTICA	
I. INTRODUCCIÓN	16
II. ANTECEDENTES	17
II.1. Diagrama de Flujo	17
III. OBJETIVOS	19
III.1. Objetivo General	19
III.2. Objetivo Específico	19
IV. METODOLOGÍA	19
IV.1. Composición de la Probeta	19
IV.2. Fabricación de Probetas	19
IV.3. Preparación de Probetas	20
IV.4. Medición de Dureza y Tenacidad a la Fractura. Identaciones y Medición de Huellas.	21
V. RESULTADOS	22
V.1. Cálculo de Tenacidad a la Fractura por el método IF.	22
V.2. Cálculo de Tenacidad a la Fractura por el método IBS.	23
VI. OBSERVACIONES	26
VII. DISCUSIÓN	27

VIII.

IX. CONCLUSIONES

29

X. BIBLIOGRAFÍA

30

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro		Página
1.	Valores de tenacidad a la fractura de varios materiales.	2
2.	Clasificación de mecanismos de aumento de Longitud de en cerámicos.	4
3.	Longitudes mecánicas de la Alúmina.	13
4.	Carga aplicada a cada probeta.	21
5.	Valores de las Longitudes de las grietas y diagonales obtenidas en Al_2O_3 por Longitudes. Para el método IF.	22
6.	Valores de las Longitudes promedio y los valores de K_{IC} y dureza. Para el método IF	22
7.	Valores de las Longitudes de las grietas y diagonales obtenidas en Al_2O_3 por Longitudes. Para el método IBS.	23
8.	Valores de las Longitudes promedio y los valores de $K_{IC_{res}}$ y dureza. Para el método IBS.	24

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura	Página
1. Huella en forma piramidal producida al aplicar una carga sobre un material frágil a través de un indentador Vickers. a) Se muestran grietas radiales en los vértices de la indentación y la longitud de la diagonal "a". b) Vista desde arriba. c) Corte a través de la diagonal.	6
2. Configuración de una indentación Vickers en un material frágil. A la izquierda se muestran las grietas (en línea punteada) y la impresión de la pirámide (línea continua). A la derecha la vista superior de la configuración, con la connotación necesaria: C longitud de la grieta, 2a diagonal de la indentación.	8
3. Evolución de K_{tot} para una fisura semielíptica en función de la longitud de la fisura.	10
4. a) Esquema de una fisura semielíptica. b) Esquema de una fisura tipo Palmqvist.	12
5. Prensado en forma de pastilla.	19
6. Probetas en forma de pastilla de 1.3 cm de diámetro y espesor de .5 cm.	20

7. Micrografía de las indentaciones Vickers típica (5 ton) en Al_2O_3 , en donde se realizó la medición del tamaño de la huella y de las grietas. 23
8. Micrografías de las indentaciones Vickers típica (5 ton) en Al_2O_3 . 25

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO



FACULTAD DE QUÍMICA

**“COMPARACIÓN DE MÉTODOS PARA DETERMINAR LA
TENACIDAD A LA FRACTURA”**

TESINA TEÓRICA

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA

ERIKA CRISTINO TREJO

DIRIGIDA POR

Dr. JOSÉ DE JESÚS CORONEL HERNÁNDEZ

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO, 2008

RESUMEN

Se elaboraron 6 probetas de alúmina para comparar el método IF e IBS para la determinación de la Tenacidad a la Fractura.

Para realizar las probetas de alúmina, la empresa CRIO S. A. de C.V. proporcionó el polvo de alúmina. Ésta se compactó en un dado de forma circular por medio de una prensa, haciendo una compactación uniaxial de 3, 5 y 7 ton; obteniéndose así, 6 probetas, 2 de cada tonelaje.

Las probetas se sintetizaron a 1200 °C en una mufla en el laboratorio del CINVESTAV, unidad Querétaro. La velocidad de calentamiento fue de 15 °C/min. Se mantuvo la temperatura de 1200 °C por 4 horas y la rampa de enfriamiento es con el enfriamiento normal del horno hasta temperatura ambiente. El proceso duró 1 día completo.

Las 6 probetas se desbastaron con una lija 320. Las 2 probetas de 5 ton. fueron pulidas con las lijas 400, 600, 1000 y finalmente con pasta de alúmina de 0.05 micras; hasta obtener un acabado sin rayas. El desbaste y pulido se realizó en ITR.

Las 2 probetas de 5 ton fueron colocadas y alineadas en el durómetro (calibrado), se les aplicó una carga de 2 Kg. A una probeta se le hizo una indentación y a la otra probeta se le hicieron 3 indentaciones igualmente espaciadas. Se identificaron, se les tomó una micrografía a cada huella para ver el tamaño y forma de las grietas. Por medio del analizador de imágenes se midieron las huellas y el tamaño de las grietas de cada probeta, se identificaron.

Finalmente se calcularon resultados.

I. INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos son utilizados en campos muy diversos, como en construcción, mecánica, microelectrónica y en recubrimientos para la protección de superficies.

Independientemente de su composición y estructura, los cerámicos son frágiles, pero muchos de ellos presentan propiedades de gran interés en diversas aplicaciones de ingeniería, en especial por su alta dureza, resistencia a la termofluencia (creep) y rigidez. Sin embargo su alta fragilidad ha limitado su uso. Una de las propiedades que los caracteriza es la tenacidad a la fractura (K_{IC}). Los métodos de medición de tenacidad a la fractura no están normalizados, pero existen algunos que permiten su determinación, aunque se presentan diferencias en los resultados.

En éste trabajo se analizarán algunos de los métodos para determinar la tenacidad a la fractura en cerámicos, que se basan en fisuras superficiales, comparando el método tradicional de indentación, que permite determinar la tenacidad directamente a partir de la longitud de las fisuras obtenida por la indentación (IF), el método IF requiere del conocimiento del valor de la dureza del material; con el método modificado que consiste en emplear tres indentaciones en lugar de una (IBS). Para realizar éstas pruebas se fabricarán probetas de Alúmina (Al_2O_3), material cerámico común.

II. ANTECEDENTES

II.1. Tenacidad a la Fractura

Para medir la tenacidad, el método de ensayo depende de la fragilidad del material. La medida de la tenacidad es tanto más sencilla cuanto más frágil sea el material. Si el material es sumamente frágil puede bastar con realizar una indentación con una pirámide de diamante y medir las grietas que se forman. [mar.mar05]. Por lo tanto, mientras más alta es esta propiedad en un material, es más difícil iniciar y propagar una grieta.

La tenacidad a la fractura, K_{IC} , por definición es una medida de la resistencia que un material opone a la propagación de grietas. En deformación plana, es una propiedad fundamental del material que depende de muchos factores, entre los más influyentes están la temperatura, la velocidad de deformación y la microestructura (Juy, 2004).

II.1.1. Valores de Tenacidad (Sánchez, 2001).

La mayoría de los cerámicos presentan fragilidad y sus grietas se propagan inestablemente. Sin embargo en algunos materiales cerámicos bajo ciertas condiciones microestructurales se presenta un avance estable de la grieta, aumentando la resistencia del material. (Coronel, 1997).

Cuadro 1. Valores de tenacidad a la fractura de varios materiales (Sánchez,2001).

Material	Tenacidad a la Fractura ($MPa\sqrt{m}$)
----------	---

Acero	50
NaCl	0.4
ZnSc	0.9
Co-WC	13
Si ₃ N ₄	5 – 6 (8)
Al ₂ O ₃	3 – 4
SiC	4
MgO	1.2
ZrO ₂	10 – 15

II.1.2. Mecanismos de Aumento de Tenacidad.

La tenacidad a la fractura en deformación plana, es una propiedad fundamental del material que depende de muchos factores, entre los más influyentes están la temperatura, la velocidad de deformación y la microestructura.

La tenacidad a la fractura para un material frágil, se puede escribir de la forma siguiente:

$$K_{IC} = K_0 + \Delta K_C \quad (1)$$

Donde K_0 es la tenacidad propia de la matriz y ΔK_C es el aumento en la tenacidad inducido por diferentes mecanismos (Juy, 2004).

Cuadro 2. Clasificación de Mecanismos de Aumento de Tenacidad en Cerámicos.

(Sánchez, 2001).

Mecanismo General	Mecanismo Detallado
Agrietamiento por deflexión / <i>Crack deflection.</i>	1. Inclínación y torcedura hacia fuera del plano de la grieta alrededor de los granos y partículas de segunda fase. / <i>Tilt and twist out of crack plane around grains and second phase additions.</i>
Agrietamiento por arco ó curvatura / <i>Crack bowing.</i>	1. Arqueo en el plano de la grieta entre puntos de sujeción de grieta de segunda fase. / <i>Bowing in crack plane between second phase crack-pinning points.</i>
Agrietamiento Ramificado / <i>Crack branching.</i>	1. Grieta que puede subdividirse en dos ó mas grietas paralelas aproximadamente. / <i>Crack may subdivide into two or more roughly parallel cracks.</i>
Apantallamiento de la punta de la grieta por la actividad en la zona de proceso / <i>Crack tip shielding by process zone activity.</i>	1. Microagrietamiento / <i>Microcracking.</i> 2. Reforzamiento por Transformación. / <i>Transformation toughening.</i> 3. Cedencia dúctil en la zona de proceso / <i>Ductile yielding in process zone.</i>
Apantallamiento de la punta de la grieta por puenteo de grieta / <i>Crack tip shielding by crack bridging.</i>	1. Fibras frágiles de segunda fase con una desenlace ó desunión parcial / <i>Second-phase brittle fibbers with partial debonding.</i> 2. Puenteo de grieta por rozamiento y ligamentos. / <i>Frictional and ligament grain bridges.</i> 3. Puenteo por ligamentos dúctiles de segunda fase. / <i>Second-phase ductile ligament bridging.</i>

Para alúmina existen tres mecanismos principales que contribuyen al ΔK_C :

- ΔK_{CD} : Aumento de tenacidad debido al agrietamiento por deflexión.
- ΔK_{Ca} : Aumento de tenacidad por punteo de grietas.
- ΔK_{CT} : Aumento de tenacidad por grietas por puente térmico.

Los distintos mecanismos de aumento de tenacidad reducen el factor de intensidad de tensiones en la punta de la grieta, produciendo un apantallamiento de la fisura a la carga aplicada. Si ΔK_C representa el efecto de todos los mecanismos de aumento de tenacidad posibles, es decir,

$$\Delta K_S = \Delta K_{CD} + \Delta K_{Ca} + \Delta K_{CT} \quad (2)$$

La condición para el inicio de la fractura es (Juy, 2004).

$$K_{apl} = K_0 + \Delta K_C \quad (3)$$

II.2. Métodos de determinación de Tenacidad a la Fractura

II.2.1 Método IF

La técnica de indentación es muy utilizada para el estudio de tenacidad a la fractura de materiales cerámicos, porque la morfología y dimensiones de las fisuras permiten obtener información cuantitativa sobre la tenacidad a la fractura. Además, requiere de pequeñas cantidades de material y poca preparación de las muestras. La tenacidad a la fractura se puede calcular directamente, a partir de las longitudes de las fisuras (Juy, 2004)..

El ensayo de indentación, consiste en presionar un indentador sobre la superficie dejando una impresión sobre el material como se muestra en la figura 1.

Dependiendo de la carga máxima aplicada y de la geometría de la huella dejada se puede obtener el valor de la dureza que no es más que la presión de contacto media durante la carga máxima, esto equivale a definirla como la resistencia de un material a ser deformado permanentemente. Hoy en día uno de los indentadores más utilizados es el tipo Vickers (Meza y col., 2005).

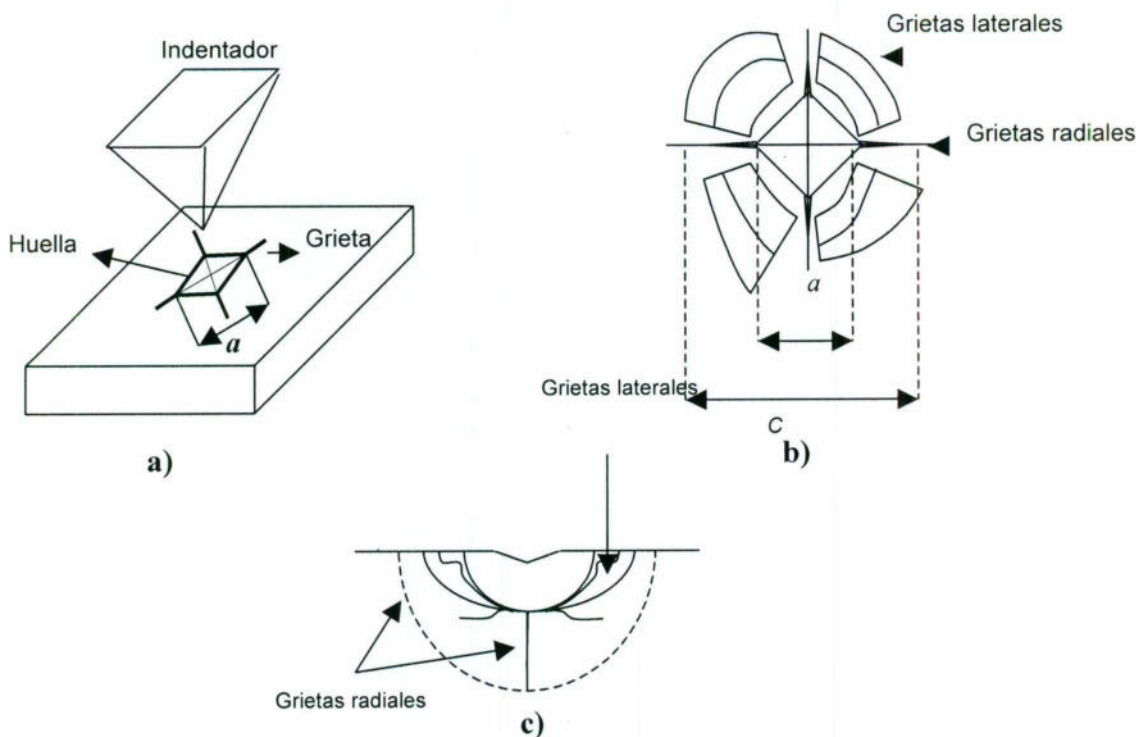


Figura 1. Huella en forma piramidal producida al aplicar una carga sobre un material frágil a través de un indentador Vickers. a) Se muestran grietas radiales en los vértices de la indentación y la longitud de la diagonal "a". b) Vista desde arriba. c) Corte a través de la diagonal (Meza y col., 2005)

A partir de las esquinas de una indentación Vickers se producen grietas radiales que pueden ser de dos tipos: Palmqvist o semielípticas [mar.mar05].

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 figura 2).

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} .

Las fisuras de indentación presentan cuatro regiones de agrietamiento:

- Para cargas muy bajas no surgen fisuras porque no se ha alcanzado el umbral de fractura.
- Para cargas superiores se producen fisuras muy cortas, aunque no surgen necesariamente de todas las esquinas de la impresión, estas grietas quedan atrapadas por la zona transformada ($1 < a/2$) "fisuras atrapadas".
- Para cargas más grandes se supera el segundo umbral donde algunas fisuras son más grandes que la zona transformada ($1 > a/2$) "fisuras bien desarrolladas", aunque no todas las fisuras de las esquinas de la impresión superan estas zonas, esta región es conocida como "escape".
- Cuando las cargas son más altas se obtienen todas las fisuras mayores que la zona transformada, es decir, fisuras "bien desarrolladas" (Juy, 2004).

En esta ecuación 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 2 (Meza y col., 2005).

La dureza del material puede calcularse mediante la siguiente ecuación:

$$H = \frac{P}{\alpha a^2} \quad (5)$$

dónde α es una constante numérica que depende de la forma del indentador. Para un indentador Vickers $\alpha = 2$ (Coronel, 1997).

Para éste método se utilizará la ecuación 4, ya que, no es necesario conocer propiedades como el módulo de Young y Poisson. En esta misma ecuación la constante de calibración es 0.016 y su valor real es 0.016 ± 0.004 , 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 identador no obedece a un solo patrón o, lo que es lo mismo, depende de que tan rígido sea el material y de cómo se aplica la carga, lo que incide directamente en la forma como crecen las grietas alrededor de la zona de contacto (Meza y col., 2005).

III.1. Método IBS

El método IBS (Resistencia a la Flexión con Identación / *Indentation Bending Strength*) determina la tenacidad a la fractura aplicando una carga a una probeta que presenta 3 fisuras por indentación.

Cuando el material se rompe lo hace a partir de las grietas producidas por una de las indentaciones, las otras dos tienen el tamaño crítico de grieta, lo que se aprovecha para calcular K_{IC} (Coronel, 1997).

Las fisuras superficiales pueden ser introducidas por un indentador Vickers.

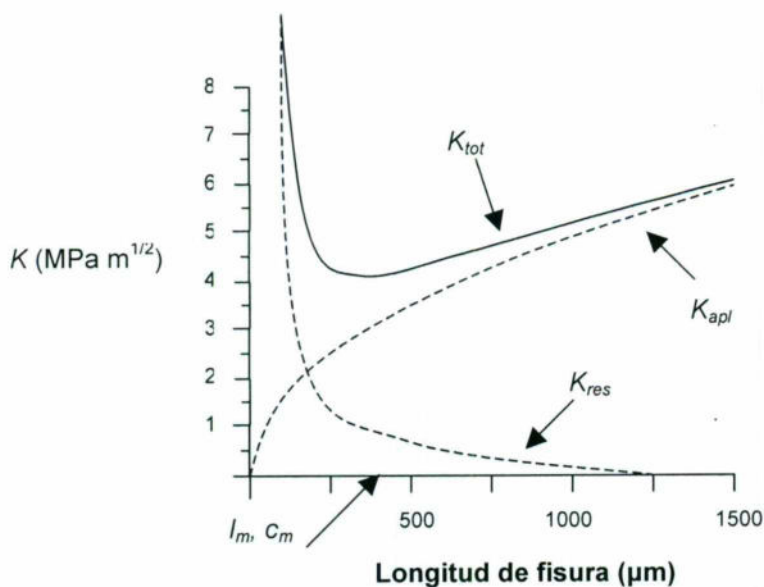


Figura 3. Evolución de K_{tot} para una fisura semielíptica en función de la longitud de la fisura (Juy, 2004).

II.2.4. Cálculo de Tenacidad a la fractura por el Método IBS

El valor del factor de intensidad de tensiones, K_{tot} , es la suma de dos términos, uno debido a las tensiones residuales de indentación, K_{res} , y otro correspondiente a la carga aplicada por el ensayo, K_{apl} (Juy, 2004).

$$K_{tot} = K_{apl} + \Delta K_{res} \quad (7)$$

$$K_{apl} = Y \sigma_{apl} \sqrt{C} \quad (8)$$

donde σ_{apl} es la tensión aplicada, C es la longitud de la fisura; e Y es un parámetro adimensional que depende de la geometría de la fisura, y se calcula teniendo en cuenta la relación entre la profundidad y la longitud de la fisura (Juy, 2004).

II.3. Formación de Fisuras

La morfología y las dimensiones de las fisuras dependen de la propia tenacidad del material y de la carga aplicada. Para materiales con baja tenacidad las fisuras que se forman están conectadas por debajo de la huella de indentación y tienen un perfil semi-elíptico (Figura 3a). Para las muestras con tenacidad relativamente alta se forma un sistema de fisuras de poca profundidad que no están conectadas, denominadas tipo Palmqvist (Figura 3b) (Juy, 2004).

Las grietas son estables y crecen al hacerlo la carga. Para cada tipo de grieta existen varias correlaciones propuestas. La más habitual para las grietas semielípticas es la ecuación 4 y para las grietas tipo Palmqvist:

$$K_{IC} = B \sqrt{\frac{H(P - P_c)}{4a}} \quad (6)$$

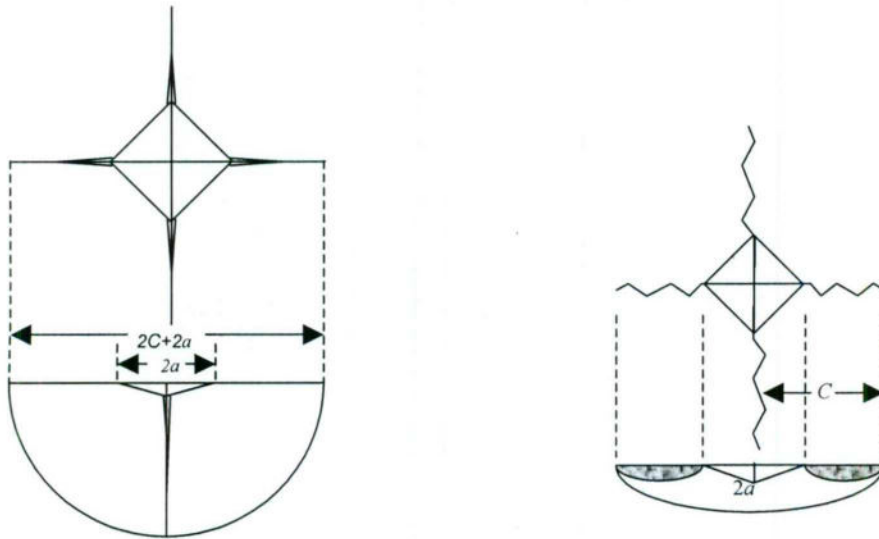


Figura 4. a) Esquema de una fisura semielíptica. b) Esquema de la fisura tipo Palmqvist (Sánchez, 2001).

Para materiales cerámicos y compuestos, las fisuras que se obtienen son de forma semielíptica, y para Cerments las fisuras son tipo Palmqvist (Sánchez, 2001).

II.3.1. Fisuras Semielípticas

Las fisuras se inician en el proceso de carga y adquieren su configuración final en la descarga bajo la acción de las tensiones residuales. Las grietas semielípticas

comienzan por el fondo de la zona plástica durante el ciclo de carga y crecen en la descarga hasta la superficie, dejando una grieta semielíptica en la descarga completa (Juy, 2004).

III.2. Alúmina

II.4.1. Características

La alúmina es un material cerámico muy versátil, sus propiedades la hacen especialmente apta para aplicaciones en donde la temperatura es un factor crítico, además de su relativa facilidad para adaptarse a diversos trabajos y usos.

Se emplea extensamente como materia prima en las mezclas cerámicas y también en estado puro (Flinn y Trojan, 1989).

Presenta elevada dureza, resistencia a la abrasión, elevada resistividad eléctrica, biocompatibilidad. Aplicaciones mecánicas, eléctricas – electrónicas, biomédicas (Sánchez, 2001).

II.4.2. Estructura Cristalina

α - Al_2O_3 (corindón) es el más estable. Estructura hexagonal compacta. Estable a elevadas temperaturas. Resistencia a los ácidos.

γ - Al_2O_3 : Hexagonal. Distinga disposición de Al^{+3} . Absorbe agua, se disuelve en medio ácido.

β - Al_2O_3 : es en realidad $\text{NaO} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$. Enlace iónico. (Sánchez, 2001).

II.4.3. Propiedades Mecánicas (Flinn y Trojan, 1989)

Cuadro 3.- Propiedades mecánicas de la Alúmina (Flinn y Trojan, 1989).

PROPIEDADES MECÁNICAS	
Densidad (g/m^3)	3.98
Resistencia a la Tensión (MPa)	206.84
Resistencia a la Flexión (MPa)	551.58
Resistencia a la Compresión ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	3 - 4
Módulo de Young (MPa)	3.86×10^5
Tenacidad a la Fractura ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	5.49

II.4.4. Aplicaciones

La alúmina se utiliza para contener metal fundido o para operar a alta temperatura, donde se requiera buena resistencia. También se utiliza la alúmina como sustrato aislante para soporte de circuitos integrados. Una aplicación clásica es el aislante de las bujías. Igualmente se han descubierto algunas aplicaciones únicas en uso dental y médico, incluyendo restauración de dientes, relleno de huesos e implantes ortopédicos. (Flinn y Trojan, 1989).

I. OBJETIVOS

III.1. Objetivo General

Comparar métodos para determinar la Tenacidad a la Fractura.

III.2. Objetivo Específico

Comparar el método IF con el método IBS en la determinación de la tenacidad a la Fractura.

IV. BIBLIOGRAFÍA

Coronel Hernández José de Jesús. 1997. Efecto de la adición de Nb y ZrO₂ sobre las propiedades mecánicas de Al₂O₃. México, DF. Instituto Politécnico Nacional.

Tesis para obtener el título de Maestría en Ciencias con Especialidad en Ingeniería Metalúrgica. 19-26.

Flinn Richard y Trojan Paul. 1989. Materiales de ingeniería y sus aplicaciones. Bogotá, Colombia. McGraw-Hill. 3ª Edición. 324 – 326.

Gualito Cruz José Antonio. 2006. Determinación de propiedades mecánicas de un material cerámico. Querétaro, Querétaro. Universidad Autónoma de Querétaro. Trabajo Teórico Práctico.

Juy Aguirre Alberto. 2004. Influencia de las tensiones residuales de mecanizado en las propiedades mecánicas de Y-TZP. Barcelona. UPC. Tesis doctoral. 22-35.
www.tdx.cesca.es

Martín Meizoso Antonio y Martínez Esnaloa José Manuel. 2005. Métodos de Ensayo basados en correlaciones. Capítulo 6. www.tecnun.es

Meza Juan Manuel, Chaves César A. y Vélez Juan Manuel. 2005. Técnicas de Indentación: Medición de propiedades mecánicas en cerámicas. Medellín, Colombia. Universidad Nacional de Colombia y Universidad Pontificia Bolivariana. Artículo No.149 . <http://dyna.unalmed.edu.co>

Sánchez Moreno José Manuel. 2001. Cerámica de los metales. México. Capítulo 3. Editorial Reverté, S. A. 107-120.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“COMPARACIÓN DE MÉTODOS PARA DETERMINAR LA
TENACIDAD A LA FRACTURA”**

TESINA PRÁCTICA

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA

ERIKA CRISTINO TREJO

DIRIGIDA POR

Dr. JOSÉ DE JESÚS CORONEL HERNÁNDEZ

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO, 2008.

I. INTRODUCCIÓN

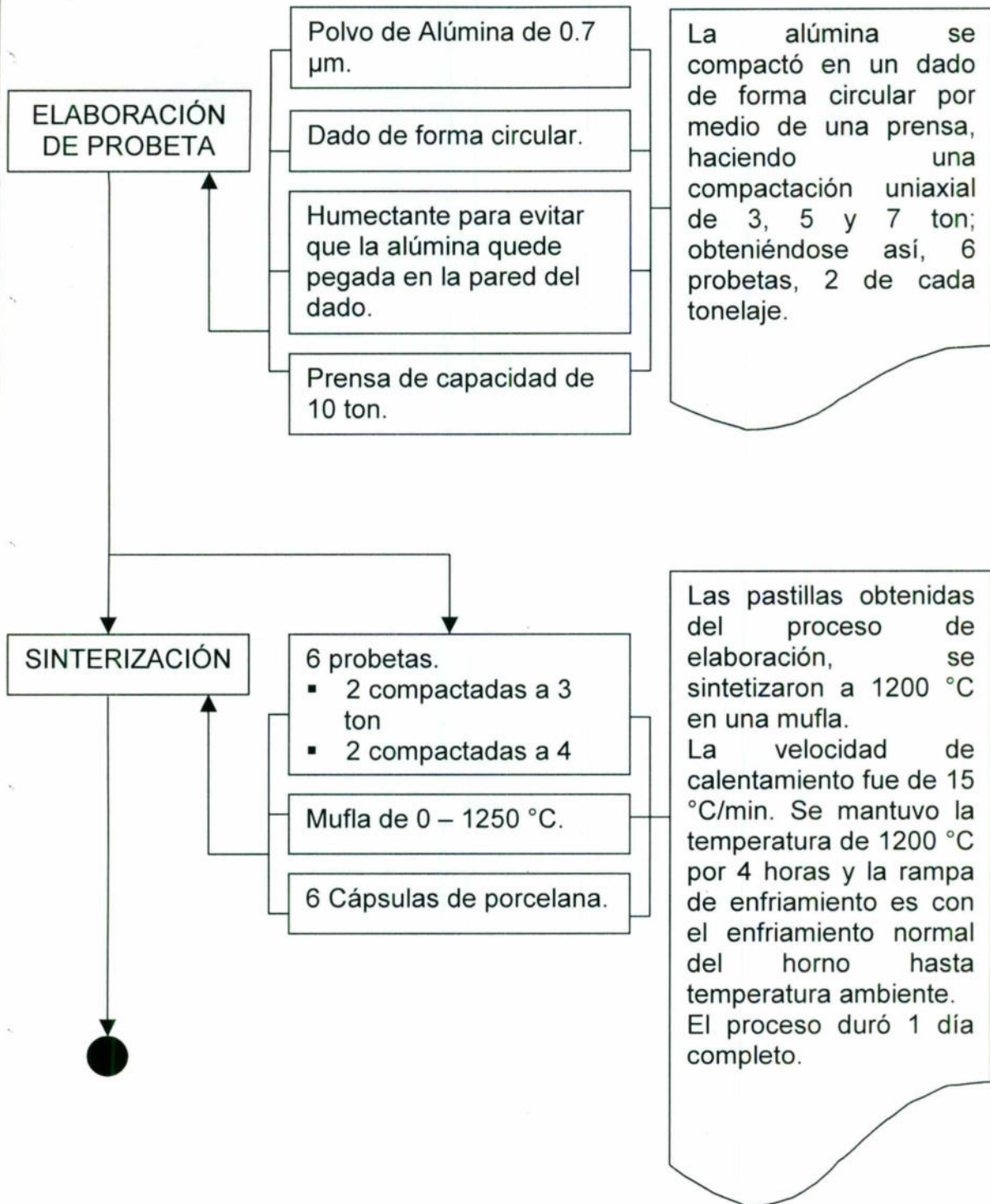
Los materiales cerámicos son utilizados en campos muy diversos, como en construcción, mecánica, microelectrónica y en recubrimientos para la protección de superficies.

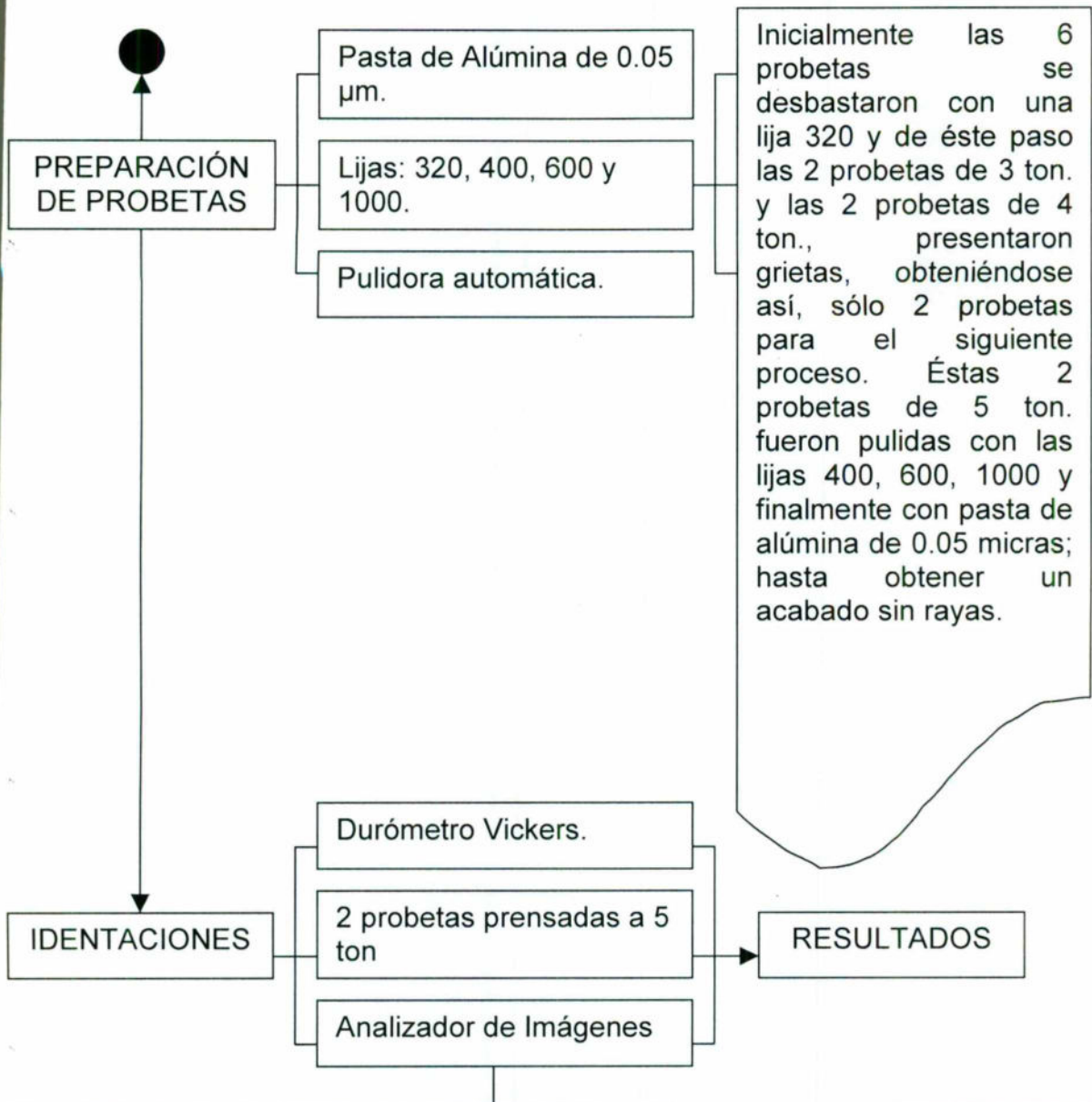
Independientemente de su composición y estructura, los cerámicos son frágiles, pero muchos de ellos presentan propiedades de gran interés en diversas aplicaciones de ingeniería, en especial por su alta dureza, resistencia a la termofluencia (creep) y rigidez. Sin embargo su alta fragilidad ha limitado su uso. Una de las propiedades que los caracteriza es la tenacidad a la fractura (K_{IC}). Los métodos de medición de tenacidad a la fractura no están normalizados, pero existen algunos que permiten su determinación, aunque se presentan diferencias en los resultados.

En éste trabajo se analizarán algunos de los métodos para determinar la tenacidad a la fractura en cerámicos, que se basan en fisuras superficiales, comparando el método tradicional de indentación, que permite determinar la tenacidad directamente a partir de la longitud de las fisuras obtenida por la indentación (IF), el método IF requiere del conocimiento del valor de la dureza del material; con el método modificado que consiste en emplear tres indentaciones en lugar de una (IBS). Para realizar éstas pruebas se fabricarán probetas de Alúmina (Al_2O_3), material cerámico común.

II. ANTECEDENTES

IV.1. Diagrama de Flujo.





Se calibró el durómetro para poder usarlo.

Las 2 probetas fueron colocadas y alineadas en el durómetro, se les aplicó una carga de 2 Kg. A una probeta se le hizo una indentación y a la otra probeta se le hicieron 3 indentaciones igualmente espaciadas.

Se identificaron, se les tomó una micrografía a cada huella para ver el tamaño y forma de las grietas. Por medio del analizador de imágenes se midieron las huellas y el tamaño de las grietas de cada probeta, se identificaron.

Finalmente se calcularon resultados.

III. OBJETIVOS

III.1. Objetivo General

Comparar métodos para determinar la Tenacidad a la Fractura.

III.2. Objetivo Específico

Comparar el método IF con el método IBS en la determinación de la tenacidad a la Fractura.

IV. METODOLOGÍA

IV.1. Composición de la Probeta.

Se utilizó alúmina comercial.

IV.2. Fabricación de Probetas

Las probetas se fabricaron utilizando un dado en forma circular, haciendo una compactación uniaxial. Obteniéndose la forma de la figura 5.

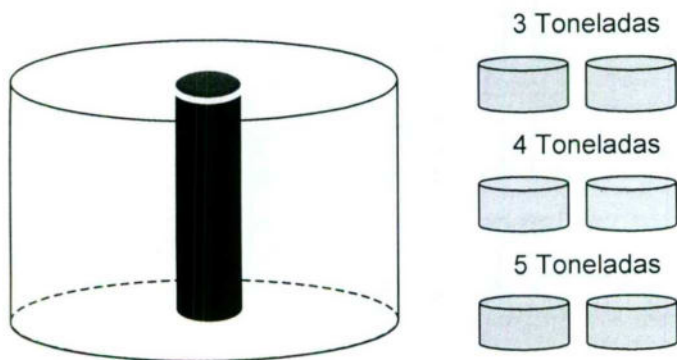


Figura 5. Prensado en forma de pastilla (Gualito, 2006).

El reactivo de partida usado fue: Alúmina (Al_2O_3) de $0.7\mu\text{m}$.

La velocidad de calentamiento fue de $15\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$. El tiempo y temperatura de sinterizado fueron:

- Sinterizado de 4h a $1200\text{ }^\circ\text{C}$.
- Enfriamiento normal del horno hasta temperatura ambiente.

La presión aplicada en el prensado de reactivos fue de 3, 4 y 5 Ton, las muestras obtenidas así fueron discos planos paralelos de 1.3 cm de diámetro y un espesor de .5 cm.



Figura 6. Probetas en forma de pastilla de 1.3 cm de diámetro y espesor de .5 cm.

IV.3. Preparación de Probetas

Las muestras se pulieron 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 400, 600 y 1000, luego se pasaron a un pulido con pasta de alúmina de 0.05 micras.

Antes se desbastaron con una lija 320.

IV.4. Medición de Dureza y Tenacidad a la Fractura.

La medición de dureza se hizo en un durómetro Vickers aplicándose una carga de 2 kg. Obteniéndose para el método IF 1 probeta (5 Ton) con una indentación; y para el método IBS, 1 probeta (5 Ton) con 3 indentaciones.

Para el método IF los valores de las diagonales de la 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 100X.

Para el método IBS, se les aplicó una carga de 5 kg.

Cuadro 4.- Carga aplicada a cada probeta.

Probeta	Carga Aplicada
3 Ton	No se aplicó carga, debido a que se fracturaron las probetas.
4 Ton	No se aplicó carga, debido a que se fracturaron las probetas.
5 Ton	5 kg.

IV. RESULTADOS

IV.1. Cálculo de la Tenacidad por el método IF.

Los valores de las diagonales y longitudes de las grietas se muestran en la tabla 5 y 6. En la tabla 6 se muestran los valores de las longitudes promedio y los valores calculados para K_{IC} y dureza según las ecuaciones 4 y 5.

Cuadro 5. Valores de las longitudes de las grietas y diagonales obtenidas en Al_2O_3 por indentación Vickers.

	C_1 (μm)	C_2 (μm)	C_3 (μm)	C_4 (μm)	a_1 (μm)	a_2 (μm)	C (μm)	a (μm)
Probeta IF	23,066	23,115	17,055	17,142	149,987	122,3518	20,0945	136,1694

Cuadro 6. Valores de las longitudes promedio y los valores de K_{IC} y dureza.

Probeta IF	Valor
Longitud a [μm]	136,1694
Longitud C [μm]	20,0945
Dureza Vickers [GPa]	0,054
Carga P [Kg]	2
K_{IC} [$MPam^{0.5}$]	1,67

La figura 6 muestra la indentación típica obtenida en el material fabricado.

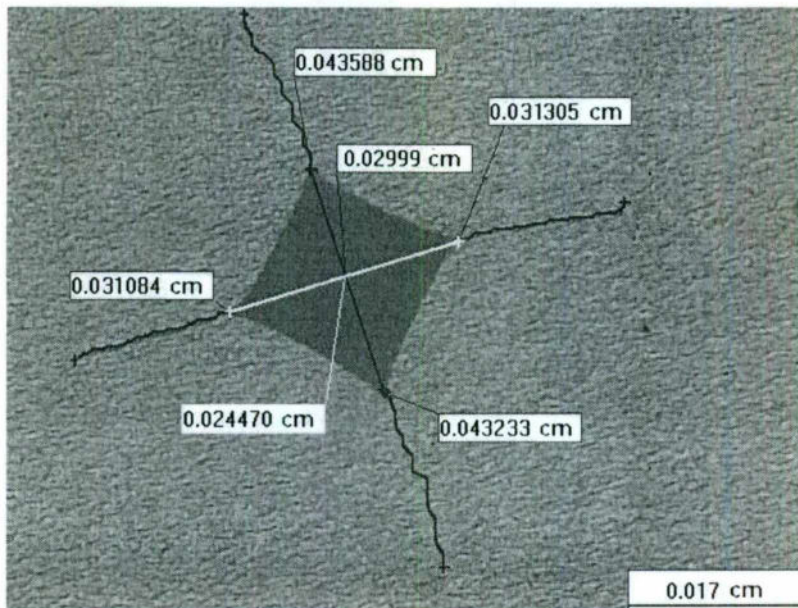


Figura 7. Micrografía de las indentaciones Vickers típica (5 ton) en Al_2O_3 , en donde se realizó la medición del tamaño de la huella y de las grietas.

IV.2. Cálculo de Tenacidad a la Fractura por el método IBS.

Los valores de las diagonales y longitudes de las grietas se muestran en la tabla 7.

En la tabla 8 se muestran los valores de las longitudes promedio y los valores calculados para K_{IC} y dureza según las ecuaciones 7 y 8, para cada método.

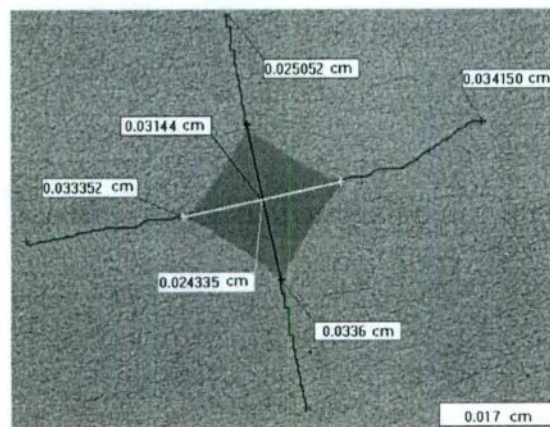
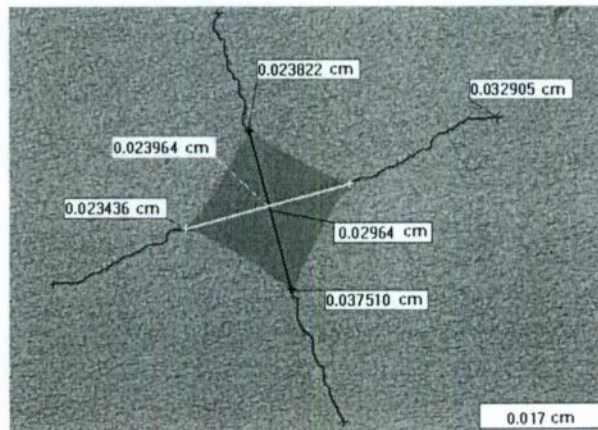
Cuadro 7. Valores de las longitudes de las grietas y diagonales obtenidas en Al_2O_3 por indentación Vickers.

Probeta IBS	C_1 (μm)	C_2 (μm)	C_3 (μm)	C_4 (μm)	a_1 (μm)	a_2 (μm)	C (μm)	a (μm)
Identación 1	15,214	20,603	17,6725	13,9445	148,209	119,8245	16,8585	134,01675
Identación 2	16,053	20,59	17,9215	18,2355	157,226	121,6787	18,2	139,45235
Identación 3	15,109	19,381	17,043	14,641	157,988	118,9228	16,5435	138,4554

Cuadro 8.- Valores de las longitudes promedio y los valores de $K_{IC(res)}$ y dureza.

Probeta IF	Valor
Longitud a [μm]	137,3082
Longitud C [μm]	17,2007
Dureza Vickers [GPa]	0,053
Carga P [Kg]	2
$K_{IC(res)}$ [$\text{MPam}^{0,5}$]	2,11

La figuras 7 muestra la indentación típica obtenida en el material fabricado.



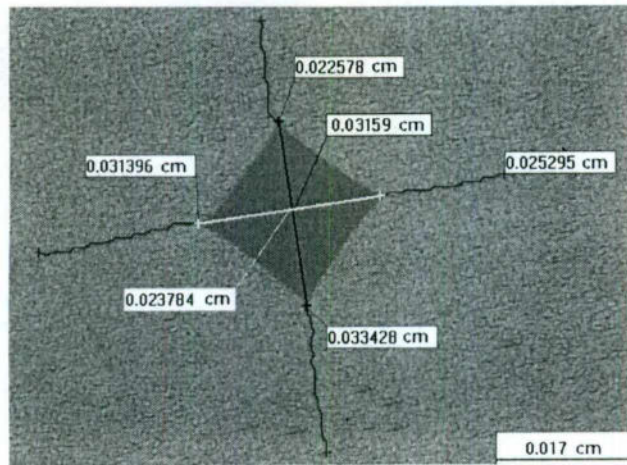


Figura 8. Micrografías de las indentaciones Vickers típica (5 ton) en Al_2O_3 .

V. OBSERVACIONES

- Las probetas que fueron prensadas a 3 y 4 toneladas sufrieron agrietamiento desde el pulido.
- Las mediciones presentadas sólo son de las probetas de 3 toneladas. Esto significa que sólo se analizaron dos probetas.
- El tamaño de las probetas fue limitado, debido a la forma del dado.
- El valor de $K_{IC\ apl}$ no se pudo obtener debido a que la probeta se rompió en capas y no se observaron las grietas.

VI. DISCUSIÓN

- Las huellas obtenidas en las probetas de 3 y 4 ton, difícilmente son aptas para medir K_{IC} , debido al descascaramiento que se produjo en las probetas.
- La carga aplicada para obtener la indentación en ambas probetas (2 kg) para los dos métodos fue el mismo, sin embargo, puede intentarse realizar cargas superiores para obtener grietas bien definidas y así a parte de comparar éstos dos métodos (IF e IBS), se puede comparar el tamaño de las grietas en base a la carga aplicada y también podría observarse en el microscopio la evolución del agrietamiento producido a diferentes cargas.
- También puede probarse con un dado de forma rectangular, para así, también poder comparar el método IF e IBS con el método de flexión, y así obtener un mejor rango de comparación entre los métodos para determinar la tenacidad a la fractura.
- 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. Sin embargo los resultados aquí obtenidos están de acuerdo con lo esperado debido a que una dureza mayor significa una tenacidad a la fractura menor.
- Según los autores de las ecuaciones 4 y 5 utilizadas para la evaluación de K_{IC} (Meza y col., 2005), se espera que estas produzcan como máximo un 30% de error comparado con los valores obtenidos por métodos convencionales, sin

embargo los resultados obtenidos sólo se pueden considerar como una estimación de esta propiedad debido a que los métodos presentan varios problemas en su modelamiento.

- Finalmente es importante decir que con baja porosidad en un material, se pueden obtener mejores resultados de tenacidad y éstos resultados serán más confiables.
- Las diferencias en los resultados de ambos métodos no es muy grande, tomando en cuenta sólo la cantidad de indentaciones y las pocas probetas probadas, sin embargo se tiene la misma tendencia.

VII. CONCLUSIONES

Las muestras de Al_2O_3 fabricadas para ésta tesina a 5 toneladas muestran grandes problemas de porosidad y por lo tanto no se pueden obtener resultados confiables de tenacidad a la fractura. Es necesario fabricar muestras con un sistema de prensado mayor a 5 Toneladas. También es necesario que las probetas tengan una forma prismática para su mejor manejo.

Las propiedades mecánicas obtenidas en los dos métodos es diferente debido a las características de cada método y a las dificultades que se tuvieron. Para la técnica de indentación directa (IF) la tenacidad a la fractura para la probeta prensada a 5 toneladas es de $1.67 \text{ MPam}^{0.5}$, este valor difiere del método de indirecto (IBS), el cual es: $2.11 \text{ MPam}^{0.5}$ (para 5 ton); pero los dos están dentro del límite de predicción de las ecuaciones 4 y 8, por lo tanto, éstos dos métodos no difieren mucho, por que entre ellos hay un 21 % de error y éste es menor a 30%. Esto es sin tomar en cuenta el valor de $K_{IC \text{ apl}}$.

Los principales requisitos que deben cumplir las probetas para ambos métodos son.

- Porosidad fina y bien distribuida.
- Buen acabado superficial y paralelismo de las superficies.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- Coronel** Hernández José de Jesús. **1997**. Efecto de la adición de Nb y ZrO₂ sobre las propiedades mecánicas de Al₂O₃. México, DF. Instituto Politécnico Nacional. Tesis para obtener el título de Maestría en Ciencias con Especialidad en Ingeniería Metalúrgica. 19-26.
- Flinn** Richard y **Trojan** Paul. **1989**. Materiales de ingeniería y sus aplicaciones. Bogotá, Colombia. McGraw-Hill. 3ª Edición. 324 – 326.
- Gualito** Cruz José Antonio. **2006**. Determinación de propiedades mecánicas de un material cerámico. Querétaro, Querétaro. Universidad Autónoma de Querétaro. Trabajo Teórico Práctico.
- Juy** Aguirre Alberto. **2004**. Influencia de las tensiones residuales de mecanizado en las propiedades mecánicas de Y-TZP. Barcelona. UPC. Tesis doctoral. 22-35. www.tdx.cesca.es
- Martín** Meizoso Antonio y **Martínez** Esnaloa José Manuel. **2005**. Métodos de Ensayo basados en correlaciones. Capítulo 6. www.tecnun.es
- Meza** Juan Manuel, **Chaves** César A. y **Vélez** Juan Manuel. **2005**. Técnicas de Indentación: Medición de propiedades mecánicas en cerámicas. Medellín, Colombia. Universidad Nacional de Colombia y Universidad Pontificia Bolivariana. Artículo No.149 . <http://dyna.unalmed.edu.co>
- Sánchez** Moreno José Manuel. **2001**. Cerámica de los metales. México. Capítulo 3. Editorial Reverté, S. A. 107-120.