

ESTUDIO DE LA MORFOLOGÍA DE GRIETAS GENERADAS POR NANOINDENTACIÓN Y SU EFECTO EN EL CÁLCULO DE LA TENACIDAD DE FRACTURA

N. Cuadrado¹, E. Jimenez-Piqué², D. Casellas^{1,3}, M. Anglada²

¹Fundació CTM Centre Tecnològic
Avda. de les Bases de Manresa 1, 08242 Manresa, España.
E-mail: nuria.cuadrado@ctm.com.es, daniel.casellas@ctm.com.es

²Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, ETSEIB, Universitat Politècnica de Catalunya, 08028, Barcelona.
E-mail: emilio.jimenez@upc.edu, Marc.J.Anglada@upc.edu

³Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, EPSEM, Universitat Politècnica de Catalunya, Avda Bases de Manresa 61, 08042 Manresa.

RESUMEN

En el presente trabajo se ha utilizado la técnica de nanoindentación para inducir grietas en diferentes materiales cerámicos y estudiar la morfología de grieta generada por la aplicación de un indentador tipo *Berkovich*. El estudio morfológico de las grietas se ha llevado a cabo mediante pulido secuencial y la técnica de microscopía de haz de iones focalizados (FIB/SEM). Para la geometría de indentador utilizada y la morfología de grieta obtenida, se ha llevado a cabo un estudio de la aplicabilidad de las expresiones más comúnmente utilizadas para el cálculo de la tenacidad de fractura en materiales frágiles por indentación. Previamente al estudio de la validez de las ecuaciones, para poder obtener una medida de K_{Ic} fiable, se ha realizado una calibración de las ecuaciones para la geometría de indentador tipo *Berkovich*.

ABSTRACT

In this work, the cracks generated by nanoindentation with a Berkovich indenter are analysed. The crack morphology is studied by sequential polishing and Focused Ion Beam tomography. The applicability of the most used equations for calculating the fracture toughness (K_{Ic}) is discussed in terms of the indenter geometry and applied loads. A calibration of these equations for the *Berkovich* indenter has been performed in order to obtain a reliable measurement of K_{Ic} .

PALABRAS CLAVE: Nanoindentación, FIB, tenacidad de fractura, cerámica.

1. INTRODUCCIÓN

El conocimiento de las propiedades mecánicas intrínsecas de las partículas duras existentes en materiales multifásicos proporciona una información valiosa para el desarrollo de nuevos materiales con altas prestaciones mecánicas. Las propiedades macroscópicas, como la resistencia al desgaste o a la fractura, puede optimizarse a través del conocimiento de las propiedades micromecánicas de los distintos constituyentes microestructurales. No obstante, existe

una dificultad experimental en el análisis de fases aisladas, debido a su tamaño micrométrico. 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 fases duras, tales como precipitados (carburos en aceros de herramienta o silicio en fundiciones de Al-Si) o partículas dispersadas (metal duro o materiales compuestos reforzados con partículas duras). La tenacidad de fractura de materiales frágiles puede ser evaluada mediante el método de microfractura por

indentación IM (*Indentation Microfracture*). Este método consiste en la aplicación de indentadores puntiagudos, tradicionalmente tipo *Vickers*, con el objetivo de inducir grietas de tamaño y formas controladas. A partir del tamaño de la indentación y de la longitud de la grieta generada se han propuesto diferentes ecuaciones semiempíricas para el cálculo de la tenacidad de fractura (K_c). Una de las ecuaciones más utilizadas es la propuesta por Anstis y col. en la que se supone que la aplicación de un indentador *Vickers* genera una morfología de grieta semicircular (figura 1a) [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 una constante 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].

Otra de las ecuaciones utilizadas es la propuesta por Laugier en la que se supone que la aplicación de un indentador *Vickers* en materiales más tenaces como el metal duro, genera una morfología de grieta tipo *Palmqvist* [2].

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

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. utilizando indentadores *Vickers* [1].

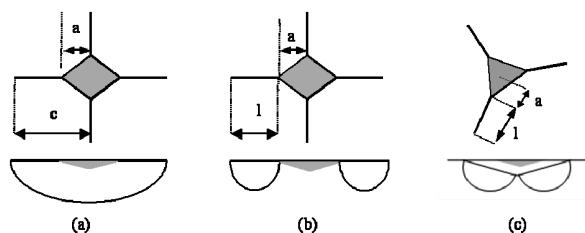


Figura 1. (a) Grietas tipo *half-penny* y (b) grietas tipo *Palmqvist* generadas a partir de una huella de indentación *Vickers*; (c) grietas radiales generadas por un indentador *Berkovich*.

Es importante notar que la aplicabilidad de la expresión de Anstis y col. está limitada a grietas semicirculares (*half-penny*) que son las que se producen generalmente por la aplicación de un indentador *Vickers* debido a su simetría (figura 1a). Sin embargo, la naturaleza no simétrica de un indentador *Berkovich*, no permite que las grietas se unan por debajo de la huella de indentación (figura 1c) y, en consecuencia, la aplicación de la ecuación, en este caso, resulta dudosa desde un punto de vista fenomenológico.

Hay que recordar que las expresiones fueron desarrolladas y calibradas para indentación en materiales frágiles usando indentadores *Vickers* y cargas relativamente elevadas, por lo que su aplicabilidad a puntas de tres caras tipo *Berkovich* típicas de nanoindentación debe ser revisada. Dada la importancia que tiene la constante de calibración en la correcta aplicabilidad de las ecuaciones para el cálculo de K_c , ya que incluye el efecto de la geometría de indentador y el tipo de grieta generada, en este trabajo se ha realizado una nueva calibración de las ecuaciones para la geometría de indentador tipo *Berkovich* teniendo en cuenta el tipo de morfología de grieta. Esta calibración es necesaria ya que en el caso de la ecuación de Anstis y col. la calibración de la constante se realizó mediante microindentación *Vickers* y una morfología de grieta generada semicircular (*half-penny*) [1], con lo que no existe una calibración adecuada para el caso de un indentador *Berkovich* en la que se deben formar grietas radiales o tipo *Palmqvist* debido a su naturaleza no simétrica. En el caso de la ecuación de Laugier el supuesto de la generación de grietas tipo *Palmqvist* es debido a que se suponen cargas de indentación bajas o materiales tenaces con el uso de indentadores tipo *Vickers*, con lo que la calibración debe ser revisada a geometrías tipo *Berkovich*.

Por otro lado, es conocido que un indentador *Vickers* produce básicamente dos tipos de sistemas de grietas: radiales y laterales [3,4].

En los ensayos de nanoindentación la geometría de indentador más utilizada es una punta de diamante piramidal de tres caras tipo *Berkovich*. El cambio de geometría de indentador y de rango de cargas aplicadas cuando se pasa de ensayos de microindentación a ensayos de nanoindentación, hace que se deba revisar la validez de las ecuaciones existentes formuladas para microindentación *Vickers*. Con este objetivo el presente trabajo se ha centrado en el estudio de la aplicabilidad de la evaluación de la tenacidad de fractura (K_c) mediante el método de microfractura por indentación según la geometría de indentador *Berkovich* y la morfología de grieta generada.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Caracterización micromecánica

Para realizar el estudio de la aplicabilidad de las diferentes expresiones existentes para el cálculo de la tenacidad de fractura se han utilizado tres materiales con K_C bien conocida y determinada a partir de probetas prefisuradas (métodos SENB). Estas técnicas usan grietas grandes y la tenacidad obtenida no depende de una constante de calibración como ocurre con la microfractura por indentación. Para elegir los materiales para llevar a cabo el estudio debe tenerse en cuenta que las fisuras generadas por nanoindentación son muy pequeñas. Por tanto, para comparar con valores de tenacidad obtenidos con grietas grandes, se debe asegurar previamente que la tenacidad no dependa de la longitud de la grieta. Es bien conocido que en materiales cerámicos existen mecanismos de aumento de tenacidad que se desarrollan conforme la grieta se propaga, y por lo tanto la tenacidad de fractura depende de la longitud de fisura. Para evitar este efecto, se ha escogido un vidrio (vidrio de sosa cal) y dos monocristales Si (100) y SiC-6H (0001). Estos monocristales han sido escogidos por la facilidad de encontrar valores referenciados de tenacidad y por no presentar curva R. En el caso del vidrio, está bien referenciado que su tenacidad puede ser evaluada a partir del método IM usando la ecuación (1) [1]. En la tabla 1 se muestran los valores de K_C para el vidrio, evaluada a partir de microindentación Vickers, y para Si (100) y SiC-6H (0001) referenciadas en bibliografía y evaluadas con técnicas distintas a la IM [5, 6].

Tabla 1. Tenacidad de fractura de los materiales analizados

Material	K_C (MPa·m ^{1/2})
Vidrio de sosa cal	0,54
Si (100)	0,95
SiC (0001)	3,4

La dureza (H), módulo elástico (E) y K_C de los materiales analizados han sido determinados mediante la técnica de nanoindentación (NanoIndenter XP de MTS). Se ha utilizado una punta de diamante tipo Berkovich, calibrada sobre una muestra patrón de sílice según el método de Oliver y Pharr [7]. La tenacidad de fractura ha sido evaluada mediante el uso de una punta de diamante tipo Berkovich con cargas de indentación de 50 mN hasta 3 N. La longitud de las grietas generadas en los vértices de las huellas de indentación ha sido evaluada mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

2.2 Caracterización de la morfología de las grietas mediante FIB y pulido secuencial

Para el análisis de la morfología de la grieta generada a partir de la aplicación de un indentador tipo Berkovich,

se han utilizado la técnica de pulido secuencial y la técnica de microscopía de haz de iones focalizados (FIB/SEM). Los cortes de FIB se realizaron en un equipo Zeiss 40, utilizando un haz de iones de 200pA a 30kV y tomando fotos SEM cada dos pasos de pulido iónico. Para la reconstrucción tomográfica a partir de cortes de FIB se utilizó el software Avizo.

Para poder revelar la morfología de la grieta mediante el pulido secuencial se realizó un ataque de la muestra con ácido fluorhídrico al 5%.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la tabla 2 se muestran los resultados de la constante de calibración para las ecuaciones de Anstis y col. y de Laugier. En las Figuras 2 y 3 se muestran los ajustes realizados para las ecuaciones y su coeficiente de correlación.

Tabla 2. Resultados de la calibración para punta Berkovich de las ecuaciones para el cálculo de K_C .

Morfología de grieta	Geometría de indentador	Ecuación	
		Anstis y col.	Laugier
Half-Penny	Vickers	0.016 ± 0.004	
Radial o Palmqvist	Vickers		0.015 ± 0.026
Radial o Palmqvist	Berkovich	0.026 ± 0.001	0.022 ± 0.001

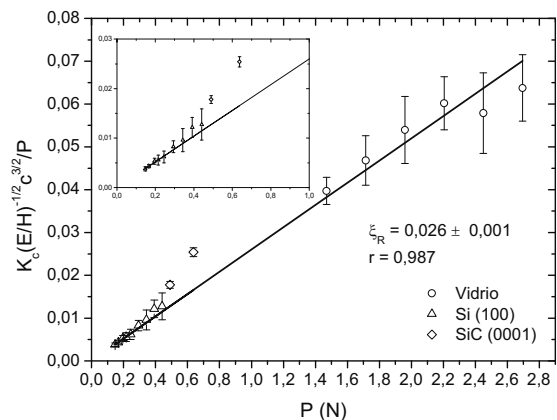


Figura 2. Ajuste de la ecuación de Anstis y col. para una geometría de indentador Berkovich y una morfología de grieta radial o Palmqvist.

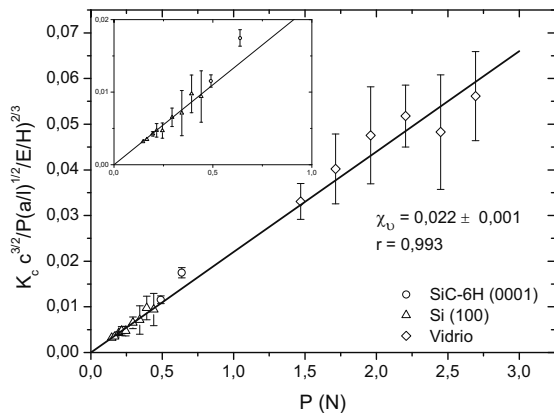


Figura 3. Ajuste de la ecuación de Laugier para una geometría de indentador Berkovich y una morfología de grieta radial o Palmqvist.

En las figuras 2 y 3 puede observarse que la ecuación que presenta un mejor ajuste para los materiales analizados es la ecuación de Laugier (ecuación (2)). Teniendo en cuenta las constantes obtenidas por los ajustes efectuados en las figuras 2 y 3 ($\xi = 0.026$ para la ecuación de Anstis y col., y $\chi_v = 0.022$ para la de Laugier), en la tabla 3 se presentan los valores de K_c calculados para los materiales estudiados.

Tabla 3. Comparación de la K_c calculada utilizando la ecuación de Anstis y col. y la ecuación de Laugier con las diferentes calibraciones reportadas en la tabla 2.

Ecuación	Material		
	Vidrio	Si (100)	SiC-6H (0001)
Anstis y col. ($\xi = 0.016$)	0.4 ± 0.1	0.52 ± 0.1	1.4 ± 0.1
Anstis y col. ($\xi = 0.026$)	0.6 ± 0.1	0.85 ± 0.2	2.3 ± 0.1
Laugier ($\chi_v = 0.015$)	0.4 ± 0.1	0.7 ± 0.2	2.0 ± 0.2
Laugier ($\chi_v = 0.022$)	0.6 ± 0.2	1.0 ± 0.3	3.0 ± 0.3

Se puede observar que la ecuación que presenta una mejor medida de K_c con respecto a las tenacidades calculadas por otras técnicas, es la ecuación de Laugier con una constante de calibración, χ_v , de 0.022 ± 0.001 . En la figura 4 se compara la K_c calculada a partir de métodos convencionales y la K_c calculada por nanoindentación Berkovich.

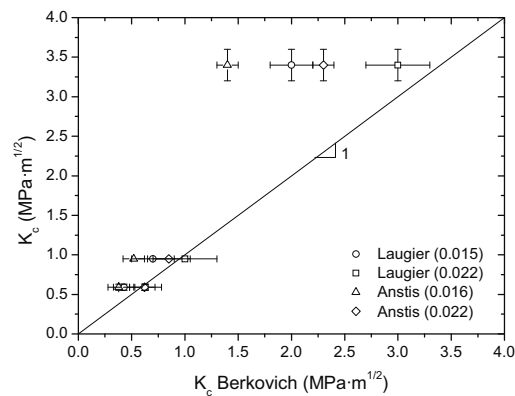


Figura 4. Comparación entre la tenacidad calculada por nanoindentación Berkovich y los valores calculados por otras técnicas.

Puede observarse que la ecuación de Laugier, (2) en la que se consideran grietas tipo Palmqvist sin interacción entre las mismas es la que se ajusta mejor al valor real de K_c del material.

Mediante microscopía de haz de iones focalizados (FIB/SEM) y la técnica de pulido secuencial, se ha comprobado el tipo de grietas que se generan en el vidrio con un indentador tipo Berkovich. La figura 5 muestra que éstas son radiales e independientes entre sí, y que también se generan grietas laterales. Este resultado indicaría que las grietas deben generarse durante la etapa de carga en la punta del indentador y crecen, debido a la geometría no simétrica del indentador tipo Berkovich, en tres planos diferentes, con lo que son independientes entre sí. La formación de grietas radiales, que emana de la punta del indentador, o de grietas Palmqvist, que emana de los vértices del indentador, dependerá de la tenacidad del material; cuanto más tenaz sea el material, el sistema de grietas que tenderá a formarse será tipo Palmqvist.

El estudio morfológico de las grietas, unido al estudio de las ecuaciones de Anstis y col. y Laugier, lleva a la conclusión que la ecuación de Anstis y col. resulta de dudosa aplicación cuando se utilizan indentadores Berkovich, ya que el supuesto de una morfología de grieta tipo half-penny no se cumple. La ecuación de Laugier desde un punto de vista fenomenológico sería la más adecuada para su uso, ya que aunque no se generan siempre grietas tipo Palmqvist, la ecuación de Laugier con una calibración adecuada a una geometría de indentador tipo Berkovich sería la idónea para el uso del cálculo de K_c en materiales frágiles como en el caso de partículas duras de tamaño micrométrico.

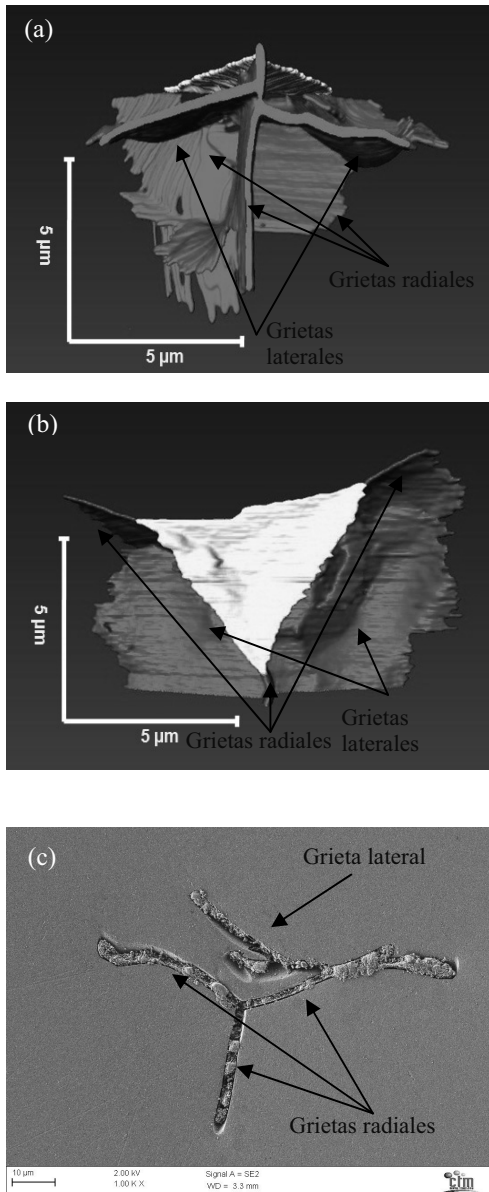


Figura 5. (a), (b) Imagen de FIB y (c) pulido secuencial donde se muestra que el tipo de grieta generada por indentación Berkovich es de tipo radial en ambos casos.

4. CONCLUSIONES

A partir de los resultados de nanoindentación sobre diferentes materiales frágiles se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Los sistemas de grietas observados en indentadores tipo Berkovich son más complejos que los modelos que se utilizan.
- La aplicación de un indentador Berkovich sobre materiales frágiles genera una morfología de grieta del tipo radial, La ecuación de Laugier parece ser la más indicada

para su uso con indentadores tipo Berkovich. El uso de la ecuación de Anstis con indentadores Berkovich lleva a un cálculo de la tenacidad de fractura erróneo.

- Para determinar correctamente la tenacidad mediante nanoindentación usando indentadores tipo Berkovich se ha realizado una calibración de la ecuación de Laugier sobre diferentes materiales frágiles proponiéndose un valor para la constante χ_0 de 0.022 ± 0.001 .

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por ACCIÓ (contrato TECCTA10-1-0001).

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] Laugier, M.T., *Palmqvist indentation toughness in WC-Co composites*, J. Mater. Sci. Letters (6), pp. 897-900, 1987.
- [3] Lawn, B., *Fracture of Brittle Solids-Second Edition*, Cambridge University Press 1993.
- [4] Cook, G.M., Pharr, G.M., *Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. (73), pp. 787-817, 1990.
- [5] Xin, Y.B, Hsia, K.J, Lange, D.A, *Quantitative characterization of the fracture of Si single crystals by confocal microscopy*, J. Am. Ceram. Soc. (78), pp. 3201-3208, 1995.
- [6] Henshall, J.L., Brookes, C.A., *The measurement of K_{Ic} in single-crystal SiC using the indentation method*, J. Mat. Lett. (4), pp. 783-786, 1985
- [7] 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.

