Estudio y simulación por elementos finitos del comportamiento de discos cerámicos

Índice

1. Resumen 3
2. Objetivos y motivación 5
3. Antecedentes y Alcance 6
4. Síntesis 7
5. Distribución de trabajos en el tiempo 9
6. Introducción 10
6. 1 Los Materiales Cerámicos 10
6.1.1 Los Materiales Cerámicos Tecnológicos 15
6.1.2 Caracterización mecánica de los materiales cerámicos tecnológicos 18
6.2. Los elementos finitos como herramienta de análisis en mecánica 20
6.2.1 Análisis mediante elementos finitos 21
6.2.2 Errores más habituales en los análisis por elementos finitos 26
6.2.3 Tipos de elementos finitos 27
7. Estudio Experimental 30
7.1 Material de estudio: Circona Y-TZP. Propiedades y Caracterización 30
7.1.1 Preparación de las muestras 36
7.2 Descripción del procedimiento 41
7.3 Resultados experimentales de la validación de las mordazas 47
8. Estudio por elementos finitos 49
8.1 Descripción del procedimiento 49
8.2 Resultados de la simulación 53
9. Comparación de resultados y conclusiones 55
10. Aspectos Medioambientales 58
11. Bibliografía 59

1. Resumen

La caracterización mecánica de los materiales requiere de la realización de ensayos mecánicos, generalmente con protocolos establecidos y normalizados, a fin de determinar los parámetros que permitan la valoración de su idoneidad para las aplicaciones en servicio en que puedan ser utilizados.

Estos ensayos, generalmente destructivos, requieren de la utilización de probetas (muestras de material con formas y tamaños establecidos en las normas), de máquinas de ensayos (más o menos complejas, pero que siempre requieren de personal técnico, de calibraciones y de consumos de energía, tanto mayores cuanto más elevada sea su potencia) y de software específico que "traduzca" los impulsos recogidos por la máquina en función de la respuesta del material (deformación, fisuración, ruptura, energía absorbida, etc.).

En función de las características del material, se requiere uno u otro tipo de ensayo normalizado. En el caso de los materiales cerámicos, atendiendo a su naturaleza frágil, suelen realizarse ensayos de flexión (por 3 ó 4 puntos) que permiten evaluar la resistencia y la tenacidad bajo la acción de distintos estados de tensión.

En las últimas décadas, los avances en software y hardware y la disminución de costes de los equipos informáticos, han favorecido la implementación de procesos de simulación que, en ocasiones, permiten realizar estimaciones aceptables de comportamiento de materiales, evitando la realización de numerosos ensayos y con el consecuente ahorro de material, equipos y consumo de recursos.

Este es el punto de partida de este TFC, en el que se ha estudiado, experimental y mediante el método de los elementos finitos, la resistencia mecánica de discos delgados de un material cerámico de nueva generación (Y-TZP), sometidos a ensayos de flexión por 3 puntos.

Para el estudio experimental en laboratorio, se ha diseñado y fabricado un sistema nuevo de sujeción de las probetas para realizar los ensayos de flexión y se han comparado los resultados proporcionados por el ensayo real con los del ensayo simulado mediante elementos finitos, a fin de determinar la bondad de la técnica virtual.

En referencia a la validación de la mordaza diseñada, los resultados experimentales obtenidos utilizando el nuevo útil de ensayo, confirman su validez para la realización de ensayos de flexión biaxial, comparando los resultados del ensayo actual con los obtenidos en estudios previos con muestras similares y con un útil validado pero, a diferencia del nuevo, no diseñado para poder ser utilizado con muestras o componentes diferentes y así flexibilizar su uso.

Por otro lado, los resultados obtenidos mediante la técnica virtual de los elementos finitos demuestran que, si bien los valores numéricos obtenidos mediante el ensayo virtual no han coincidido exactamente con aquellos obtenidos en laboratorio, el resultado se puede considerar lo bastante bueno como para establecer una primera aproximación para caracterizar mecánicamente el material de ensayo mediante el uso de los elementos finitos y reducir drásticamente los costes y el tiempo de preparación de muestras para ensayos reales.

2. Objetivos y motivación

Este trabajo surge a raíz de una necesidad del CIEFMA (*Centre d'Integritat Estructural y Fiabilitat dels Materials*), que es un centro de investigación de la *Xarxa IT* y que pertenece al Departamento de CMEM de la *Universitat Politècnica de Catalunya*. Este centro se propone evaluar si el uso de los elementos finitos para la realización de los estudios puede ser adaptado a su método de trabajo ya que, atendiendo a una estrecha relación del Centro con la Industria, los equipos de análisis del laboratorio se suelen utilizar e inmovilizar durante largos periodos para la realización de ensayos de carácter industrial, impidiendo su uso para otras tareas puras de investigación.

Por otro lado, los análisis que se están llevando a cabo actualmente se realizan con un instrumental que condiciona en gran medida las dimensiones del material a ensayar por lo que se decide también diseñar y fabricar un utillaje de ensayo nuevo y modular que permita de un modo rápido y preciso cambiar algunos componentes y permitir así utilizar muestras de distintos tamaños y grosores, es decir, flexibilizar los ensayos y no tener que ajustarse siempre a unas muestras de ensayo de dimensiones fijas que no siempre son sencillas de obtener y cuyas dimensiones pueden variar según el proveedor, el método de preparación o la normativa a aplicar.

Por las razones antes expuestas, surgió la idea de realizar el presente proyecto, pudiendo ser el punto de partida a la creación futura de un laboratorio completo de ensayos virtual mediante el desarrollo de estudios similares a otros tipos de ensayos que actualmente se realizan siempre en modo destructivo.

Concretando, podríamos enumerar como principales objetivos de este proyecto los siguientes:

- Diseñar y fabricar un útil de ensayo nuevo, versátil y válido para realizar ensayos de fractura biaxial.
- Realizar, en paralelo, una simulación de los mismos ensayos mediante el uso de los elementos finitos.
- Comparando los dos anteriores, validar el uso de los elementos finitos para realizar previsiones sin tener que invertir esfuerzos mucho más costos mediante ensayos destructivos.

3. Antecedentes y Alcance

Actualmente existe un mercado emergente de nuevos materiales, con nuevas composiciones y propiedades mejoradas, para dar respuesta a las cada vez más exigentes y variadas necesidades del entorno tecnológico-industrial.

La incorporación de nuevos materiales requiere que se realicen constantes ejercicios de caracterización mecánica y microestructural para así poder parametrizar su estabilidad y fiabilidad en servicio lo que conlleva invertir mucho tiempo, ya no tanto en la realización de los ensayos como en la preparación de las muestras ya que estas deben prepararse según unos protocolos establecidos, cortarse, pulirse, etc.

Actualmente, la recepción de diferentes muestras con dimensiones diferentes debido al proceso manual de obtención de las mismas, especialmente en lo que se refiere a diámetros y espesores, supone el uso de útiles diferentes que puedan utilizar las muestras condicionando en gran medida el proceso de caracterización de éstas en laboratorio ya que deben realizarse configuraciones de ensayo (*setup*) con cada uno de los útiles.

Por otro lado, la experiencia previa en el campo de los elementos finitos, avala esta metodología para hacer previsiones y/o valoraciones por lo que se pretende aplicar este nuevo método de análisis en el laboratorio del CIEFMA y poder validar su uso en él ya que mediante la simulación por elementos finitos se puede llegar a reducir el número de ensayos físicos o reales al poderse caracterizar los materiales de un modo mucho más rápido sin tener que preparar ensayos costosos.

El alcance de este trabajo contempla:

- El diseño de unas mordazas físicas que permitan ensayar muestras con diferentes diámetros y espesores mediante un ajuste mínimo del sistema.
- La fabricación de esas mordazas y comprobación de su correcto funcionamiento.
- El diseño de un protocolo de simulación, por elementos finitos, que reproduzca las condiciones del ensayo real en un entorno virtual.
- La comparativa entre las dos metodologías descritas en los puntos anteriores para poder establecer la bondad de ambas.

4. Síntesis

El uso de los materiales cerámicos tecnológicos es cada día más frecuente gracias a las buenas propiedades de éstos bajo ciertas condiciones. El oxido de zirconio o circona es uno de los materiales que actualmente tiene un uso más elevado gracias a las propiedades que presenta como pueden ser su dureza elevada, alta tenacidad, bajo coeficiente de fricción, baja conductividad térmica y módulo de elasticidad similar al del acero.

Hay varios tipos de circonas, dependiendo del los componentes (óxidos) que se le añadan para estabilizar su estructura y es la circona Y-TZP, estabilizada con Ytria, la que es objeto de nuestro estudio.

Su uso más amplio lo encontramos en la fabricación de componentes electrocerámicos y también como biomaterial para aplicaciones ortopédicas como pueden ser las prótesis de caderas.

A fin de garantizar una calidad constante en el desarrollo de nuevas composiciones o detectar modificaciones en el ciclo de producción, es necesario realizar ensayos destructivos que permitan caracterizar al material.

Estos ensayos, atendiendo a las particularidades de los materiales cerámicos, sobre todo su fragilidad, consisten habitualmente en ensayos de flexión o de rotura a flexión por tres puntos y suelen ser miniaturizados, es decir, se emplean muestras pequeñas en tamaño y sencillas en forma ya que los materiales son muy costosos.

Actualmente estos ensayos se realizan en laboratorio siguiendo unos protocolos más o menos estandarizados siendo laboriosos de realizar debido, sobre todo, al tiempo que se emplea en la preparación de las muestras.

Los dispositivos utilizados hasta el momento condicionan en gran medida estos ensayos ya que las probetas a utilizar deben tener unas propiedades geométricas y unas calidades superficiales muy estrictas para no desvirtuar los resultados en los ensayos por tensiones acumuladas en imperfecciones en las probetas. El ensayo que se suele utilizar es el denominado *Ball on three balls*, donde una la cara inferior de una probeta con forma de disco fino circular se posiciona sobre tres esferas que se encuentran en contacto entre sí y una cuarta esfera, llamada de carga, aplica una fuerza constante sobre la cara superior del disco hasta que éste rompe.

En este proyecto se ha diseñado y fabricado un nuevo útil que elimina esas restricciones y se han realizado ensayos destructivos en laboratorio que han permitido validar el diseño.

Por otro lado, se ha desarrollado y aplicado un protocolo de ensayo virtual de rotura a flexión mediante el uso de los elementos finitos. Se ha medido el valor de fractura a flexión y se ha analizado la distribución de tensiones para la tensión biaxial.

Posteriormente se han comparado los resultados obtenidos en los ensayos de laboratorio con aquellos obtenidos en el ensayo virtual.

Los resultados demuestran que el uso de los elementos finitos permite simular el comportamiento del material frágil en las condiciones de ensayo y es viable para poder determinar el comportamiento a flexión de discos finos cerámicos. Su implantación permite un gran ahorro en tiempo y recursos permitiendo simular condiciones y geometrías más complejas y evitando realizar gran cantidad de ensayos.

5. Distribución de trabajos en el tiempo

En un primer estadio, la distribución de tareas en el tiempo ha estado supeditada a aspectos relacionados con la preparación de las muestras, diseño del útil y la disponibilidad de los equipos de ensayo.

Una vez iniciados los trabajos relacionados con la simulación, se han ido solapando y distribuyendo tareas para dar viabilidad a las alternativas que se han ido proponiendo en cuanto a dimensiones de componentes o condiciones de ensayo.

Tabla 5.1 Gantt primera etapa. Septiembre 2008 – Noviembre 2008.

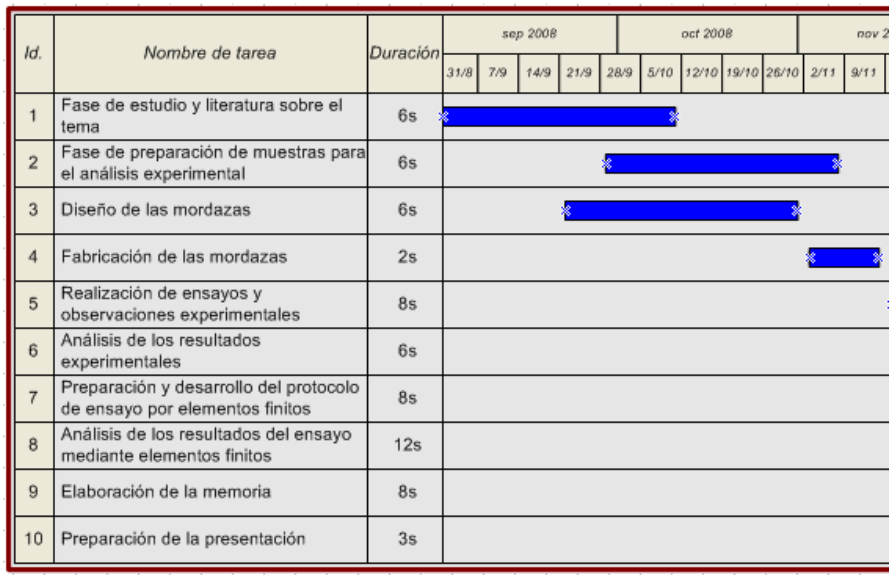
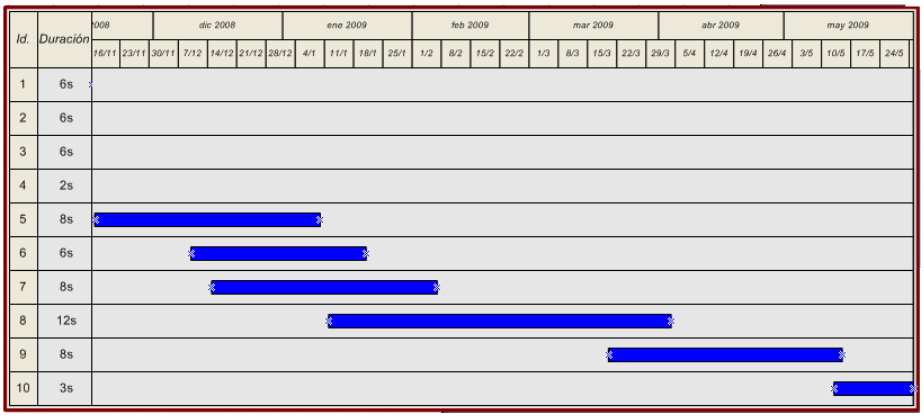


Tabla 5.2 Gantt segunda etapa. Noviembre 2008 - Mayo 2009.



6. Introducción

6. 1 Los Materiales Cerámicos

Un material cerámico se define como un material que no es ni orgánico ni metálico, dándose un enlace covalente entre átomos.

Presentan propiedades excelentes. Sobre todo alta dureza, alta temperatura de fusión, inercia química y bajo conductividad de calor y electricidad. Sin embargo, tiene un propiedad no deseada; la fragilidad. La fragilidad es la tendencia a la iniciación y a la propagación de grietas en el material cerámico, algo muy importante para evaluar y caracterizar un material cerámico.

Como se ha comentado, los materiales cerámicos son materiales inorgánicos y no metálicos, constituidos tanto por elementos metálicos como por no metálicos, en proporciones muy diversas pero siempre con mayor cantidad de no metálicos. Las uniones entre átomos pueden ser iónicas o covalentes, pudiendo presentar tanto estructuras cristalinas (carburos, nitruros, óxidos) como no cristalinas (sílice y derivados). Las composiciones químicas de los materiales cerámicos varían considerablemente, desde compuestos sencillos a mezclas en que coexisten numerosas y complejas fases, y sus valores de densidad, salvo raras excepciones, son muy inferiores a los correspondientes a las aleaciones metálicas.

De su enlace se derivan algunas de sus principales características, como su estabilidad química, su capacidad de actuar de barrera térmica y eléctrica o la de poseer puntos de fusión muy elevados generalmente. También es consecuencia del tipo de enlace el conjunto de propiedades mecánicas, como su elevada rigidez, su elevado límite elástico y su prácticamente nula ductilidad.

Las propiedades de los materiales cerámicos se hallan también muy ligadas a la composición química, denotándose variaciones notables con modificaciones mínimas en los porcentajes de los elementos constituyentes.

El conjunto de propiedades que poseen los materiales cerámicos, especialmente su dureza y su fragilidad, limitan en gran manera sus aplicaciones y también los procesos de conformado, si bien pueden ser procesados de tal forma que su resistencia mecánica sea lo más elevada posible. Cabe destacar que una propiedad característica de numerosos materiales cerámicos, que se halla

íntimamente ligada a la dureza, es su gran resistencia al desgaste. También se merece una mención especial la gran estabilidad química que presentan a temperaturas elevadas, lo cual los convierte en materiales ideales para la elaboración de refractarios.

Los coeficientes de expansión térmica de los materiales cerámicos son muy inferiores a los que presentan las aleaciones metálicas, de manera que la más pequeña dilatación, combinada con la gran rigidez que poseen, induce la presencia de tensiones muy elevadas en el material, que pueden derivar en la formación de fisuras e, incluso, en la rotura del componente. La existencia de un gradiente de temperaturas entre dos puntos deviene especialmente importante si el coeficiente de dilatación térmica es elevado, ya que puede inducir la rotura catastrófica de componentes cerámicos por choque térmico.

Los materiales cerámicos pueden clasificarse en tres grandes grupos, que se indican a continuación:

- Los cerámicos tradicionales, que engloban mayoritariamente aquellos materiales derivados de la arcilla (porcelana, material de construcción) y los que pueden obtenerse a partir de productos naturales (óxidos, sulfuros, etc.). Las aplicaciones son muy diversas y, en general, son los más económicos de todos, si bien su comportamiento bajo la acción de cargas aplicadas es moderado. Pueden tener composiciones muy variadas y, en numerosas ocasiones, muy complejas. Poseen mayoritariamente estructuras cristalinas.

- Los cerámicos de uso específico en ingeniería o nuevos cerámicos son el fruto del desarrollo tecnológico de los materiales cerámicos y pueden destinarse a aplicaciones en el ámbito de la electrónica, de la informática, de la industria aeroespacial, etc. Se caracterizan por presentar composiciones químicas generalmente simples y las propiedades mecánicas que poseen son muy superiores a las de los cerámicos tradicionales. La gran mayoría poseen estructura cristalina y la unión atómica es principalmente covalente.

- Los vidrios, se caracterizan porque poseen enlaces químicos básicamente covalentes ya que la gran mayoría son derivados de la sílice (SiO2). Se podrían incluir en los cerámicos tradicionales, pero la principal característica diferencial es que los vidrios no son cristalinos. Presentan puntos de fusión muy bajos, si se comparan con los del resto de materiales cerámicos, con lo cual pueden conformarse por fusión y

moldeo. Algunos productos de este grupo pueden presentar una parte cristalina y una vítrea, actuando esta última como aglomerante de la primera (vitrocerámicas).

Los materiales cerámicos que presentan enlaces iónicos poseen una estructura atómica consistente en una ordenación alternada de cationes (+) y aniones (-), adoptando estructuras cristalinas generalmente más complejas que las de los materiales metálicos, dado que es común que posean más de dos tipos de átomos constituyentes. La distribución de aniones y cationes dependerá de la carga de éstos, de manera que el cristal resultante sea eléctricamente neutro. También dependerá de la relación entre los correspondientes radios atómicos, ya que los aniones suelen ser mucho más voluminosos que los cationes y cada tipo de ión tiende a rodearse del mayor número posible de iones de carga opuesta. Una estructura iónica es estable cuando todos los aniones que rodean a un catión están en contacto (Fig.6.1).

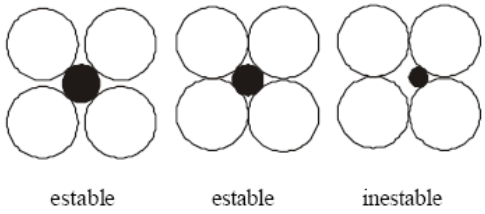


Figura 6.1 Distribución estable e inestable de aniones y cationes en estructuras cerámicas iónicas

El número de aniones más próximo a un mismo catión se define como número de coordinación y en función de los radios respectivos, cada pareja de iones (anión-catión) tendrá un número de coordinación que determinará la estequiometria del conjunto y la estructura cristalina estable que será posible (Fig. 6.2).

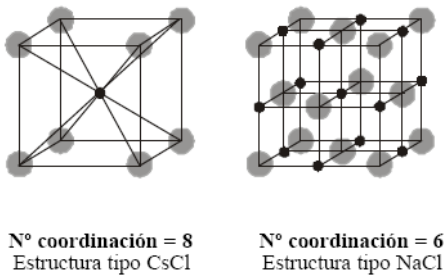


Figura 6.2 Estructuras cristalinas con números de coordinación distintos

Así, una estructura con un número de coordinación de 6 será aquella en que cada anión estará rodeado de 6 cationes a la misma (y mínima) distancia, y viceversa. De la misma forma, una estructura cristalina con un número de coordinación de 8 será aquella en la que cada tipo de ión esté rodeado de 8 iones de signo contrario.

La estequiometria de los materiales cerámicos representa la proporción de cada uno de los iones presentes y su complejidad puede ser muy variable. Así, una estructura AX corresponde a un material para el cual aniones (A) y cationes (X) tienen la misma carga, con lo cual se alternan unos y otros en idénticas proporciones a fin de obtener un cristal neutro. Por el contrario, si la carga del anión y del catión es distinta, la proporción de ambos tipos de iones ha de permitir la neutralidad de cargas de la estructura (estructuras tipo AaXb) y si hay más de un tipo de catión, el conjunto de cargas positivas ha de quedar compensado por la cantidad de carga aniónica, pudiendo dar lugar a estructuras sumamente complejas como, por ejemplo, de tipo AaBbXc.

Los sólidos cerámicos cristalinos pueden presentar algunos de los defectos propios de las redes cristalinas. Así, es posible encontrar defectos vacantes (aniónicos y catiónicos) e intersticiales (generalmente cationes, atendiendo a su menor volumen). Es también común que se produzcan soluciones sólidas (sustitucionales e intersticiales), siempre y cuando se conserve la neutralidad de cargas de la red y que los radios de los iones o átomos ajenos provoquen en la red una distorsión moderada.

Además de las irregularidades a nivel atómico, existen los defectos de procesamiento, que se originan en ocasiones durante la elaboración de los materiales cerámicos, como poros, segundas fases o heterogeneidades microestructurales. Estos defectos se comportan como concentradores de tensión, de manera que bajo la acción de un esfuerzo aplicado (a tracción o flexión), un volumen de material en el que se concentren defectos de procesamiento será mucho más sensible que el resto, y si se considera la gran fragilidad de los cerámicos queda patente que los defectos disminuyen la resistencia a la rotura en estos materiales.

La fragilidad que presentan los cerámicos no es tan acusada cuando los esfuerzos aplicados lo son a compresión, de manera que estos materiales son mucho más resistentes bajo este tipo de tensiones, superando incluso a los metales, ya que no presentan deformación plástica y mantienen su sección aún cuando las cargas aplicadas sean muy elevadas. La relación entre la resistencia a compresión versus tracción suele estar en proporción de 10/1. Así, por

ejemplo, la alúmina policristalina (Al_2O_3) rompe bajo la acción de esfuerzos de tracción del orden de 280 MPa mientras que, a compresión, puede soportar esfuerzos superiores a 2000 MPa. También por choque térmico pueden presentar fisuración (Fig. 6.3).

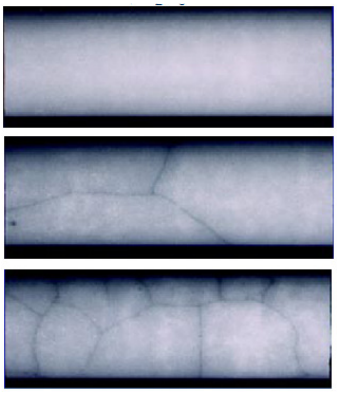


Figura 6.3 Fisuración de la alúmina por choque térmico

Para aplicaciones estructurales en que se utilicen componentes cerámicos, el diseño de los mismos es de especial relevancia, a fin de conseguir que las cargas que actúen en los componentes sean, en todo momento, de compresión y no de tracción o flexión.

El desarrollo de los materiales cerámicos ha tenido, como principal objetivo, incrementar su resistencia mecánica, básicamente a partir de minimizar la superficie y la cantidad de defectos internos definidos anteriormente, homogeneizando y uniformizando la composición y la estructura. Estas características se pueden conseguir cuando el material cerámico presenta una estructura policristalina de grano muy fino y con porosidad muy reducida.

6.1.1 Los Materiales Cerámicos Tecnológicos

Bajo el nombre de materiales cerámicos tecnológicos, se hace referencia al conjunto de productos cerámicos, químicamente simples y de pureza considerable, tales como óxido de zirconio (ZrO_2), nitruro de boro (BN) o nitruro de silicio (Si_3N_4), entre otros. Si bien algunos productos se encuentran también formando parte de las materias primas de numerosos cerámicos tradicionales, como la alúmina (Al_2O_3) o el carburo de silicio (SiC), la diferencia entre dichos productos de ambos grupos radica en que los cerámicos tecnológicos se han obtenido sintéticamente, obteniendo un producto con un elevado grado de pureza, así como con una distribución de partículas mucho más homogénea, de menor tamaño y con una proporción de defectos de procesamiento muy inferior que los que se hallarían en cerámicos tradicionales.

Entre las principales características de este grupo de materiales, cabe destacar que sus propiedades eléctricas, magnéticas, ópticas y mecánicas son excepcionales, y que poseen una extraordinaria estabilidad química a temperaturas elevadas. Las principales aplicaciones de estos productos son las que suponen un beneficio de sus características, como los blindajes cerámicos para equipos que trabajan a muy altas temperaturas (destacaría la utilización del SiC en las zonas de alta temperatura de algunas turbinas de motor de gas), o la utilización del Al_2O_3 en los sustratos de circuitos integrados en módulos de conducción térmica y en aplicaciones biomédicas (huesos y dientes artificiales).

Los carburos metálicos (WC, TiC, TaC y Cr_3C_2) son apreciados por su elevada dureza, y se utilizan para la elaboración de herramientas de corte (Fig. 6.4). La combinación de carburos metálicos con un metal como ligante da lugar a los carburos cementados (cermets) que se destinan principalmente a la fabricación de componentes de matricería.

Figura 6.4 Herramienta de corte (Iscar Tooling)

Los nitruros como Si_3N_4, BN y Ti_3N_4 son, dentro de los cerámicos avanzados, los materiales más frágiles. Aunque poseen puntos de fusión inferiores a los de los carburos, suelen presentar valores mayores de dureza, especialmente el BN en su variedad alotrópica cúbica, con una red cristalina como la del diamante.

El conformado de los cerámicos tecnológicos se realiza generalmente por prensado en seco y por sinterizado de las piezas en verde (Fig. 6.5), para elaborar componentes de tamaños variables (entre unos pocos milímetros y varios centímetros) con las propiedades deseadas y con tolerancias muy pequeñas. Si la etapa de prensado se realiza en caliente, se incrementa la densidad del producto final y se mejoran las propiedades mecánicas.

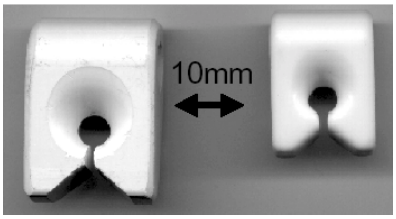


Figura 6.5 Pieza conformada en verde (izquierda) y una vez sinterizada (derecha)

Si bien por compresión tan sólo pueden conformarse perfiles sencillos, los procesos que incorporan una etapa de prensado isostático favorecen la elaboración de componentes con perfiles complejos. En este caso, el polvo cerámico se coloca dentro de un recipiente flexible (generalmente de caucho) y hermético, se introduce en una cámara de fluido hidráulico y se somete a presiones elevadas, con lo cual se compacta el polvo uniformemente en todas las direcciones, adoptando la forma del molde. Posteriormente, es preciso realizar una etapa de sinterización convencional.

Es posible realizar la etapa de prensado isostático en caliente, proceso conocido como HIP (*Hot Isostatic Pressing*), de manera que se produce la sinterización simultáneamente con el prensado y se obtienen productos con densidades muy elevadas y con propiedades mecánicas excelentes. Con esta técnica se elaboran componentes como aislantes de bujías, cúpulas, crisoles, herramientas de corte y cojinetes, así como productos refractarios de perfil complejo.

De todos los materiales descritos hasta ahora, destacaría el uso cada vez más habitual de la circona (ZrO_2) en el ámbito de la ingeniería por sus propiedades

físicas y mecánicas destacando de todas ellas su tenacidad que es superior a la de otros materiales cerámicos. Otras propiedades que hacen que este material sea ampliamente utilizado en la industria serían su estabilidad en medios químicamente agresivos, la resistencia a altas temperaturas y su resistencia a la abrasión.

6.1.2 Caracterización mecánica de los materiales cerámicos tecnológicos

Para poder determinar las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos se suelen utilizan procedimientos normalizados y mediante ellos se evalúan la resistencia a la fractura y la tenacidad.

En este apartado se describen las herramientas de caracterización más usuales que se aplican al material utilizado en este trabajo.

Tenacidad de fractura

La tenacidad de fractura es por definición una medida de la resistencia del material a la extensión de una grieta. En deformación plana, es una propiedad fundamental del material que depende de muchos factores, entro los más influyentes están la temperatura, la velocidad de deformación y la microestructura.

Los métodos para determinar la tenacidad de fractura en los materiales cerámicos no están normalizados. Existen algunos reportados en la literatura que permiten su determinación, pero presentan diferencias en los resultados. Para los materiales cerámicos se suele utilizar el método tradicional de indentación, que permite determinar la tenacidad directamente a partir de la longitud de las fisuras obtenidas por la indentación.

El método de microfractura por indentación (Fig. 6.6) consiste en el contacto de un impresor duro y puntiagudo con el material, dejando una huella residual, característica de los procesos de deformación irreversible. Esta deformación genera un campo de tensiones residuales de tracción, debido a la deformación irreversible de la zona debajo del contacto ("zona plástica"). Las fisuras tienen una morfología y dimensiones conocidas, y crecen debido a las tensiones residuales hasta que se alcance el equilibrio.

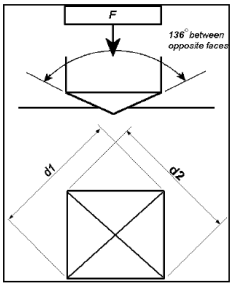


Figura 6.6 Esquema indentación Vickers

Resistencia a la fractura

Debido a las dificultades experimentales para determinarla en materiales muy frágiles mediante ensayos de tracción, suelen realizarse generalmente ensayos de flexión. La razón de no utilizar ensayos de tracción es porque el mecanizado de las probetas es costoso y, además, se precisa de un alineamiento perfecto del sistema de aplicación de la carga. Por otra parte, la sujeción de una probeta frágil en unas mordazas produce concentración de tensiones que pueden generar la fractura en la zona de contacto.

Dentro de los ensayos de flexión distinguimos entre los de flexión uniaxial, donde una de las caras (base) de la muestra ensayo descansa totalmente sobre un componente del útil, impidiendo su deformación, y los de flexión biaxial. El ensayo de flexión biaxial se basa en la aplicación gradual de una carga sobre la probeta a estudio con el fin de obtener la carga de fractura.

Para poder determinar la resistencia a la fractura de los materiales cerámicos se suelen utilizar los ensayos de flexión biaxial. Estos ensayos se llevan realizando desde hace años y existen gran variedad de configuraciones de ensayo descritas en otros estudios y en normas internacionales.

El ensayo de flexión biaxial tiene diversas ventajas comparado con otros ensayos como por ejemplo la fácil preparación de las muestras y la posibilidad de usar muestras delgadas. Además es un ensayo del que se puede obtener información más precisa en la búsqueda de defectos que el ensayo uniaxial. Existen diversos tipos de ensayos de flexión biaxial y en la mayoría de ellos se utilizan muestras en forma de discos finos que descansan sobre esferas. Destacamos los ensayos *Ring on ring*, *Punch on ring*, *Ball on 3 balls* y *Punch on three balls* (Fig. 6.7), éste ultimo estandarizado en ASTM F394-78.

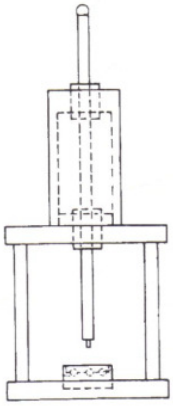


Figura 6.7 Esquema ensayo "Punch on three balls"

6.2. Los elementos finitos como herramienta de análisis en mecánica

Los elementos finitos consisten en un método de análisis en ingeniería que permite reproducir virtualmente a un componente o sistema mecánico en situación de trabajo real ofreciendo las ventajas de la reducción de costes, tiempo, equipamiento y accesibilidad necesarios en un análisis real. Actualmente el método ha logrado desarrollarse en casi todos los campos de la ingeniería por lo que un análisis con elementos finitos puede aplicarse a casi todos los problemas de la industria. Habitualmente el manejo del método ha requerido un profundo conocimiento físico-matemático pero en la actualidad la disponibilidad de software y hardware han puesto al alcance de los usuarios esta potente herramienta. Los programas disponibles para un análisis usando elementos finitos son fáciles de operar pero requiere entender su metodología para producir resultados de calidad.

6.2.1 Análisis mediante elementos finitos

En términos matemáticos, el Método de Elementos Finitos (MEF) es una técnica numérica para la resolución de problemas descritos como un conjunto de ecuaciones diferenciales parciales. Utilizando los elementos finitos, se puede analizar cualquier forma, utilizar métodos diferentes para idealizar la geometría y obtener resultados con la precisión deseada.

Independientemente de la complejidad del proyecto o del campo de aplicación, los pasos fundamentales en cualquier proyecto de MEF son siempre los mismos, ya sea un análisis estructural, térmico o acústico.

El punto de partida para cualquier análisis es el modelo geométrico (Fig. 6.8). Para este modelo, se asignarán propiedades de material y se definirán cargas y restricciones. Finalmente se individualizará el modelo a analizar.

Figura 6.8 Modelo 3D generado en un sistema DAO

El proceso de individualización, conocido como mallado, divide la geometría en entidades relativamente pequeñas y de formas simples, llamadas elementos finitos (Fig. 6.9). Los elementos se llaman "finitos" para enfatizar el hecho que no son infinitesimalmente pequeños sino sólo son bastantes pequeños en comparación con el tamaño global del modelo.

Figura 6.9 Modelo 3D tras aplicarle mallado

Cuando se trabaja con elementos finitos, el motor de cálculo del MEF se aproxima a la solución deseada (por ejemplo, deformaciones o tensiones) para todo el modelo mediante el "ensamblaje" de soluciones simples para elementos individuales (Fig. 6.10).

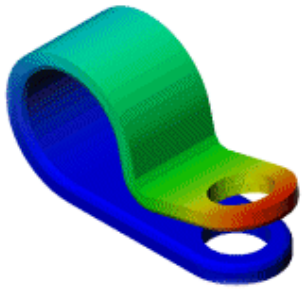


Figura 6.10 Modelo 3D mostrando resultado del análisis de deformaciones

Desde la perspectiva de la metodología del MEF, podemos considerar los siguientes pasos:

- Construcción del modelo matemático
- Construcción del modelo de elementos finitos
- Resolución del modelo de elementos finitos
- Análisis de los resultados

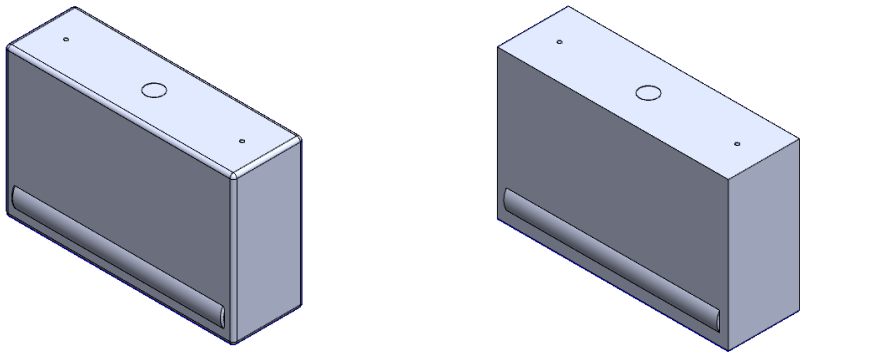
Construcción del modelo matemático (creación de la geometría)

El análisis empieza con la geometría representada por un modelo tridimensional generado mediante un programa de diseño asistido por ordenador (DAO). Esta geometría debe ser apta para obtener una malla de elementos finitos correcta y razonablemente pequeña.

Este requisito de mallado tiene implicaciones muy importantes. Debemos asegurarnos que la geometría DAO es apta para ser mallada y que la malla obtenida proporciona la solución correcta de los datos de interés, como desplazamientos, tensiones, distribución de temperatura, etc.

A menudo, pero no siempre, esta necesidad de mallado requiere modificaciones en la geometría DAO. Estas modificaciones pueden ser la eliminación de operaciones, la idealización y/o la limpieza.

- La eliminación de operaciones hace referencia al proceso de eliminación o borrado de operaciones geométricas que se consideran insignificantes para el análisis, como los redondeos externos, chaflanes, etc (Fig. 6.11).



a) *Diseño en 3D de un componente.*

b) *Modelo tras eliminar operaciones de redondeo*

Figura 6.11 Eliminación de operaciones en un modelo 3D

- La idealización presenta un ejercicio más "agresivo" que puede alejarse de la geometría de CAD sólida como, por ejemplo, cuando se representan paredes con superficies lámina.

- La limpieza resulta necesaria a veces porque la geometría convertible en malla debe cumplir unos requisitos de alta calidad muy superiores a los del modelo sólido. Para la limpieza se suelen utilizar las herramientas de

control de calidad de la aplicación DAO para comprobar si hay problemas, como entidades múltiples, que el modelo de DAO pudiera tolerar, pero que harían muy difícil o imposible generar la malla.

Una vez preparada la geometría con la que se puede generar la malla, se definen las propiedades de los materiales, cargas, soportes y restricciones, y se proporciona información sobre el tipo de análisis que deseamos realizar.

Este proceso completa la creación del modelo matemático.

Construcción del modelo de elementos finitos

En este paso se divide el modelo matemático (geometría) en elementos finitos mediante un proceso de individualización, más conocido como generación de malla. La individualización se manifiesta visualmente como la generación de la malla de la geometría. Sin embargo, también se individualizan las cargas y soportes y, cuando se ha generado la malla de modelo, se aplican nodos a las cargas y soportes individualizados de la malla de elementos finitos.

Con un método de elementos finitos, el mallado realiza dos tareas. Primero, sustituye un modelo continuo por uno discreto. Por tanto, el mallado reduce el problema a uno con un número finito de elementos desconocidos que se puede resolver con una técnica numérica de aproximación. Segundo, representa la solución deseada (por ejemplo los desplazamientos) con un ensamblaje de funciones polinómicas simples definidas individualmente para los elementos.

Resolución del modelo de elementos finitos

Después de crear el modelo de elementos finitos, se utiliza un módulo de cálculo provisto en la aplicación de Elementos Finitos para producir los datos de interés deseados. Es la parte con menos interacción del usuario al ser el núcleo de la aplicación la que realiza los cálculos pero sí es decisión del usuario la elección, dentro de la aplicación, del módulo de cálculo a utilizar ya que se suelen disponer diferentes opciones según el algoritmo de cálculo utilizado para la obtención de los resultados del estudio.

Análisis de resultados

El análisis proporciona unos datos de resultados muy precisos, que se pueden presentar en diversos formatos según la finalidad del estudio. Una interpretación correcta de los resultados requiere que tengamos en cuenta las suposiciones, simplificaciones y errores introducidos en los primeros tres pasos: construcción del modelo matemático, construcción del modelo de elementos finitos y resolución del modelo de elementos finitos.

6.2.2 Errores más habituales en los análisis por elementos finitos

El proceso de creación de un modelo matemático y de individualización en un modelo de elementos finitos introduce errores que no se pueden evitar. La formulación de un modelo matemático introduce errores de modelado, también llamados errores de idealización. La individualización del modelo matemático introduce errores de individualización y la solución introduce errores numéricos.

De estos tipos de errores, sólo los errores de individualización son errores específicos del Método de Elementos Finitos, por tanto, sólo los errores de individualización se pueden controlar con los métodos de elementos finitos. Los errores de modelado, que afectan al modelo matemático, se introducen antes de usar el MEF y sólo se pueden controlar usando técnicas de modelado correctas. Los errores de solución, que son errores de redondeo acumulados por el módulo de cálculo, resultan difíciles de controlar al ser un proceso gestionado en su totalidad por la aplicación, pero afortunadamente suelen ser muy pequeños.

6.2.3 Tipos de elementos finitos

Como ya hemos comentado, el proceso de individualización, más conocido como generación de malla, divide los modelos continuos en elementos finitos. El tipo de elementos creados en el proceso depende del tipo de geometría para la que se ha generado la malla, el tipo de análisis que se debe ejecutar y a veces las propias preferencias del usuario.

La aplicación utilizada en este estudio (SolidWorks ®) permite utilizar elementos sólidos tetraédricos para el mallado de geometría sólida y elementos planos triangulares para el mallado de geometría de superficie (sin volumen).

Hay disponibles cinco tipos de elementos: elementos sólidos tetraédricos de primer y segundo orden, elementos planos triangulares de primer y segundo orden y elementos de viga de dos nodos.

Los dos tipos aptos para ser usados en nuestro estudio por la naturaleza de la geometría y el objetivo de nuestro análisis son los elementos tetraédricos sólidos de primer orden y los de segundo orden (Fig. 6.13).

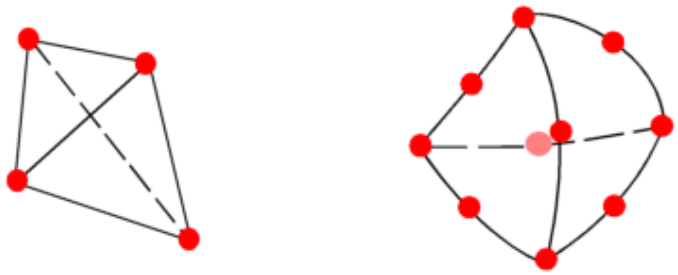


Figura 6.13 Elemento tetraédrico de primer orden (izquierda) y de segundo orden derecha).

Los elementos tetraédricos sólidos de primer orden (baja calidad) modelan el campo de desplazamientos de primer orden (lineal) en su volumen, por las caras y aristas. El campo de desplazamientos de primer orden, o lineal, proporciona a estos elementos su nombre: elementos de primer orden.

Todos los elementos tetraédricos de primer orden tienen un total de cuatro nodos, uno en cada extremo. Cada nodo tiene tres grados de libertad, lo que

significa que los desplazamientos de nodos se pueden describir completamente mediante tres componentes de translación.

Las aristas de los elementos de primer orden son rectas y las caras planas. Estas aristas y caras deben permanecer rectas y planas cuando los elementos hayan experimentado una deformación al aplicar una carga.

Esta situación impone una gran limitación a la capacidad de creación de una malla construida con elementos de primer orden para modelar los campos de desplazamiento y tensión de cualquier complejidad real. Además, las aristas rectas y las caras planas no se asignan correctamente a geometría curvilínea, como es el caso del presente estudio.

La incapacidad de asignar aristas rectas y caras planas a geometría curvilíneas con los elementos tetraédricos de primer orden se muestra en la Figura 6.14.

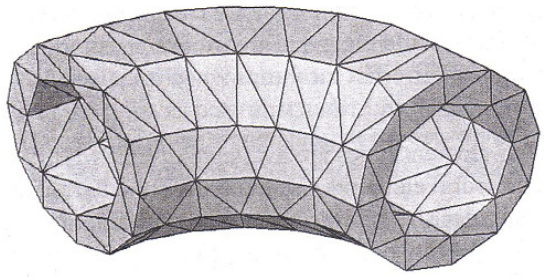


Figura 6.14 Modelo 3D mallado con elementos tetraédricos de primer orden.

Los elementos tetraédricos sólidos de segundo orden (alta calidad) modelan el campo de desplazamiento de segundo orden (parabólico) y, en consecuencia, el campo de deformación de primer orden (lineal) (la derivada de la función parabólica es una función lineal). El campo de desplazamientos de segundo orden proporciona el nombre a estos elementos.

Cada elemento tetraédrico de segundo orden tiene diez nodos (cuatro nodos en las esquinas y seis nodos intermedios) y cada nodo tiene tres grados de libertad.

Las aristas y caras de los elementos sólidos de segundo orden pueden asumir formas curvilíneas si los elementos se deben asignar a una geometría curvilínea y/o durante el proceso de deformación cuando los elementos se deforman por la carga.

Por tanto, estos elementos se asignan de forma precisa a una geometría curvilínea como se ilustra con la misma geometría de la imagen anterior (Fig. 6.15).

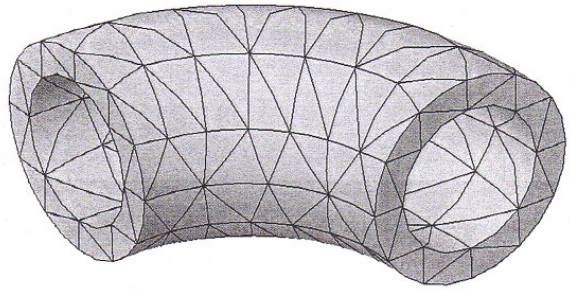


Figura 6.15 Modelo 3D mallado con elementos tetraédricos de segundo orden.

A causa de las mejores capacidades de asignación y por la capacidad de modelar el campo de desplazamientos de segundo orden, los elementos tetraédricos de segundo orden se usan para la gran mayoría de análisis con COSMOS, aunque los elementos de segundo orden exigen más nivel de cálculo que los elementos de primer orden.

Elementos de calidad alta frente a borrador

Los elementos de primer orden se suelen usar sólo para estudios preliminares con objetivos específicos, como para verificar las direcciones de las cargas o restricciones o calcular las fuerzas de reacción.

Los estudios preparados para los cálculos finales (donde se ha verificado la configuración correcta mediante el uso de elementos de borrador, por ejemplo) y los estudios donde la distribución de tensión resulta de interés (especialmente en la dirección por el espesor, como en el presente estudio) se deben modelar con elementos de calidad alta.

Grados de libertad

Los grados de libertad de un nodo en una malla de elementos finitos definen la capacidad del nodo de realizar una translación o rotación. El número de grados de libertad que posee un nodo depende del tipo de elemento al que pertenece. Por esta razón, en nuestro caso tienen tres grados de libertad.

7. Estudio Experimental

7.1 Material de estudio: Circona Y-TZP. Propiedades y Caracterización

El óxido de zirconio, circona (ZrO_2), es un material que tiene muchas propiedades interesantes como su dureza, su módulo elástico, un bajo coeficiente de fricción y una alta temperatura de fusión. Estas propiedades hacen de éste un material atractivo, debido a que tiene también una tenacidad relativamente alta comparada con otros materiales cerámicos. Otras propiedades interesantes son estabilidad en medios químicamente agresivos, resistencia a altas temperaturas y resistencia a la abrasión.

Al principio fue utilizado por su conductividad térmica escasa y sus propiedades refractarias. Muy rápidamente esta cerámica mostró otras propiedades muy interesantes para la ingeniería, en particular, el comportamiento mecánico.
En los últimos años se han producido avances en el desarrollo de aleaciones de circona con alta resistencia y tenacidad. Además, las aleaciones de circona presentan buenas propiedades como son la resistencia al contacto y la resistencia al choque térmico, lo que permite el empleo de estos materiales en aplicaciones en que puedan estar expuestos al contacto entre superficies y sometidos a cambios de temperatura, sin presentar desgaste, ni daño por contacto o agrietamiento por choque térmico.

Entre las principales aplicaciones potenciales se destacan los intercambiadores de calor, componentes de motor de automóvil, componentes de turbinas de aeronaves de plantas generadoras de energía. Se emplean además como herramientas de corte en el sector de la máquina-herramienta y para aplicaciones médicas, especialmente para prótesis, implantes dentales y en general para piezas que sustituyen tejido duro. La aplicación de estas aleaciones como biomateriales ha abierto un gran campo de utilización de este material

La circona posee distintas propiedades térmicas, mecánicas, eléctricas y ópticas dependiendo de la micro estructura y estructura atómica (y en consecuencia también de los defectos y transformaciones de fase). Sin embargo, presenta el inconveniente de deteriorarse fácilmente en condiciones normales sobre todo en presencia de humedad, lo que limita sus ámbitos de aplicación.

A presión ambiente la circona presenta tres tipos de estructuras en función de la temperatura: monoclínica, tetragonal y cúbica. Las características de cada una de ellas se indican a continuación (Fig. 7.1 y Tabla 7.1).

- Monoclínica, estable a bajas temperaturas (T < 950º C).
- Tetragonal, estable a temperaturas intermedias (1200 ºC < T < 2370 ºC)
- Cúbica (Fluorita), estable a altas temperaturas (2370º C < T < 2680º C , punto de fusión).

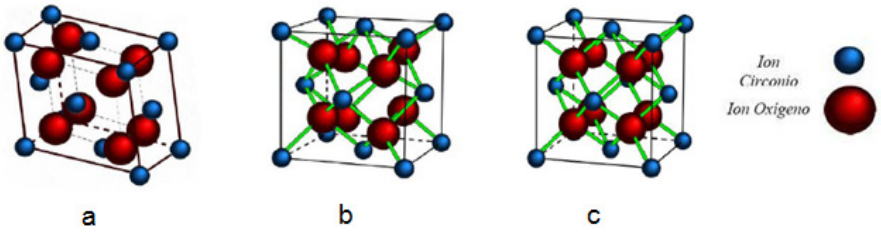


Figura 7.1 Esquema de los tres polimorfismos de la circona: a) Monoclínico, b) Tetragonal, c) Cúbico

Si bien, la fase estable a temperatura ambiente es la monoclínica, un requisito indispensable para que el material tenga mayor tenacidad es la presencia de la fase tetragonal. Este requisito se consigue con adición de óxidos metálicos (MgO, CaO, Y_2O_3 y CeO_2), los cuales metaestabilizan la fase tetragonal y cúbica a temperatura ambiente tal y como veremos en el apartado siguiente. En la Figura 7.2 podemos observar el diagrama de fases de la circona.

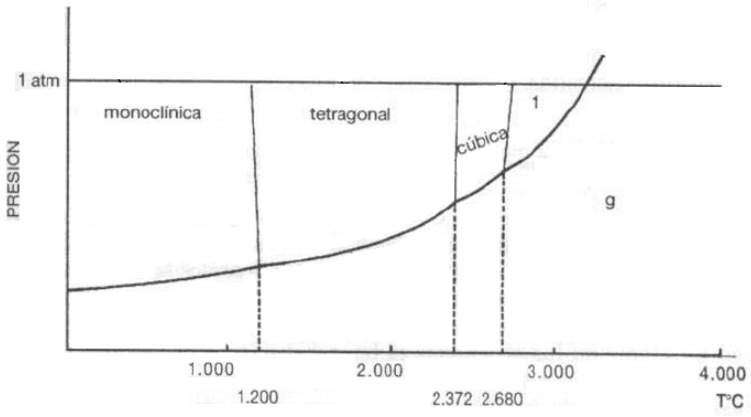


Figura 7.2 Diagrama de fases de la circona

Tabla 7.1 Características de las estructuras cristalinas de la circona

Estructura cristalina	Parámetros de red	Densidad
Cúbica	a = 5.124 Å	6090 kg/m^3
Tetragonal	a = 5.904 Å c = 5.177 Å	6100 kg/m^3
Monoclínica	a = 5.156 Å b = 5.191 Å c = 5.304 Å β = 98.9	5830 kg/m^3

Como se ha comentado anteriormente, la circona se empleó en primer lugar en la industria como refractario pero se descubrió que mediante una transformación de fase se podría aumentar su tenacidad. Para eso, fue necesario conseguir estabilizar la estructura tetragonal de la circona a temperatura y presión ambiente.

La solución consistió en añadir a la circona pequeñas cantidades de óxidos metálicos de tipo trivalente que tienen una buena solubilidad a baja temperatura (MgO, CaO, Y_2O_3 y CeO_2) y que metaestabilizan las fases tetragonal y/o cúbica a temperatura ambiente.

La estructura de la circona depende de la cantidad de óxido añadido, es decir, la cantidad de estabilizante determina la transformabilidad de la microestructura, y también el consecuente aumento de tenacidad.

Según la cantidad de óxido y según el tratamiento térmico efectuado, pueden obtenerse varios tipos de circonas (Tabla 7.2).

Tabla 7.2 Tipos de Circona más comunes

Material	Abreviatura
Tetragonal Zirconia Polycrystals	TZP
Partially Stabilised Zirconia	PSZ
Fully Stabilised Zirconia	FSZ
Transformation Toughened Ceramics	TTC
Zirconia Toughhened Alumina	ZTA
Transformation Toughened Zirconia	TTZ

Las circonas TZP más utilizadas son las estabilizadas con Ytria (Y_2O_3) y Ceria (CeO_2) obteniéndose una estructura de granos tetragonales de pequeño tamaño. Las Y-TZP tienen una alta resistencia a la fractura y valores de tenacidad relativamente altos, mientras que las Ce-TSP presentan una tenacidad mucho más alta, debido a su mayor transformabilidad, pero su resistencia a la fractura es considerablemente inferior a las Y-TZP. Esto hace de las Y-TZP un material muy utilizado en diversas aplicaciones y a la vez muy estudiado para conseguir mejorar la tenacidad de fractura.

El diagrama de fases de la figura 7.3 muestra que las regiones de solución sólida de las fases tetragonal y monoclínica están comprendidas entre 1200 ºC (circona pura) hasta un valor poco menor de 600 ºC, según la cantidad de estabilizante.

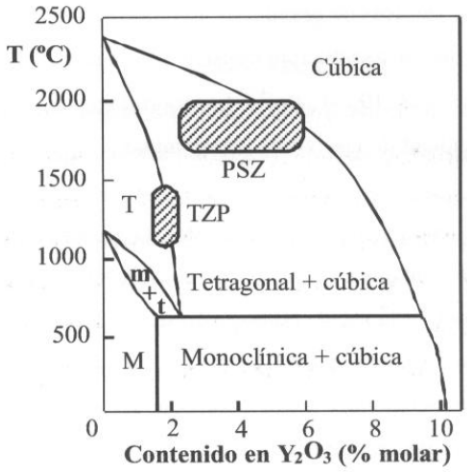


Figura 7.3 Diagrama de fases de ZrO_2-Y_2O_3

La circona de nuestro interés, la TZP (*Tetragonal Zirconia Ploycrystal*), se consigue a partir de un contenido en Y_2O_3 entre 2 y 3.5% molar obteniéndose una microestructura de granos tetragonales.

La circona Y-TZP (Y para "Itria" y TZP para "*Tetragonal Zirconia Polycrystal*") se fabrica a partir de polvo coprecipitado de ZrO_2 mas óxidos estabilizantes. La proporción de Y_2O_3 se sitúa entre 1.75 y 3.5% molar. El tamaño del polvo varía entre 10 y 200 nm. Las temperaturas de sinterización están comprendidas entre 1400 y 1500 ºC lo que permite obtener unas cerámicas de grano muy fino que presentan una elevada resistencia mecánica (>1 GPa). El porcentaje de la fase tetragonal dependerá de las condiciones de sinterización (temperatura y tiempo).

El tamaño final de los granos después de la fabricación varía entre 0.5 y 2 micras. Este tamaño también depende de la temperatura y tiempo de sinterización, el tamaño de grano inicial y la presión de compactación. Según este tamaño de grano, la cerámica tendrá distintas propiedades.

Las Y-TZP tienen típicamente una alta resistencia a la fractura y valores de tenacidad relativamente altos. Los valores máximos de resistencia a flexión se obtienen para una proporción de Y_2O_3 entre 2 y 3 % molar mediante métodos de sinterización tradicionales. Para otras cantidades de estabilizante, el valor de esta propiedad mecánica desciende fuertemente. Este valor puede ser superior a 1,5 GPa si se utilizan técnicas de prensado isostático caliente (HIP).

Los valores de tenacidad (entre 4 y 5 $MPa\sqrt{m}$) dependen de la cantidad de estabilizante y del tamaño de los granos tetragonales. El aumento de la cantidad de estabilizante influye en una disminución de la tenacidad, independientemente de la temperatura de sinterización. Por otra parte, el tamaño de grano influye en la facilidad con que se puede producir la transformación de fase; existe un valor crítico por encima del cual transformación es espontánea, y disminuyen las propiedades mecánicas. Por eso, el tamaño de grano de la fase tetragonal debe confinarse en un estrecho rango de valores.

Uno de los problemas que presenta la utilización de la Y-TZP es el fenómeno conocido como degradación a baja temperatura. Consiste en la drástica caída de los valores de tenacidad y resistencia mecánica cuando el material se expone a temperaturas comprendidas entre 250 y 400 ºC, especialmente en ambientes húmedos. Para prevenir este fenómeno se aumenta la cantidad de estabilizante o se limita el tamaño de grano aunque disminuya la tenacidad.

El material inicial es la circona estabilizada con un 3% molar de Y_2O_3 y se presenta en forma de polvo blanco fino (Fig. 7.4).

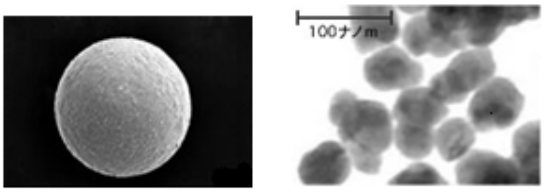


Figura 7.4 Fotografía de las partículas de polvo de Y-TZP

Las propiedades físicas y mecánicas de la circona 3Y-TZP son las siguientes:

Tabla 7.3. Propiedades físicas y mecánicas de la cerámica Y-TZP 3% molar

Propiedad	Y-TZP
Módulo de elasticidad (Young)	200 GPa
Tensión máxima a compresión	2000 MPa
Módulo de rotura	1075 MPa
Dureza	13.5 GPa
Dureza (HV30)	1350
Densidad (g.cm-3)	6.05
Tensión máxima a flexión	1000 MPa
Coeficiente de Poisson	0.3
Tenacidad a fractura (MPa.m-1/2)	9.5
Coeficiente expansion térmica (x10-6 ºC-1)	10
Conductividad Térmica (W.m-1.K-1)	2
Temperatura de sinterización	1400 ºC – 1500 ºC

7.1.1 Preparación de las muestras

Para este proyecto se ha empleado un material de circona tetragonal policristalina, estabilizada con itria, cuya cantidad de estabilizante es 3 % molar (3Y-TZP).

Las muestras utilizadas se han preparado siguiendo los pasos indicados enla Figura 7.5.

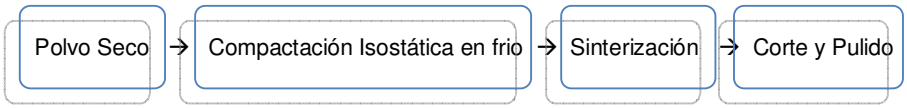


Figura 7.5 Etapas necesarias para la obtención de las probetas

Compactación isostática en frio

La compactación isostática en frio es el método que se utiliza para compactar las mezclas de polvo seco.

Mediante esta técnica, los polvos son introducidos en un molde elástico estanco (típicamente de caucho) con la forma deseada. El molde es introducido en el interior de un recipiente lleno de un líquido, a través del que se efectúa una presión que es transmitida en todas direcciones por igual por lo que la compactación que se consigue con el prensado isostático es excelente (Fig. 7.6). Casi cualquier forma puede ser obtenida mediante esta técnica pero hay que tener en cuenta que el acabado superficial y la precisión dimensional de las muestras obtenidas mediante este proceso no son aptas para su uso directo y en nuestro caso se precisará sinterizarlas y posteriormente cortarlas y pulirlas.

Algunos líquidos de presurización típicos son la glicerina, aceites hidráulicos o incluso agua. La presión de operación es normalmente del orden de 2000 bar. Este proceso también es conocido como *wet bag isostatic pressing*.

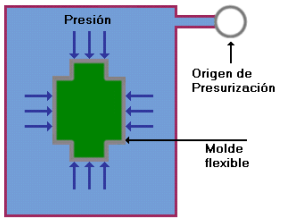


Figura 7.6 Esquema de la compactación isostática en frio

Sinterización

Sinterización es el tratamiento térmico de un polvo o compactado metálico a una temperatura inferior a la de fusión de la mezcla, para incrementar la fuerza y la resistencia de la pieza creando enlaces fuertes entre las partículas.

En la fabricación de cerámicas, este tratamiento térmico transforma un producto en polvo en otro compacto y coherente.

Las dos principales funciones de la sinterización de polvos son el desarrollo de vinculaciones atómicas entre las partículas para dar propiedades mecánicas al material y la eliminación de la porosidad.

Para nuestro ensayo, los tratamientos térmicos se llevaron a cabo en un horno de tubo de alta temperatura Hobersal ST-18 (Fig.7.7).

Figura 7.7 Imagen del horno utilizado por el tratamiento térmico

Se colocan las probetas en un soporte y luego se introducen en el horno. Aquí se aplicó una velocidad de calentamiento (y enfriamiento) de 20 ºC/min para alcanzar las temperaturas de 1500 ºC y 1600 ºC. La temperatura se aplicó durante una hora.

Las principales etapas de la sinterización en estado sólido se ilustran el la Figura 7.8.

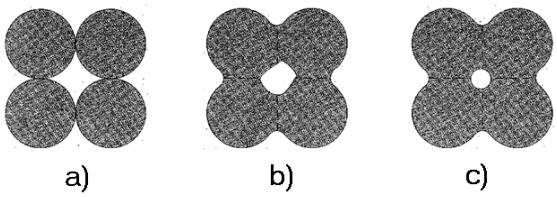


Figura 7.8 Principales etapas de la sinterización en estado sólido: a) compactación del material b) formación de vinculaciones y apertura de los poros e) cierre de los poros y formación de los granos

La microestructura del material después de la sinterización a 1500 ºC se puede observar en la Figura 7.9.

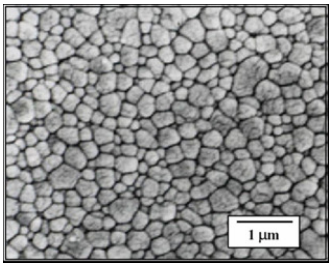


Figura 7.9. Fotografía de la micro estructura de 3Y-TZP sinterizada 1 hora a 1500 ºC

La circona se obtiene en forma de barras cilíndricas de 8 mm de diámetro y aproximadamente unos 50 mm de longitud (Fig. 7.10).

Figura 7.10. Material sinterizado

Corte y pulido

El siguiente paso consiste en obtener muestras en forma de disco, las cuales se obtienen por medio de cortes realizados a las barras cilíndricas, con un disco de diamante en una cortadora automática, en nuestro estudio de la casa Struers, modelo Accutom-50 (Fig. 7.11), con una velocidad de 3200 rpm y un avance de 0.07 mm/min.

Figura 7.11 Cortadora utilizada para la preparación de las muestras.

Los espesores de las muestras cortadas varían en función de la propiedad a analizar y el ensayo a aplicar, siendo aproximadamente de 1 mm para las muestras de resistencia que son de nuestro interés.

Las muestras después del corte son pulidas con un disco de diamante con el objetivo de obtener una superficie plana y eliminar las tensiones residuales del proceso de corte. Posteriormente se realizó el pulido con pasta de diamante de diferentes granulometrías. Para el proceso de pulido se empleó la pulidora automática Struers RotoPol-31 (Fig. 7.12).

Figura 7.12 Pulidora utilizada para la preparación de las muestras.

Para facilitar el pulido, las muestras se embuten en resina (baquelita negra) y al final del pulido, las muestras son sacadas de la resina (se rompe cuidadosamente la resina con ayuda de un torno) y limpiadas de forma cuidadosa.

La forma y dimensiones de las probetas finales resultaron en discos planos de 8 mm de diámetro y espesores que variaron de los 0.90 mm. a los 1.28 mm., siendo el peso final de la probeta de aproximadamente 3g (Fig.7.13).

Figura 7.13 Imagen de una de las probetas utilizada para el ensayo

7.2 Descripción del procedimiento

En este estudio se ha aplicado el ensayo denominado *Ball on three balls* el cual es más tolerante a algunas desviaciones de la planitud del disco debido al modo en que se sustenta la muestra y además la fricción entre la probeta y la bola de carga es mínima. Al encontrarse todos los puntos de soporte y carga sobre esferas, los elementos presentan un contacto ideal entre ellos (Fig 7.14).

Figura 7.14 Posición esferas / probeta

En este ensayo, la probeta a estudio, un disco circular fino, se posiciona sobre tres esferas simétricamente situadas en la mordaza inferior (fija). Una cuarta esfera (de carga) situada en la mordaza superior (móvil) es accionada hidráulicamente y aplica una carga gradual sobre el disco hasta que se produce la fractura de éste, determinando en ese momento el valor de la carga de ruptura.

El valor de la carga de ruptura, las dimensiones de la probeta y de las esferas y las constantes elásticas de la muestra se utilizan para calcular la resistencia máxima, que se encuentra en el centro de la superficie donde se aplica la carga y generalmente es el punto de origen de la fractura. Todos los contactos existentes entre las esferas y la probeta se consideran contactos de tipo puntual (Fig. 7.15).

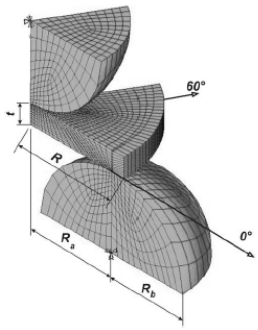


Figura 7.15 Posición esferas / probeta

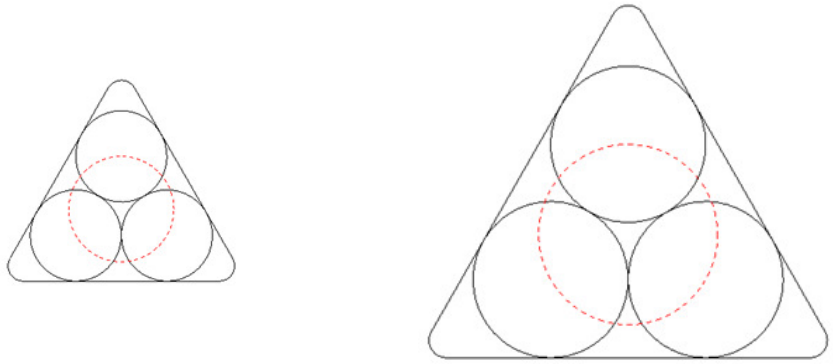
Este tipo de ensayo está pensado también para ser utilizado por fabricantes y compradores de componentes frágiles para aplicaciones electrónicas y puede ser utilizado como control de calidad (mediante un acuerdo entre el fabricante y el comprador) o para la evaluación de nuevos materiales o nuevos procesos comparando los valores con los ya conocidos de otros materiales o productos.

Se considera que los sustratos cerámicos son frágiles o perfectamente elásticos, es decir, la fractura normalmente ocurre en la superficie bajo tensión causada por flexión.

La configuración del ensayo experimental *Ball on three balls* está basada en el ensayo estandarizado por ASTM *Punch on three balls*.

El dispositivo para el realizar el ensayo en flexión biaxial se diseñó teniendo en cuenta las dimensiones de las probetas y de los elementos de la máquina de ensayos mecánicos a emplear (INSTRON 8511) pero también se buscaba poder utilizar el útil para otros estudios similares, en los que el tamaño de las muestras y de las esferas pudiera variar.

Por esa razón, se decidió que el alojamiento de las esferas pudiese ser cambiado por otro de mismas dimensiones externas pero diferentes en lo que se refiere a las dimensiones de la cavidad donde las esferas permanecen fijadas, tal y como se muestra en la Figura 7.16.



a) Radio de carga para esferas diámetro 6 mm = 3,46 mm.

b) Radio de carga para esferas diámetro 9 mm = 5,19 mm.

Figura 7.16 Configuración de esferas de soporte para esferas de diámetro 6 y 9 mm.

La mayor parte del dispositivo se construyó en acero inoxidable, adecuado para medidas a temperatura ambiente excepto los elementos en contacto directo con

las esferas que se fabricaron en metal duro para poder soportar sin deformarse las altas cargas a las que se verán sometidas durante el ensayo.

Las esferas empleadas en la carga y soporte son de carburo de tungsteno, de 9 mm de diámetro.

Tras el estudio y diseño de varias configuraciones se optó por el modelo mostrado en la Figura 7.17 y descrito a continuación.

Figura 7.17 Imagen renderizada del conjunto con objetos transparentes para facilitar su ubicación.

El útil se compone básicamente de una mordaza superior y de una base. En la mordaza superior se aloja la esfera de carga, sujeta por el disco superior. En la base se encuentran las tres esferas de soporte sobre las que se coloca el disco cerámico a estudio con la ayuda de un disco centrador fabricado para ese fin.

A continuación podemos ver una descripción de cada uno de los componentes que forman el útil de ensayo.

Tabla 7.4 Componentes de la mordaza superior

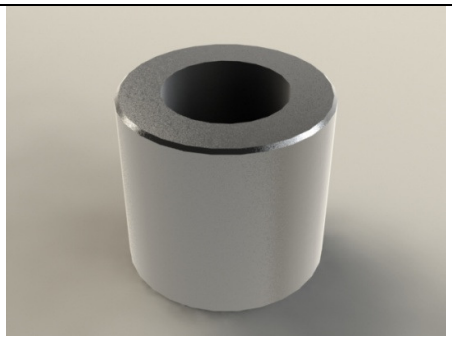
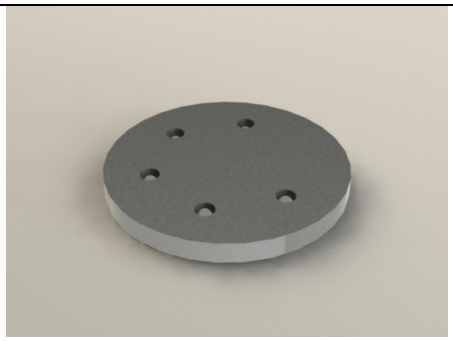
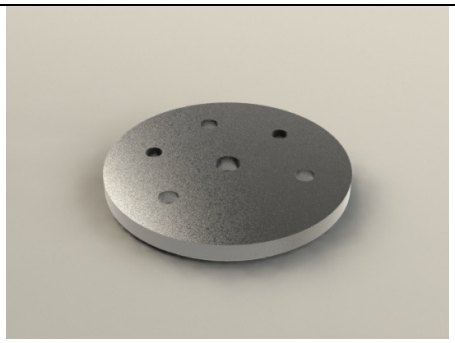
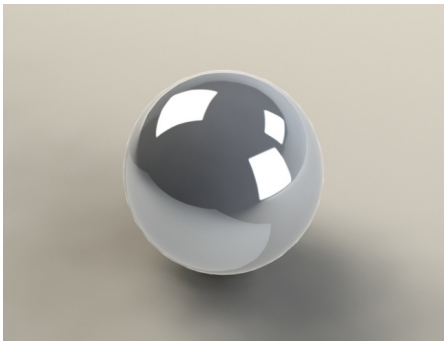
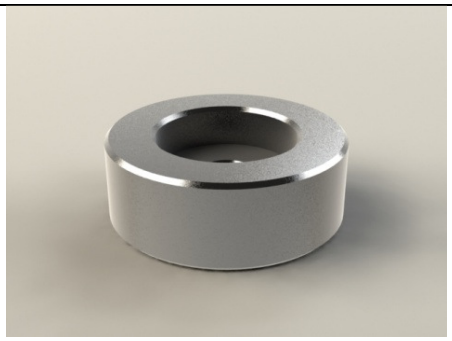
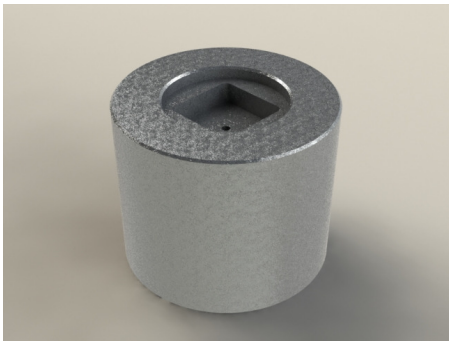
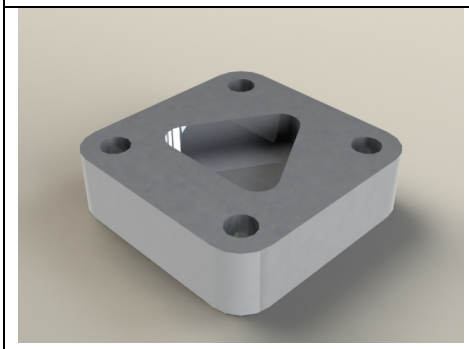
	MORDAZA SUPERIOR Material: Acero Inoxidable Se fijará a la máquina de ensayo mediante rosca. Es el componente principal del conjunto móvil.
	REFUERZO Material: Metal Duro Su función principal consiste en impedir la deformación de la mordaza superior que pudiera realizar la esfera superior al aplicar la carga.
	TAPA SUPERIOR Material: Acero Inoxidable Su función principal es sustentar la esfera de carga.
	ESFERA DE CARGA Y SOPORTES Material: Carburo Tungsteno (WC) Los ensayos de contacto se realizaron con esferas de carburo de tungsteno de diámetro 9 mm, material que tiene mayor dureza que la circona y su deformación durante el ensayo es mucho menor (negligible).

Tabla 7.5 Componentes de la mordaza inferior y centrador

	CENTRADOR Material: Acero Se utilizará para posicionar el disco a ensayo sobre las tres esferas asegurando la condición de concentricidad.
	BASE Material: Acero Inoxidable Se acoplará a la máquina de ensayos mediante un perno. Dispone de un orificio pasante que permitirá expulsar la pieza *Billar*, que se aloja en su parte superior, en caso de necesidad.
	BILLAR Material: Metal Duro Está diseñado para alojar las tres esferas inferiores de soporte. Las esferas quedan ajustadas impidiendo posibles desplazamientos.

Para realizar el montaje del útil, se fija la pieza *base* a la mesa de la máquina de ensayo mediante rosca. En su alojamiento se coloca el componente *billar* y en el las tres esferas de soporte (Fig. 7.19). Para asegurar la fijación de la pieza *billar*, se utilizarán cuatro tornillos Allen de M6.

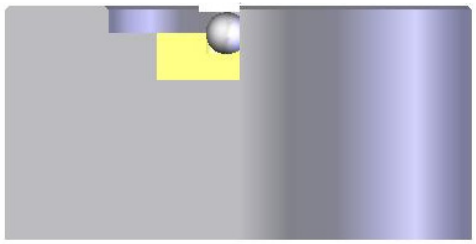


Figura 7.18 Modelo en 3D de la parte inferior del conjunto

Por otro lado, se fijará del mismo modo pero en la mordaza superior de la máquina, el conjunto formado por la mordaza superior, la esfera de carga y el disco inferior de sujeción junto con la pletina (Fig. 7.20). Esta será la parte móvil del útil.

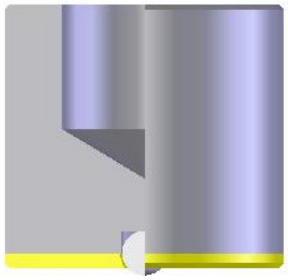


Figura 7.19 Modelo en 3D de la parte superior del conjunto

Finalmente, para situar el disco a ensayo sobre las esferas de soporte, se colocará el útil centrador sobre la base (el diseño del conjunto asegura la condición de concentricidad) y seguidamente se posicionará el disco sobre las esferas. Una vez realizado, se retirará el centrador del conjunto con cuidado de no desplazar la muestra a ensayo.

7.3 Resultados experimentales de la validación de las mordazas

Para obtener evidencias experimentales de la bondad de la mordaza diseñada, se realizaron diversos ensayos de fractura.

Los ensayos mecánicos se realizaron en una máquina universal de ensayos mecánicos INSTRON MODELO 8511 (Figura 7.20) servo hidráulica, empleando el dispositivo construido para tal fin, en control de carga, con una precarga de 50 N y con una velocidad de actuación del cabezal de 100 N/s.

Figura 7.20 Máquina de ensayos Instron 8511

Se realizó el ensayo monotónico a rotura 15 veces, se registró la carga de rotura y se calculó la resistencia a la rotura siendo su valor medio 1148 MPa.

En la tabla siguiente se pueden observar los resultados para cada uno de los ensayos individuales. En ella, el valor que corresponde al radio del disco se indica mediante R, siendo R1, R2 y R3 distintas mediciones realizadas a cada probeta. También se indica el espesor medio de la probeta "t" y el valor de tres mediciones de espesor, t1, t2 y t3. Rb corresponde al radio de las esferas de soporte y carga. F es la carga registrada aplicada de rotura y σ la resistencia a la rotura.

Tabla 7.06. Resultados de los ensayos realizados en laboratorio a muestras de circona de radio 4 mm.

Nº Probeta	R1 (mm)	R2 (mm)	R3 (mm)	R (mm)	t1 (mm)	t2 (mm)	t3 (mm)	t (mm)	Rb (mm)	Ra (mm)	Ra/R	t/R	ν (disco)	F	f	σ max
1	4,00	4,00	4,00	4,00	1,20	1,25	1,15	1,20	3,00	3,46	0,87	0,30	0,30	914,1	1,78	1131,56
2	4,00	4,00	4,00	4,00	0,90	0,90	0,90	0,90	3,00	3,46	0,87	0,23	0,30	429,5	1,97	1042,92
3	4,00	4,00	4,00	4,00	1,20	1,25	1,20	1,22	3,00	3,46	0,87	0,30	0,30	801,5	1,77	960,36
4	4,00	4,00	4,00	4,00	1,10	1,05	1,10	1,08	3,00	3,46	0,87	0,27	0,30	843,9	1,85	1329,12
5	4,00	4,00	4,00	4,00	1,35	1,40	1,40	1,38	3,00	3,46	0,87	0,35	0,30	1165,0	1,69	1029,47
6	4,00	4,00	4,00	4,00	1,20	1,15	1,10	1,15	3,00	3,46	0,87	0,29	0,30	768,8	1,81	1052,19
7	4,00	4,00	4,00	4,00	1,05	1,00	1,00	1,02	3,00	3,46	0,87	0,25	0,30	565,7	1,89	1033,94
8	4,00	4,00	4,00	4,00	1,10	1,05	1,00	1,05	3,00	3,46	0,87	0,26	0,30	643,8	1,87	1091,09
9	4,00	4,00	4,00	4,00	1,30	1,25	1,30	1,28	3,00	3,46	0,87	0,32	0,30	982,7	1,74	1037,79
10	4,00	4,00	4,00	4,00	1,25	1,20	1,20	1,22	3,00	3,46	0,87	0,30	0,30	978,3	1,77	1172,20
11	4,00	4,00	4,00	4,00	1,05	1,00	1,00	1,02	3,00	3,46	0,87	0,25	0,30	735,5	1,89	1344,29
12	4,00	4,00	4,00	4,00	1,00	1,05	1,10	1,05	3,00	3,46	0,87	0,26	0,30	706,8	1,87	1197,86
13	4,00	4,00	4,00	4,00	1,00	1,00	1,00	1,00	3,00	3,46	0,87	0,25	0,30	578,7	1,90	1099,37
14	4,00	4,00	4,00	4,00	1,05	1,05	1,05	1,05	3,00	3,46	0,87	0,26	0,30	788,4	1,87	1336,15
15	4,00	4,00	4,00	4,00	1,25	1,25	1,25	1,25	3,00	3,46	0,87	0,31	0,30	1083,0	1,76	1217,29

8. Estudio por elementos finitos

Una vez fabricada la mordaza y validado su diseño y funcionamiento, se realizó el ensayo mediante análisis por elementos finitos. Para ello se reflejaron las mismas condiciones del ensayo real en una aplicación informática comercializada para ese fin.

8.1 Descripción del procedimiento

Para obtener unos resultados válidos mediante el uso de los elementos finitos es fundamental tratar de reproducir de la forma más fiel posible las condiciones reales del ensayo en el sistema de cálculo por lo que se definieron las siguientes condiciones de entorno y propiedades.

Asignación de materiales

Los elementos a considerar en el análisis por elementos finitos son las esferas de carga y soporte junto con el disco cerámico. Como ya se indicó en el apartado 7.2, todas las esferas son de Carburo de Tungsteno (WC) y el disco de Al_2O_3.

Ya que la mayoría de los materiales cerámicos son descritos como materiales frágiles isotrópicos, el disco se modela como isotrópico, homogéneo y elástico lineal definido por su módulo de Young E y el coeficiente de Poisson ν como se puede observar en la siguiente figura, que corresponde a la tabla de definición de material para el disco en la aplicación utilizada.

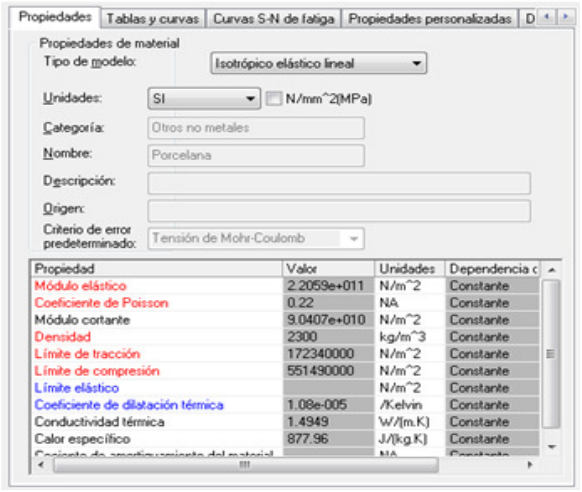


Figura 8.1 Parámetros de definición de material

Mallado del modelo

El siguiente paso a decidir es el tipo de elementos a utilizar para el mallado de los elementos implicados en el ensayo. El mallado, llamado de forma más precisa discretización, es la operación que convierte un modelo matemático en un modelo de elementos finitos listo para solucionar.

De entre las opciones que ofrece la aplicación, se utilizaron elementos tetraédricos sólidos de segundo orden ya que son los que mejor pueden adaptarse a la forma del modelo tridimensional y así obtener unos resultados más precisos.

La aplicación dispone de diversos controles que permiten establecer el tamaño, la tolerancia y las opciones globales del elemento la hora de aplicar el mallado. Podemos observar los definidos para el disco a estudio en la Figura 8.2.

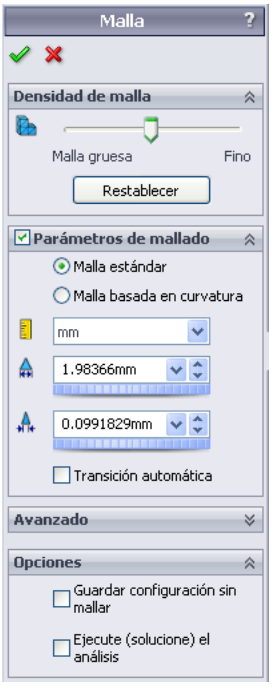


Figura 8.2 Parámetros de control de malla utilizados para el disco cerámico

También se utilizó una herramienta del sistema llamada *Control de Malla* que nos permite definir más calidad de malla sobre las caras de los elementos donde se necesitan obtener resultados más fieles y precisos. En este estudio se aplicaron sobre la totalidad el disco cerámico. La calidad de la malla tiene una influencia directa en la precisión y el coste computacional del análisis.

Definición de cargas y restricciones

Los siguientes aspectos a definir son el tipo de contacto que se produce entre los elementos del estudio y también los movimientos permitidos para cada uno de los componentes. En este caso existe contacto entre las tres esferas de soporte y la cara inferior del disco y entre la esfera de carga y la cara superior del disco.

El contacto entre todos los elementos es de tipo puntual (esfera sobre cara plana) y este aspecto nos lleva a una posible simplificación a la hora de modelar el sistema mediante elementos finitos ya que es sabido por estudios previos que es suficiente para el sistema de cálculo modelar la carga utilizando elementos puntuales y definir la sujeción por puntos de apoyo, es decir, en nuestro caso se podría prescindir de todas las esferas.

También, al ser un sistema simétrico, se puede utilizar 1/6 parte del ensamblaje y aplicar condiciones de simetría que nos ofrece la aplicación para simplificar el estudio.

En este estudio no se hará uso de estas simplificaciones al estar formado el conjunto por cinco elementos con formas no complejas y, además, disponer de un ordenador preparado y configurado para realizar análisis mediante el uso de elementos finitos.

En referencia a la posición, desplazamiento y contacto de los componentes, se definen para el análisis las siguientes condiciones:

- El centro de las esferas de soporte (inferiores) están fijadas en su posición, es decir, no se permiten desplazamientos para las esferas de soporte.

- Sus radios se ha definido para ser los mismos al de la esfera de carga

- El centro de la esfera de carga (superior) se permite mover sólo en la dirección normal a la cara del disco al aplicar la carga (eje Z).

- El tipo de contacto utilizado entre los componentes ha sido el de "Unión rígida" ya que las piezas interactúan directamente entre sí, se mueven juntas y están en contacto

Ejecución del estudio

Una vez definidas todas las condiciones de entorno, el sistema se encuentra listo para realizar el análisis utilizando los motores de cálculo que dispone. Durante el cálculo es sistema muestra un cuadro de diálogo con las condiciones de entrada junto con el progreso del cálculo (Fig.8.4)

En el caso del presente estudio el cálculo llevó unas 3 horas y 30 minutos para cada una de las configuraciones hasta la obtención de los resultados finales.

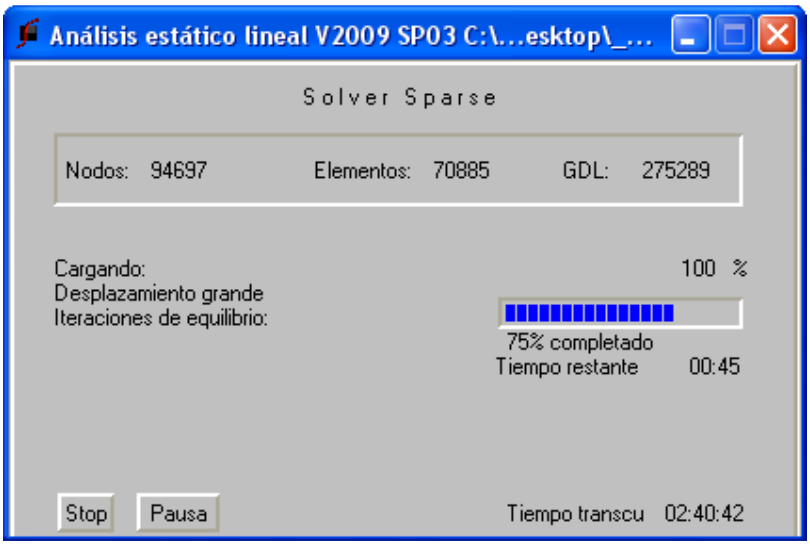


Figura 8.4 Cuadro de diálogo del proceso de cálculo del análisis.

8.2 Resultados de la simulación

Los resultados obtenidos mediante el análisis por elementos finitos indican que, aplicando una carga de fractura media de 735 N la resistencia a la rotura del resultante del material cerámico es de 1266.3 MPa. (Fig.8.5).

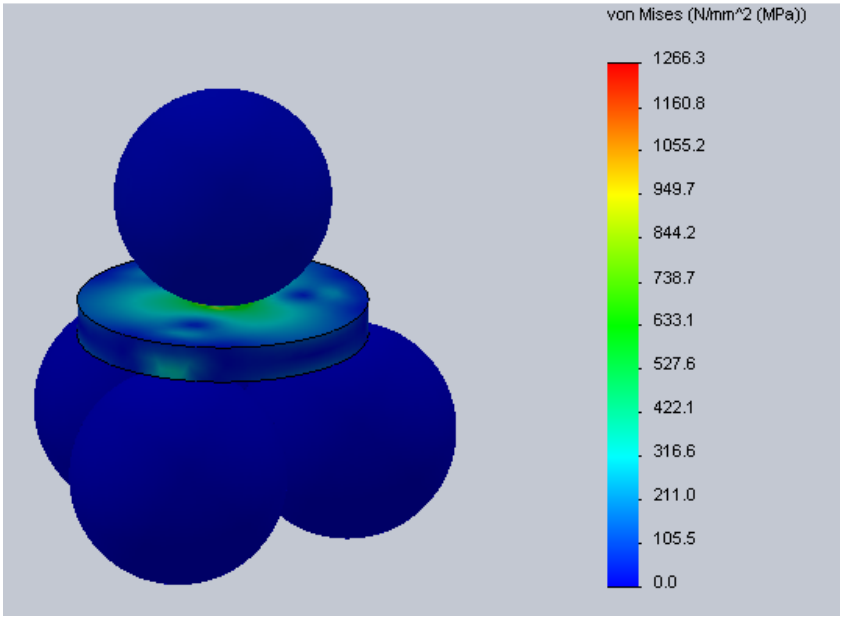


Figura 8.5 Resultados en el modelo virtual mostrando estado de tensiones en el caso de carga de fractura estimada.

Se ha de considerar que la aplicación de elementos finitos utilizada requiere que el usuario indique la fuerza a aplicar y, en base a esa fuerza y al resto de las condiciones del ensayo, se realiza el estudio para poder saber si la probeta a ensayo llegará a romper o no, a diferencia del ensayo real donde la fuerza aplicada es el resultado obtenido en el momento de la fractura de la probeta.

Por la razón antes expuesta se han realizado, por ordenador, varios ensayos y configuraciones con diferentes fuerzas aplicadas, pudiendo así acotar los valores de la fuerza de fractura estimada. El hecho de tener que realizar configuraciones diferentes no supone un esfuerzo de trabajo mucho mayor ya que la aplicación utilizada permite la creación de varias configuraciones, modificando alguna de las condiciones de ensayo, pero sin necesidad de repetir la totalidad de la definición del estudio.

En la siguiente imagen (Fig. 8.6) se puede observar la distribución de tensiones resultantes en la cara inferior del disco para una muestra ensayada bajo una carga de 735 N.

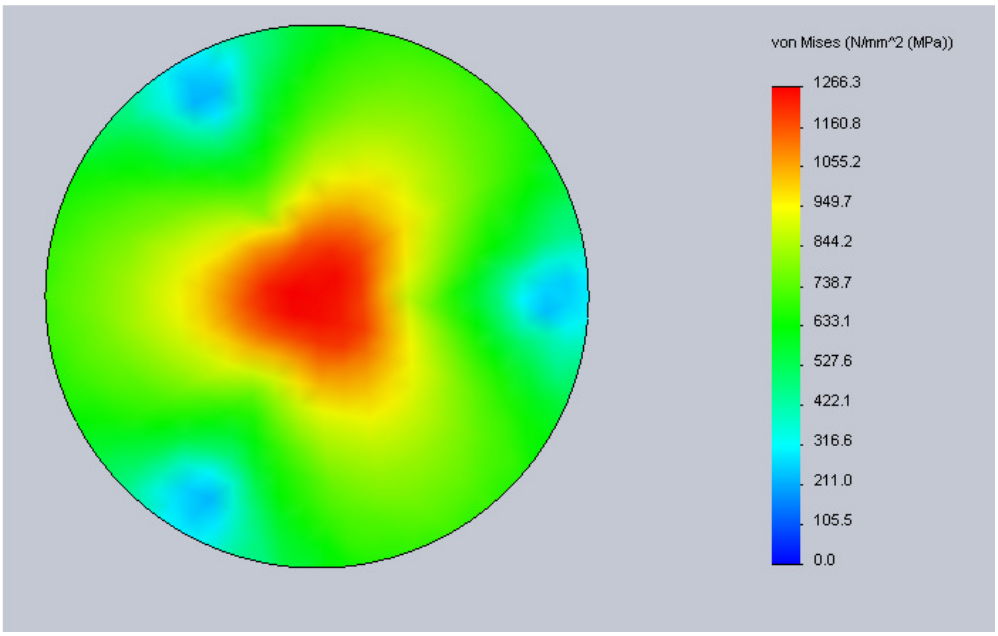


Figura 8.6 Distribución de tensiones en la cara inferior del disco.

9. Comparación de resultados y conclusiones

Al comparar los resultados obtenidos en el ensayo real, utilizando el dispositivo diseñado para ese fin, con los obtenidos utilizando el ensayo virtual mediante elementos finitos se puede observar que los valores numéricos son bastante aproximados (Tabla 9.1).

Tabla 9.1 Resultados finales de los ensayos

TIPO DE ENSAYO	RESULTADO
Ensayo real	1148 MPa
Ensayo por elementos finitos	1266.3 MPa

Estos resultados son suficientemente buenos como para poder validar el uso de los elementos finitos en el CIEFMA para los ensayos a flexión por tres puntos de discos cerámicos.

De todos modos cabe destacar que, con este estudio, no se pretende abandonar el uso de los ensayos destructivos que se llevan realizando hasta ahora, pero sí reducir en gran medida el número de ensayos a realizar a fin de optimizar los recursos de los que dispone el Centro.

Estos resultados serian extrapolables a cualquier otro laboratorio de ensayos para materiales y para tipos de ensayos similares a los considerados en este trabajo.

Costes ensayo laboratorio

Por otro lado, se pueden comparar los dos ensayos en relación a los costes de realización que conllevan.

Los costes de la realización de los ensayos de laboratorio están directamente relacionados con el número de muestras a ensayar y con las horas empleadas tanta para la preparación de las muestras como para la realización del ensayo propiamente dicho. En el presente estudio se han realizado 15 ensayos en laboratorio.

Los ensayos en laboratorio se realizan siempre para una cantidad mínima de cinco muestras ya que existen unos costes de preparación del equipo (diseño del experimento) por parte de un especialista.

Los costes detallados se muestran en el anexo "Presupuesto" que acompaña al presente estudio.

Se puede determinar que el coste medio aproximado para la realización del ensayo mecánico a una muestra es de 514,97 € incluyendo el coste de la fabricación y diseño de las mordazas.

Costes ensayo virtual

Para la realización del ensayo virtual se deben considerar los costes del diseño del experimento, que son independientes del número de ensayos a aplicar, y también se consideran los costes relacionados con el tiempo de procesado del ordenador. Hay que tener en cuenta que el tiempo de cálculo de los ensayos no implica que el técnico se encuentre físicamente junto al ordenador ya que podría programarse para realizar los cálculos automáticamente, por ejemplo, por la noche, aprovechando tiempos "muertos" del equipo. Se detallan en la Tabla 1.3 los costes aplicables al ensayo virtual.

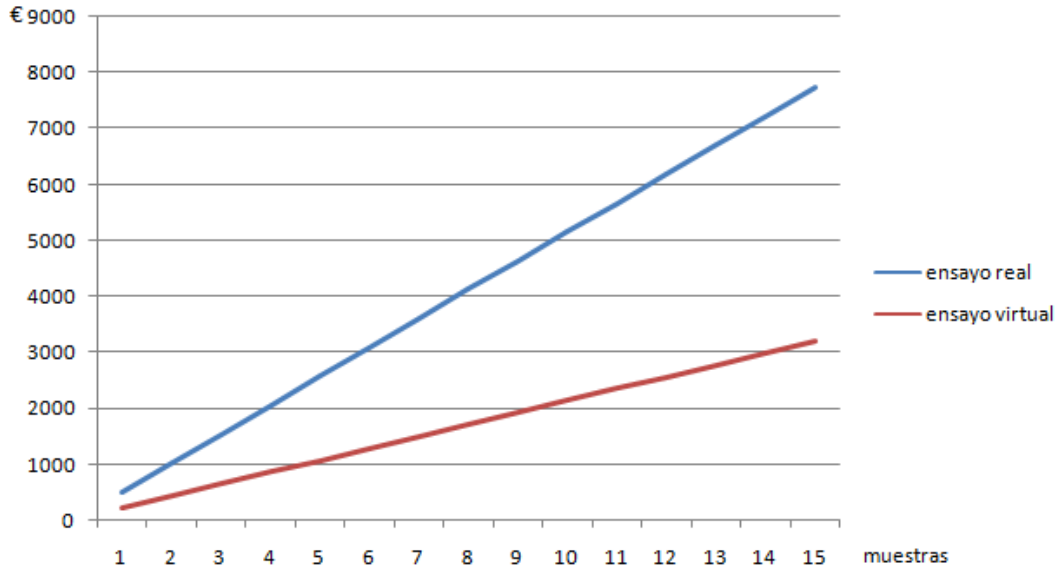
Tabla 9.2 Costes aplicables en el ensayo virtual.

Equipo	Horas	Coste (€/h)	Coste total (€)
Diseño protocolo experimento	1	60,00	60,00
Tiempo de cálculo y análisis	52,5	60,00	3150,00

Una vez descritos los costes se puede determinar que el coste para la realización del ensayo para una única muestra es de 214 €.

Comparando los costes unitarios de ambos ensayos se puede observar el ahorro importante (más del 50%) en la realización del ensayo virtual comparado con el realizado en laboratorio debido, en gran medida, al importante ahorro en la preparación de las muestras. En la gráfica siguiente se refleja claramente el ahorro del método virtual (Gráfico 1.1).

Gráfico 9.1. Coste muestra/€ para el ensayo real y virtual.



10. Aspectos Medioambientales

La realización de ensayos con muestras reales supone el uso de mordazas y útiles que se han fabricado específicamente para ese fin. Posteriormente deben ser acoplados a una máquina de ensayos que requiere del uso de energía y personal cualificado para la preparación y realización de los ensayos.

Las probetas a utilizar en los ensayos tienen que prepararse siguiendo un protocolo y una vez realizado el ensayo se convierten en residuos ya que no pueden ser reutilizadas para otros fines.

Por estas razones, el uso de los elementos finitos puede llegar a permitir un ahorro de recursos considerable al no ser necesarios prácticamente ninguno de los que implican la realización de ensayos destructivos. Si bien, no se puede descartar en su totalidad el uso de ensayos reales sí que se puede minimizar el uso de éstos reduciendo ampliamente el impacto ambiental que suponen los ensayos destructivos.

Por otro lado, gracias a estos ensayos, se pueden realizar previsiones sobre la calidad y propiedades del material, lo que permite alargar la vida de los componentes fabricados con ese material en servicio y garantizar un ahorro por cambios prematuros.

11. Bibliografía

ASTM Standard F394-78, STM Annual Book of Standards, Vol.15.02, Sección 16. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1996, pp. 466-490.

Alcalá Cabrelles, Jorge; Llanes, L; Mateo García, Antonio Manuel; Salán, M. N; Anglada, Marc, " Fractura de materiales", Barcelona Edicions UPC, 2002

Börger, A., Supancic, P., Danzer, R., The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: stress distribution in the disc, J. Europ. Ceram. Soc. 22(2002), 1425-1436.

Börger, A., Supancic, P., Danzer, R., The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: Part II: analysis of possible errors in strength determination, J. Europ. Ceram. Soc. 24(2004), 2917-2928.

Mikell P. Groover, "Fundamentos de manufactura moderna", Prentice-Hall Hispanoamericana, S.A., México (1997)

Smith, William Fortune, "Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales", Madrid McGraw-Hill, 1992

Thornton, R.A. Colangelo, V.J., "Ciencia de materiales para ingeniería", Ed. Prentice-Hall Hispanoamericana, S.A., México (1997)

Michael F. Ashby, David R.H. Jones, "Engineering materials 2", Pergamon Press, 1986.

Structural Research and Analysis Corporation, CosmosWorks Designer Training Manual. 2005.

Callister, William D., "Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales", Reverté (1995-1996)

M. Núria Salán, "Tecnología de proceso y transformación de materiales" Departament de Ciencia dels materials i enginyeria metal·lúrgica. UPC, ETSEIT