

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA MEDIANTE LA TÉCNICA DE NANOINDENTACIÓN DE PARTÍCULAS DURAS

N. Cuadrado¹, D. Casellas¹, J. Caro¹, L. Llanes²

¹CTM Centre Tecnològic

Avda. de les Bases de Manresa 1, 08242 Manresa, España.

E-mail: nuria.cuadrado@ctm.com.es, daniel.casellas@ctm.com.es, jaume.caro@ctm.com.es

²Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, ETSEIB, Universitat Politècnica de Catalunya

Avda. Diagonal 647, 08028, Barcelona, España.

E-mail: luis.miguel.llanes@upc.edu

RESUMEN

En el presente trabajo se ha evaluado mediante la técnica de nanoindentación la dureza, el módulo de Young y la tenacidad de fractura de carburos de tungsteno de tamaño micrométrico dispersos en una matriz de cobalto, material conocido como metal duro. La dureza y el módulo de Young de estas partículas duras ha sido evaluada mediante el uso de una punta piramidal tipo *Berkovich*. Se ha observado una dispersión en los valores de dureza debido al carácter marcadamente anisotrópico, en términos de dureza, que presenta este material. La tenacidad de fractura, K_{Ic} , ha sido evaluada mediante el método de microfractura por indentación utilizando una punta cúbica, a partir de la medida de la longitud de las grietas generadas en los vértices de las huellas residuales de nanoindentación. En este estudio se ha establecido una metodología válida que permita determinar K_{Ic} , discutiéndose la aplicabilidad de los distintos modelos semiempíricos comúnmente utilizados. Los valores de tenacidad obtenidos concuerdan con los resultados obtenidos en estudios previos a partir de la curva R sobre este tipo de material.

ABSTRACT

In this work the hardness, Young modulus and fracture toughness of micro-sized tungsten carbide particles embedded in a cobalt matrix (hardmetal) has been evaluated by means of nanoindentation. Hardness and Young modulus of these hard particles have been determined using a *Berkovich* tip indenter. The obtained hardness values show a broad spread due to the marked hardness anisotropy of this material. Fracture toughness, K_{Ic} , has been measured by inducing cracks at the corner of the indentation (IM, Indentation Microfracture method) by using a cube corner indenter. In this paper, the applicability of different expressions for the evaluation of K_{Ic} by IM method is discussed. The fracture toughness value for WC obtained by nanoindentation is in agreement with the initial value of the R-curve.

PALABRAS CLAVE: Nanoindentación, tenacidad de fractura, metal duro.

1. INTRODUCCIÓN

Las partículas duras juegan un rol importante en la respuesta mecánica de materiales multifásicos. Este es el caso, por ejemplo, de los aceros de herramienta, donde los carburos gobiernan la resistencia al desgaste y actúan como puntos de inicio de fractura. Por tanto, el conocimiento de las propiedades mecánicas intrínsecas de estas partículas proporciona una información crucial en el desarrollo de nuevos materiales multifásicos con altas prestaciones mecánicas. En este sentido, la resistencia al desgaste y a la fractura de estos materiales puede optimizarse a partir de una relación dureza-tenacidad adecuada de las partículas duras constituyentes. Sin embargo, en muchas ocasiones no se conoce en detalle las propiedades mecánicas de estas partículas debido, básicamente, a la dificultad

experimental que comporta su análisis. En este sentido, el potencial analítico de la técnica de nanoindentación ofrece la posibilidad de evaluar la dureza, el módulo elástico y la tenacidad de fractura de partículas duras de tamaño micrométrico.

Entre la gran variedad de materiales multifásicos utilizados para distintas aplicaciones en el sector metal-metálico (corte, conformado, etc.), el metal duro constituye un material estratégico. Dicho material está formado por una dispersión de carburos de tungsteno WC, de tamaño micrométrico, en una matriz de cobalto. El presente trabajo se ha centrado en la caracterización micromecánica de estos carburos mediante la técnica de nanoindentación, evaluándose su dureza y módulo de Young, así como la tenacidad de fractura (K_{Ic}) mediante el método de microfractura por indentación. Este estudio

ha permitido establecer una metodología válida para la determinación de K_c , discutiéndose la aplicabilidad de los dos modelos semiempíricos más comúnmente utilizados, el de Anstis y el de Laugier.

2. ANÁLISIS DE LA TENACIDAD DE FRACTURA

La tenacidad de fractura de los carburos ha sido analizada mediante el método de microfractura por indentación IM (*Indentation Microfracture*). Mediante la aplicación de indentadores puntiagudos es posible inducir pequeñas grietas de tamaño y forma controladas. La morfología final de las grietas dependerá de la carga de indentación, la geometría del indentador y la tenacidad del material. La configuración de grieta más común en los materiales frágiles es la radial o *halfpenny* (figura 1a) [1]; mientras que las grietas tipo *Palmqvist* (figura 1b) se desarrollan a cargas de indentación muy bajas o en materiales con una tenacidad muy elevada (como es el caso de los metales duros [2] o la circonita [3]). La transición entre estas dos configuraciones tiene lugar cuando la carga de indentación se incrementa.

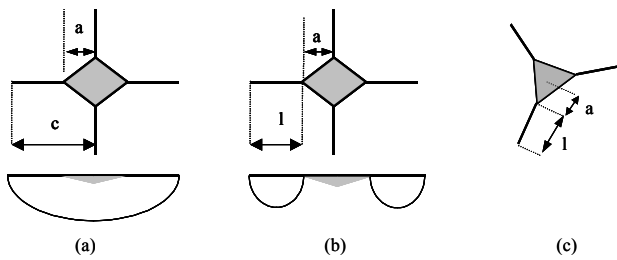


Figura 1. (a) Grietas radiales y (b) grietas tipo Palmqvist generadas a partir de una huella de indentación Vickers; (c) grietas generadas por un indentador Berkovich.

Las grietas que emanan de los vértices de una indentación Vickers o Berkovich se detienen cuando la tensión residual en la punta de la grieta está en equilibrio con K_c . Por lo tanto, en materiales frágiles K_c puede evaluarse midiendo la longitud de las grietas inducidas por la indentación. Existen numerosas expresiones para determinar K_c mediante el método IM dependiendo de la geometría del indentador y la morfología de la grieta [1, 2, 4]. Una de las expresiones más ampliamente utilizada para grietas radiales es la relación propuesta por Anstis y col. [1]:

$$K_c = \chi \frac{P}{c^{3/2}} = \xi_v^R \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (1)$$

Donde P es la carga de indentación, c la longitud de la grieta, E el módulo de Young, H la dureza y ξ_v^R es un coeficiente de calibración que depende de la geometría del indentador y de la geometría de la grieta. Los valores que han sido propuestos por Anstis y col. con el objetivo de reproducir la tenacidad de fractura de un

conjunto de materiales frágiles para la constante ξ_v^R para indentadores Vickers y Berkovich es de 0.016 ± 0.004 [1].

Se han desarrollado varias expresiones para calcular K_c para la configuración de grieta tipo Palmqvist. Entre otras, la expresión comúnmente utilizada es la propuesta por Laugier [4]:

$$K_c = \chi_v \left(\frac{a}{l} \right)^{1/2} \left(\frac{E}{H} \right)^{2/3} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (2)$$

Donde a es la mitad de la diagonal de la huella de indentación, l es la longitud de la grieta (figura 1b) y χ_v es una constante evaluada en 0.015 a partir del ajuste de la expresión (2) a los datos previamente generados por Anstis y col. [1] utilizando indentadores Vickers.

La aplicabilidad de la expresión (1) está limitada a grietas radiales y ha de cumplir la condición $c > 2a$. Este sistema de grietas es fácilmente aplicable a la geometría simétrica de un indentador Vickers (figura 1a). No obstante, la naturaleza no simétrica de un indentador Berkovich o cúbico, no permite que las grietas radiales se unan por debajo de la huella de indentación (figura 1c) y, en consecuencia, la aplicación de la ecuación (1), en este caso, resulta dudosa. Hay que destacar que las expresiones anteriores fueron desarrolladas y aplicadas para indentación en materiales frágiles policristalinos, por lo que su aplicabilidad a nanoindentación de fases cristalinas aisladas no es directa. En este sentido, Casellas y col. [5] han evaluado las propiedades micromecánicas de carburos primarios de varios aceros de herramienta, demostrando que la expresión de Laugier con $\chi_v = 0.016$ es la más indicada para su evaluación mediante el uso de puntas Berkovich.

En el caso de una punta cúbica, Pharr y col. [6] utilizan la expresión de Anstis con $\xi_v^R = 0.040$. Sin embargo, varios autores sugieren diferentes valores para ξ_v^R . Si se asume que esta constante está relacionada con el ángulo de la punta del indentador ($\xi_v^R = \xi_r^R (\cot\theta)^{2/3}$, donde ξ_r^R es una constante) se obtiene un valor de 0.033 [7]. No obstante, se han reportado valores de 0.036 por otros autores [8]. Esta falta de definición de ξ_v^R incrementa la incertidumbre en el cálculo de K_c mediante puntas cúbicas.

En el presente estudio se ha utilizado un indentador cúbico a bajas cargas de indentación, siendo de esperar la generación de grietas tipo Palmqvist. Por otra parte, las grietas generadas no cumplen con la condición de aplicabilidad de la expresión de Anstis ($c > 2a$). Por este motivo, se espera que la expresión de Laugier (con un

valor de χ_v apropiado) proporcione mejores resultados que la expresión de Anstis en la evaluación de K_c .

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1. Caracterización del material

El estudio se ha centrado en los carburos de tungsteno de un metal duro cuya composición química y propiedades mecánicas se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química y propiedades mecánicas del metal duro estudiado.

WC (% en peso)	91,5 ± 0,2
Co (% en peso)	8,5 ± 0,2
Tamaño de grano medio (µm)	20
Dureza (HV10)	1050 ± 50
Densidad (g/cm ³)	14,65 ± 0,1
Resistencia a la flexión (MPa)	2100

La identificación de fases y grado de orientación cristalina del material se llevó a cabo mediante difracción de rayos X en la configuración de Bragg-Brentano θ - 2θ (Bruker D8-DISCOVER) utilizando radiación Cu $K\alpha$.

3.2. Caracterización micromecánica

La dureza (H), módulo elástico (E) y tenacidad de fractura de los carburos (K_c) ha sido determinada mediante la técnica de nanoindentación (NanoIndenter XP de MTS). Se ha utilizado una punta de diamante tipo Berkovich, calibrada sobre una muestra patrón de sílica según el método de Oliver y Pharr [9]. Las medidas de H y E se han realizado suponiendo un coeficiente de Poisson de los carburos de $\nu = 0.25$, y aplicando una carga de indentación de 200 mN. La tenacidad de fractura ha sido evaluada mediante el uso de una punta de diamante cúbica con cargas de indentación de 200 y 300 mN. La longitud de las grietas radiales generadas en los vértices de las huellas de indentación ha sido evaluada mediante microscopía óptica confocal (Sensofar PLµ 2300).

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de H y E obtenidos del análisis de los carburos se muestran en la figura 2. Como puede observarse, existe una notable dispersión en la dureza, variando ésta entre 22,0 y 30,7 GPa, aunque el valor de E/H se mantiene relativamente constante ($\sim 24 \pm 1$). Debido a esta gran dispersión de valores no se puede establecer un valor promedio de dureza. Por otra parte, no se distinguen dos o más poblaciones de dureza, puesto que ésta varía de forma continua. En trabajos previos de nanoindentación sobre segundas fases en aceros de herramientas no se ha observado esta variabilidad en la dureza para un mismo tipo de carburo [5].

La variabilidad observada en los valores de dureza puede estar asociada a un efecto de anisotropía en las partículas de WC. La morfología cristalina del WC corresponde a un prisma truncado con dos tipos de caras prismáticas y un plano basal, tal y como se muestra en la figura 3 [10].

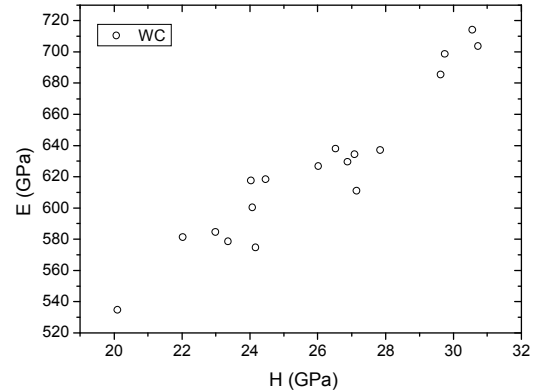


Figura 2. E en función de H para los carburos WC en el metal duro estudiado.

Estudios de French y col. [11] muestran que la dureza del plano basal es aproximadamente dos veces mayor que la dureza de las caras prismáticas. Por otra parte, los resultados de difracción de rayos X obtenidos en este trabajo muestran una única fase cristalina correspondiente al WC policristalino, en la que los carburos no presentan ninguna orientación preferencial respecto al plano analizado de la muestra. Puesto que se han analizado de manera aleatoria distintos carburos, la dispersión de dureza observada se debería, principalmente, al carácter marcadamente anisotrópico de este material cuya dureza depende notablemente del plano cristalino analizado.

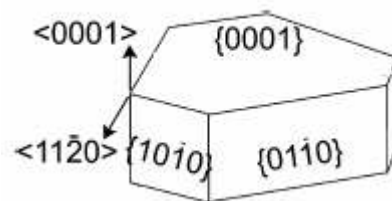


Figura 3. Morfología cristalina del WC, mostrándose el plano basal (0001) y las caras prismáticas (1010) y (0110)

En la figura 4 se muestra una imagen de microscopía óptica confocal donde pueden observarse dos carburos indentados con punta Berkovich. En la figura 5 puede observarse un detalle de una huella residual de nanoindentación generada sobre una partícula de WC con un indentador cúbico y las grietas resultantes. Cabe indicar que las grietas inducidas en las partículas no emanan siempre de los vértices de la indentación y que, en algunos casos, no es posible generarlas.

La tenacidad de fractura de las partículas de WC se ha obtenido utilizando la expresión de Laugier (2). Para el cálculo de K_c se ha utilizado el valor medio de E/H obtenido a partir de las nanoindentaciones realizadas con el indentador tipo Berkovich, ya que con el indentador cúbico no se pueden obtener las propiedades mecánicas del material debido a que no se puede calibrar adecuadamente el área de contacto.

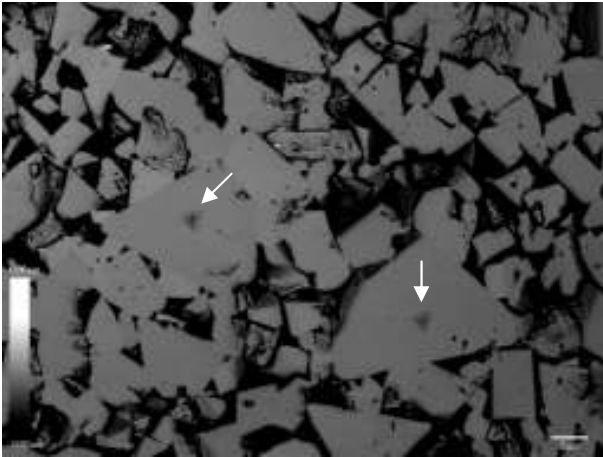


Figura 4. Nanoindentaciones en partículas de WC en metal duro realizadas con un indentador Berkovich a una carga de 200 mN.

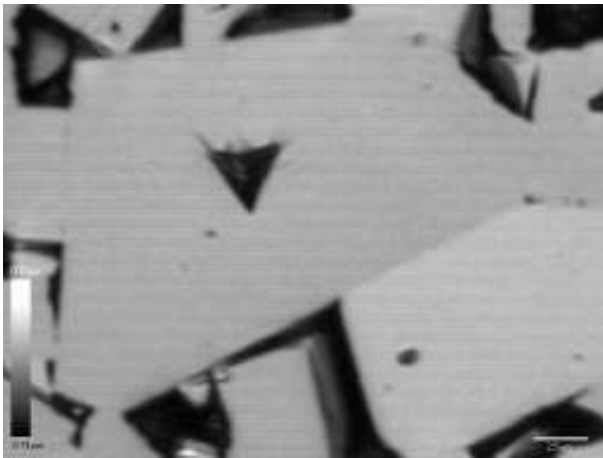


Figura 5. Nanoindentación en una partícula de WC en metal duro realizada con un indentador cúbico a una carga de 200 mN.

Para determinar si una grieta es válida o no para el cálculo de K_c se ha utilizado el criterio de Niihara [2], según el cual la longitud de las grietas ha de cumplir con la condición $0.4 < a/l < 1$. En la tabla 2 se muestran los resultados obtenidos para K_c utilizando distintos valores para χ_v debido a la incertidumbre de este valor para indentadores cúbicos. Se ha asumido que para indentadores cúbicos χ_v varía de la misma manera que el parámetro ξ_v^R cuyo valores reportados varían entre 0.033 y 0.04 tal y como se discute en el apartado 2.

Como puede observarse, el valor de la constante χ_v varía de forma notable el valor de K_c . Con el objeto de poder determinar un valor preciso de esta constante, se procederá, en futuros trabajos, a la calibración de la ecuación de Laugier mediante la indentación con punta cúbica de distintos materiales frágiles cuya tenacidad de fractura sea bien conocida.

Tabla 2. Valores de tenacidad de fractura para las partículas de WC en metal duro.

χ_v	K_c (MPa/ \sqrt{m})
0.040	7.4 ± 2.0
0.036	6.6 ± 2.0
0.033	6.1 ± 1.8

En la figura 6 se comparan los resultados obtenidos de tenacidad de fractura en función de la dureza con los de otras partículas duras [5]. Destacar que en la figura 6 se incluyen resultados de tenacidad y dureza para WC medidos por Warren [12] mediante indentación esférica. Los valores reportados por Warren son similares a los obtenidos en el presente estudio. Estos resultados indican que la nanoindentación es una técnica interesante para medir la tenacidad de partículas duras dispersas en materiales multifásicos.

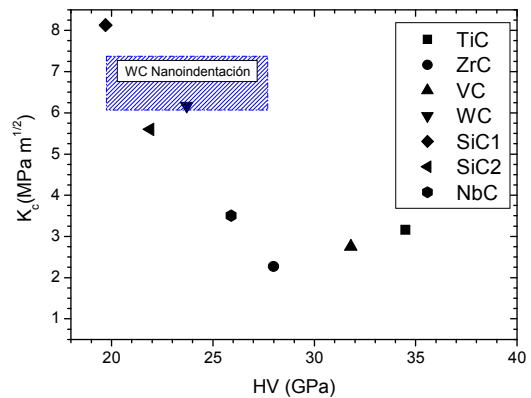


Figura 6. Relación entre K_c y dureza en varias partículas duras. El recuadro representa el rango de variabilidad de dureza y tenacidad de las partículas estudiadas en este trabajo.

El conocimiento de la tenacidad del WC en el metal duro puede ser utilizado para racionalizar su comportamiento a fractura. La microestructura del metal duro permite el desarrollo de un comportamiento de curva-R, mediante la formación de microligamentos dúctiles de Co [13,14]. El punto de inicio de la curva-R, se define como K_0 , o tenacidad intrínseca, y hasta la fecha sólo ha podido ser estimada. Según Sigl y Exner la curva-R se desarrolla hasta el valor máximo de apantallamiento a lo largo de 4-5 carburos [14,15]. Teniendo esto en cuenta, la tenacidad del primer carburo de WC donde se inicia la curva-R se puede tomar como K_0 . Llanes y col. han estimado este valor en 7.1 MPa $m^{1/2}$ a partir de mediciones experimentales de curva-R

[13,15]. Este valor está en el rango de tenacidad calculada en WC mediante nanoindentación que muestra la tabla 2.

Estos resultados permiten concluir que la evaluación de la tenacidad de fractura en partículas duras en materiales que pueden desarrollar curva-R permite determinar la tenacidad intrínseca o K_0 y por tanto definir con más exactitud los primeros tramos de la curva-R.

5. CONCLUSIONES

A partir de los resultados de nanoindentación en partículas de WC en metal duro se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Se ha establecido una metodología experimental y de análisis válida para la determinación de K_c en partículas duras de tamaño micrométrico mediante la técnica de nanoindentación utilizando puntas tipo Berkovich y cúbicas.
- Se observa que la dureza varía de forma continua entre 22,0 y 30,7 GPa, dependiendo del carburo indentado, manteniéndose la relación E/H relativamente constante. Esta variabilidad se debe a la marcada anisotropía del WC, por lo que su dureza depende del plano cristalino analizado.
- La tenacidad del WC se ha evaluado mediante puntas cúbicas. Debido a la incertidumbre de la expresión de Laugier para este tipo de geometría no se puede establecer un valor preciso para K_c , que oscila entre 6.1 y 7.4 MPa m^{1/2}. Por este motivo se requiere seguir analizando la aplicabilidad de la expresión de Laugier para puntas cúbicas, recalibrando el valor de χ_v .
- La tenacidad del WC coincide con los valores estimados de K_0 por otros autores en la evaluación experimental de la curva-R en metal duro.
- La técnica de nanoindentación de partículas duras en materiales multifásicos puede ser utilizada para calcular K_0 en materiales que desarrollen curva-R.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por el Ministerio de Educación y Ciencia (DPI2006-12279). Los autores desean agradecer a M. Marsal (ETSEIB, UPC) su asistencia técnica en las medidas de microscopía electrónica de barrido y al Dr. F. Gispert (Universitat Rovira i Virgili) la realización de las medidas de difracción de rayos X.

REFERENCIAS

- [1] Anstis, G.R., Chantikul, P., Lawn, B.R., Marshall, D.B., *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness. I. Direct crack measurements*, J. Am. Ceram. Soc. (64), pp. 533-538, 1981.
- [2] Niihara, K., Morena, R., Hasselman, D.P.H., *A fracture mechanics analysis of indentation induced Palmqvist crack in ceramics*, J. Mater. Sci. (2), pp. 221-223, 1983.
- [3] Casellas, D., Feder, A., Llanes, L., Anglada, M., *Fracture toughness and mechanical strength of Y-TZP/PSZ ceramics*, Scrip. Mater. (45), pp. 213-220, 2001.
- [4] Laugier, M.T., *Palmqvist indentation toughness in WC-Co composites*, J. Mater. Sci. Letters (6), pp. 897-900, 1987.
- [5] Casellas, D., Caro, J., Molas, S., Prado, J.M., Valls, I., *Fracture toughness of carbides in tool steels evaluated by nanoindentation*, Act. Mater. (55), pp. 4277-4286, 2007.
- [6] Pharr, G.M., *Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation*, Mater. Sci. and Eng. A (253), pp. 151-159, 1998.
- [7] Chen, J., Bull, S.J., *Indentation fracture and toughness assessment for thin optical coatings on glass*, J. Phys. D: Appl. Phys. (40), pp. 5401-5417, 2007.
- [8] Harding, D.S., Oliver, W.C., Pharr, G.M., *Cracking during nanoindentation and its use in the measurement of fracture toughness*, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. (356), pp. 663-668, 1995.
- [9] Oliver, W.C., Pharr, G.M., *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, J. Mater. Res. (7), pp. 1564-1583, 1992.
- [10] Lay, S., Allibert, C.H., Christensen, M., Wahnström, G., *Morfology of WC grains in WC-Co alloys*, Mater. Sci. and Eng. A (486), pp. 253-261, 2008.
- [11] French, D.N., Thomas, D.A., *Hardness anisotropy and slip in WC crystals*, Trans. Metal. Soc. AIME (233), pp. 950-952, 1965.
- [12] Warren, R., *Measurement of the fracture properties of brittle solid by hertzian indentation*, Act. Metal. (26), pp. 1759-1769, 1978.

- [13] Llanes, L., Torres, Y., Anglada, M., *On the fatigue crack growth behavior of WC-Co cemented carbides: kinetics description, microstructural effects and fatigue sensitivity*, Act. Mater. (50), pp. 2381-2393, 2002.
- [14] Sigl L.S., Exner H.E., *Experimental study of the mechanics of fracture in WC-Co alloys*, Metall Trans A (18), pp. 1299–1308, 1987.
- [15] Torres Y., Bermejo R., Llanes L., Anglada M., *Influence of notch radius and R-curve behaviour on the fracture toughness evaluation of WC-Co cemented carbides*, Eng. Frac. Mech., (15) pp. 4422-4430, 2008.