

## Revisión de la técnica de doble torsión y del método experimental en materiales cerámicos

A. H. DE AZA\* Y J. CHEVALIER

GMPPM, INSA-Lyon, 69621 Villeurbanne Cedex, France.

\*Actualmente en: Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC, 28500 Arganda del Rey, Madrid.

La técnica de doble torsión tiene numerosas ventajas a la hora de evaluar el crecimiento subcrítico de grieta en un material cerámico. Estas ventajas, entre otras, son: independencia del factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ , con respecto a la longitud de grieta, configuración de carga en cuatro puntos y facilidad de prefisuración. Sin embargo, aun hoy en día, algunas preguntas sobre esta técnica quedan sin respuesta. En el presente trabajo se hace referencia a estas cuestiones, se revisan las expresiones analíticas de la flexibilidad y el factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ , propuestas en la literatura científica para la configuración particular de la doble torsión, y se examina el método de trabajo experimental, ensayo de relajación de carga, tratando de definir las condiciones en las cuales los datos obtenidos son válidos.

*Palabras clave:* Doble torsión, flexibilidad, corrección al valor de  $K_I$  en DT, ensayo de relajación, crecimiento subcrítico de grieta.

### A review of double torsion testing in ceramic materials

The double torsion test configuration has many advantages for the evaluation of subcritical crack growth parameters and fracture toughness. These advantages are: crack-length independence, four-point loading, simple specimen geometry and ease of precracking. However, a number of unresolved questions need to be answered about the double torsion specimen and experimental techniques involved in its use before this testing can be adopted as a standard. In this paper these questions are addressed, the analyses of the compliance and  $K_I$  for the double torsion configuration are revised, and the load relaxation test in double torsion is examined in order to define the conditions under which data are valid.

*Key words:* Double-torsion testing, compliance analysis,  $K_I$  correction factor, load relaxation test, slow crack-growth.

### 1. INTRODUCCIÓN, ESTADO DEL ARTE

Los materiales cerámicos inevitablemente presentan imperfecciones tales como poros, inhomogeneidades, ralladuras y microgrietas, que actúan como centros de concentración de tensiones. La rotura catastrófica del material tiene lugar, normalmente, cuando el factor de intensidad de tensiones ( $K_I$ )<sup>ii</sup> alcanza el valor crítico ( $K_{IC}$ ) entorno a esos defectos (1,2) Sin embargo, en ciertas condiciones los defectos presentes crecen en el tiempo hasta causar la rotura, sin previo aviso, del material a valores de  $K_I$  muy inferiores al de  $K_{IC}$ . Es decir el material ha sufrido un crecimiento subcrítico de grieta. La velocidad,  $V$ , a la cual se ha propagado la grieta, al estar sometida a un campo de tensiones, queda descrita por la expresión:

$$V = AK_I^n \quad [1]$$

en la cual,  $n$  y  $A$  son parámetros medibles experimentalmente que dependen del material y del medio ambiente. En la figura 1 se muestra esquemáticamente la relación existente entre la velocidad de crecimiento de grieta,  $V$ , y el factor de intensidad de tensiones en Modo I (diagrama  $V-K_I$ ). De una forma general muy resumida, en este tipo de diagramas se pueden diferenciar 4 regiones distintas, correspondientes, cada una de ellas, a un comportamiento distinto del material controlado por factores físico-químicos. A valores pequeños de  $K_I < K_{I0}$  (región que llamaremos  $U$ , de umbral, en la figura)

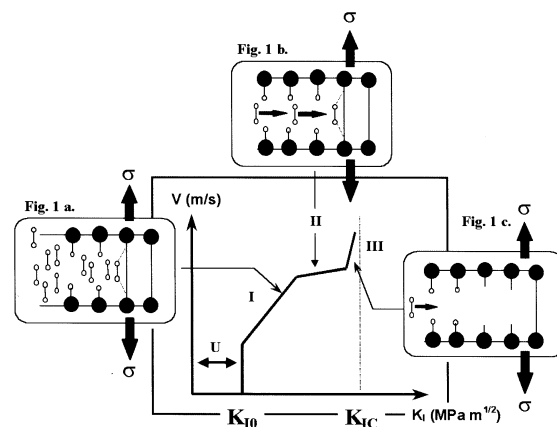


Figura 1. Representación esquemática de la variación de la velocidad de propagación subcrítica de grieta,  $V$ , en función del factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ . Se ilustran también los factores físico-químicos que controlan cada etapa. Consultar texto.

existe una zona en la cual no existe propagación de grieta alguna, el límite máximo de esta región se define como el factor de intensidad de tensiones umbral ( $K_{I0}$ ) por debajo del cual hay una total seguridad para la utilización del material. En la región I, la velocidad de crecimiento de grieta esta controlada por la velocidad de las reacciones químicas que tienen lugar

en el frente de la grieta, entre este y el medio ambiente, y que dan lugar a la rotura de enlaces en esta zona del material. Esto conduce a un crecimiento de la grieta asistido por la tensión aplicada. Mecanismo representado esquemáticamente en la figura 1 a. Seguidamente, en la región II, la velocidad de crecimiento de la grieta esta controlada por la velocidad de difusión de los elementos corrosivos del medio ambiente al frente de grieta (figura 1 b), es decir,  $V$  es prácticamente independiente del  $K_I$  aplicado. Finalmente, en la región III la tensión aplicada ha alcanzado un valor relativamente alto para el material y la grieta se propaga independientemente del medio ambiente (figura 1c) hasta que la tensión alcanza el valor de  $K_{Ic}$ , para el cual el material rompe. En la figura 2, y con la intención de aclarar estos conceptos, se representa esquemáticamente como varía el comportamiento de la curva en función del medio ambiente. En un medio acuoso predomina la región I mientras en el vacío la zona III domina todo el diagrama.

Evidentemente, los componentes cerámicos estructurales diseñados para una aplicación dada han de trabajar en la región que hemos llamado umbral, o como máximo en la región I, aplicando a su diseño amplios márgenes de seguridad.

Por lo tanto, para predecir la vida media de piezas cerámicas sometidas a campos de tensiones durante largos periodos de tiempo (imaginemos el caso de una prótesis de cadera y las consecuencias que puede tener su fractura) se requiere conocer de una manera precisa, los parámetros que gobiernan la propagación subcrítica de las grietas presentes en dichos materiales (defectos, microgrietas,...) en condiciones de fatiga tanto estática como cíclica.

Existen numerosos métodos para medir y analizar la propagación lenta de grietas en los materiales cerámicos. Estos métodos pueden clasificarse en dos categorías:

a) Métodos directos: en los cuales la velocidad de fisuración se obtiene mediante la medida directa del crecimiento de las grietas y este es registrado en función del factor de intensidad de tensiones aplicado.

b) Métodos indirectos: en los cuales se calcula el comportamiento de fisuración del material a partir de resultados experimentales de diversos ensayos mecánicos, suponiendo a priori la forma de la curva  $V-K_I$ .

Los métodos directos, como la doble torsión y el ensayo de doble voladizo (3) permiten (es esta su mayor ventaja) una determinación directa, rápida y precisa de la curva  $V-K_I$ , y en particular de los estadios I, II y III que se encuentran frecuentemente en las cerámicas. Sin embargo, estas técnicas son con frecuencia criticadas, ya que se fundamentan en grietas de varios milímetros, mientras que las estructuras reales raramente presentan grietas que sobrepasen varias decenas de micras. Con respecto a la doble torsión una pregunta queda en el aire al no coincidir siempre las observaciones experimentales con la expresión de  $K_I$  propuesta en la literatura científica para esta técnica.

Los métodos indirectos, tales como la fatiga estática y la fatiga dinámica (4) presentan múltiples ventajas. En particular, los ensayos se realizan sobre probetas de geometría muy simple que contienen grietas representativas de defectos reales. Sin embargo, los detalles de la curva  $V-K_I$  se ven omitidos ya que se obtiene una ley media del comportamiento de los defectos del material.

Entre los métodos directos, la doble torsión (DT), propuesta por Kies y Clark (5), viene siendo objeto de un interés creciente, debido a su simplicidad, y a la posibilidad de realizar propagaciones estables de grietas en un amplio intervalo de

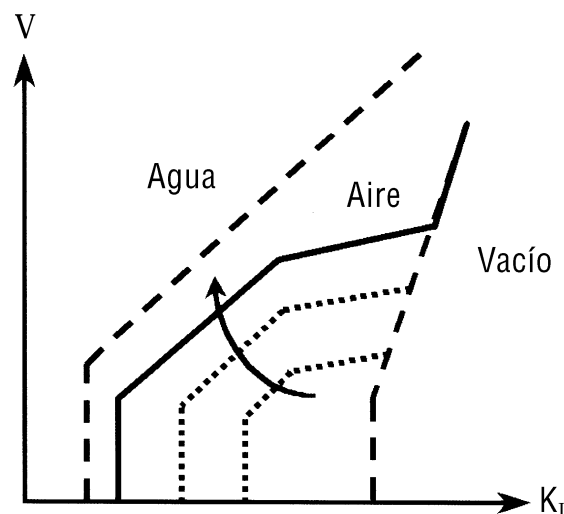


Figura 2. Representación esquemática de la variación del habito de la curva  $V-K_I$  en función del medio ambiente.

velocidades, gracias a su particular configuración de carga (6,7,8,9). Estudios teóricos, basados en el análisis de la flexibilidad de la probeta (8), han mostrado que el factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ , es independiente de la longitud de grieta. Teóricamente, esta es la gran ventaja que la DT ofrece con respecto a los otros métodos.

Sin embargo, el ensayo de DT a sido puesto en entre dicho por numerosos autores (10). El interrogante se coloca sobre la independencia real de  $K_I$  del tamaño de grieta. En efecto, la distribución no uniforme de tensiones en el centro de la probeta implica un frente de grieta curvo (8,11), mientras que la expresión analítica de  $K_I$ , propuesta en la literatura para este ensayo, se fundamenta en un frente de grieta recto.

En un artículo de revisión sobre la técnica, Plekta *et al.* (12) ponen de manifiesto como numerosos autores han observado un incremento notable de  $K_I$  al variar el tamaño de la grieta. Estos autores dan varias hipótesis para explicarlo. Atribuyendo esta variación a una interacción, inexplicada, entre la microestructura y la grieta, o a una variación de la flexibilidad, de la muestra, con el tamaño de la grieta (13,14).

Por otro lado, esta variación del factor de intensidad de tensiones con el crecimiento de grieta ha sido estudiada mediante elementos finitos por Trantina (15), poniendo de manifiesto una fuerte dependencia de este con el perfil de la grieta. Numerosas correcciones a la velocidad de crecimiento de grieta han sido propuestas en la literatura, teniendo en cuenta el perfil curvo de la grieta en su frente (10,11,16), sin embargo, no tantas correcciones han sido propuestas para el valor de  $K_I$  en función del crecimiento de la grieta (17,18).

El propósito del presente trabajo es revisar, analizar y discutir el estado del arte de la técnica de doble torsión, usada para medir crecimiento subcrítico de grieta en materiales cerámicos. Se describe el método analítico y experimental, haciendo énfasis en muchas de las dificultades inherentes a este tipo de medidas. Se recogen más de 20 referencias a las que puede recurrir el lector que quiera profundizar en el estudio de la DT.

## 2. ANÁLISIS DE LA EXPRESIÓN ANALÍTICA DE $K_I$ PARA LA CONFIGURACIÓN PARTICULAR DEL ENSAYO DE DOBLE TORSIÓN

En la figura 3 se muestra la geometría de la probeta y la forma en que esta es sometida a una carga en este tipo de ensayo.

La determinación de  $K_I$  se fundamenta en el análisis de la flexibilidad de la muestra (8). La flexibilidad (C) se define como la relación entre la deformación observada en la muestra y la carga aplicada, es decir, es la inversa de su rigidez. Depende de la geometría de la muestra y del tamaño de la grieta. Su determinación experimental pone de manifiesto, en la mayoría de las cerámicas, una variación lineal de la flexibilidad con el tamaño de la grieta. Esta relación lineal tiene su excepción cuando la grieta se aproxima a las extremidades de la muestra, debido a efectos producidos por los bordes de la probeta. Matemáticamente se expresa mediante la expresión:

$$C = y / P = Ba + D \quad [2]$$

donde  $y$  es la deformación observada en la muestra,  $P$  es la carga aplicada,  $a$  es la longitud de la grieta y,  $B$  y  $D$ , son dos constantes propias del material que dependen de las propiedades elásticas de este y de las dimensiones y geometría de la probeta.

La existencia de esta desviación de la linealidad debido a los efectos de los bordes de la probeta fue puesta de manifiesto de una forma cuantitativa por Mc Kinney y Smith (13). Estos autores estimaron una región de aproximadamente  $W/2$  (ver figura 3) desde cada borde final de la probeta donde los datos experimentales se desvían del comportamiento ideal. Esta desviación ha sido estudiada más en profundidad mediante análisis de elementos finitos por Trantina (15) y por experimentos recientes de Shetty y VirKar (14). Ambos estudios indican que la solución analítica de  $K_I$  que mostraremos más tarde en la ecuación [14], da un valor que es muy grande para grietas pequeñas y muy pequeño para grietas largas con relación a las dimensiones de la probeta. Esto es consecuencia de la no linealidad experimentada por la flexibilidad cerca de los bordes de la muestra, siendo la pendiente menor (que el valor teórico de  $B$  en [2]) para grietas cortas, y mayor para grietas largas. Entre estos dos extremos existe un intervalo de longitudes de grieta para los cuales la expresión [2] es válida y, por tanto, el valor de  $K_I$  calculado a partir de los valores obtenidos. Esta región válida, o lineal, fue determinada mediante cálculos de elementos finitos por Trantina (15):

$$0,55 W < a < L - 0,65 W \quad [3]$$

donde  $W$  es la anchura de la probeta y « $a$ » la longitud total de la grieta (entalla más grieta); ver figura 3.

Con la intención de ilustrar este fenómeno en el presente trabajo se realizaron varias medidas de la flexibilidad, con distintas longitudes de grietas, sobre una muestra de alúmina - circona. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 4, poniendo claramente en evidencia todo lo anteriormente mencionado.

Siguiendo con el análisis, la cantidad de energía liberada al crecer la grieta está asociada a la flexibilidad por la relación:

$$G = (P^2 / 2) \cdot (\partial C / \partial A)_p \quad [4]$$

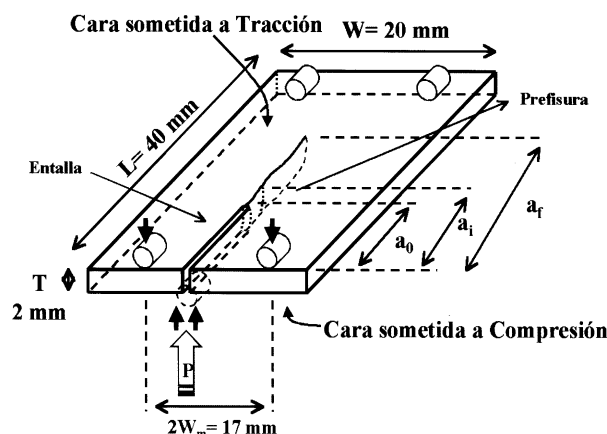


Figura 3. Geometría de la probeta y forma en que esta es sometida a una carga en el ensayo de doble torsión.

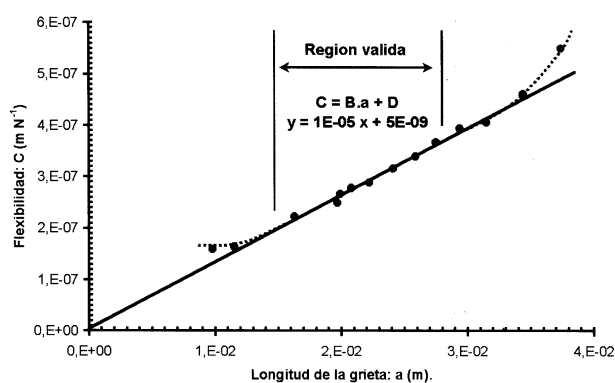


Figura 4. Variación de la flexibilidad (C) con la longitud de grieta. Datos experimentales correspondientes a una muestra de  $Al_2O_3 - ZrO_2$ .

Donde  $(\partial A)_p$  representa el diferencial de superficie generado al propagarse la grieta por el efecto de una carga constante  $P$ . Asumiendo una variación lineal de la flexibilidad con la variación del tamaño de la grieta, región de validez del ensayo, esta expresión se convierte en la siguiente:

$$G = \frac{P^2 \cdot B}{2 \left( \frac{\partial A}{\partial a} \right)_p} \quad [5]$$

donde el término entre paréntesis representa el área generada por el crecimiento de la grieta. Experimentalmente no se tiene acceso a este valor, pero sí a la dimensión de la grieta. Llegados a este punto es necesario relacionar el área generada y la dimensión de la grieta en una hipótesis:

$$\left( \frac{\partial A}{\partial a} \right)_p = T \quad [6]$$

donde  $T$  representa el espesor de la muestra.

Esta hipótesis, en su aspecto menos restrictivo, requiere que la forma del perfil en el frente de la grieta no cambie mientras esta crece. Esta hipótesis y sus implicaciones quedan por ser confirmadas experimentalmente. Algunos logros se han hecho en este sentido (17,18).

Empleando las ecuaciones [5] y [6] la expresión de G queda como sigue:

$$G = \frac{P^2 \cdot B}{2 \cdot T} \quad [7]$$

Si se asume una rotura en Modo I, la relación entre G y  $K_I$  se recoge en la expresión siguiente:

$$K_I = \sqrt{2 \cdot \mu \cdot G \cdot (1 + \nu)} \quad [8]$$

donde  $\nu$  es el coeficiente de Poisson y  $\mu$  es el modulo elástico de cizalla. Sustituyendo G por su valor ([7]), tenemos el valor del coeficiente de intensidad de tensiones ( $K_I$ ) para la DT.

$$K_I = P \cdot \sqrt{\frac{\mu \cdot B}{(1 + \nu) \cdot T}} \quad [9]$$

A continuación se presenta un análisis del factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ , a través del desarrollo de una expresión analítica para la pendiente, B, en la expresión de la flexibilidad del material (7), ver [2]. El propósito de dicho análisis es presentar una solución analítica de la flexibilidad lineal, para una probeta de DT de unas dimensiones determinadas.

Para ello se supone un frente de grieta recto y perpendicular a las dos caras de mayor superficie de la probeta, que a su vez están sometidas a dos ejes de torsión independientes (figura 5).

El desarrollo analítico se fundamenta en el análisis de ejes de torsión (19). Un momento M es aplicado a cada brazo de la probeta haciéndolos pivotar un ángulo  $\theta$ . El momento necesario para hacerles girar ese ángulo viene dado por:

$$M = \pm \left( \frac{\mu \cdot \theta}{a} \right) \cdot \left( \frac{W \cdot T^3 \cdot \psi}{6} \right) \quad [10]$$

donde  $\psi$  es función de la relación ( $2 \cdot T / W$ ) y viene dada por:

$$\psi = 1 - 0.6302 \cdot \left( 2 \frac{T}{W} \right) + 1.20 \cdot \left( 2 \frac{T}{W} \right) \cdot e^{\left( \frac{-\pi}{2 \cdot (T/W)} \right)} \quad [11]$$

Relacionando la carga aplicada en flexión en 4 puntos al momento de torsión,  $(P/2) = (M/W_m)$ , y la deformación observada al ángulo de torsión,  $y = W_m \cdot \theta$ , la flexibilidad se puede expresar como sigue:

$$C = \frac{y}{P} = \frac{W_m \cdot \theta}{2 \frac{M}{W_m}} = \left[ \frac{3(W_m)^2}{\mu \cdot W \cdot T^3 \cdot \psi} \right] \cdot a \quad [12]$$

Por lo tanto, la expresión analítica para B, ver [2], queda como sigue:

$$B = \left[ \frac{3(W_m)^2}{\mu \cdot W \cdot T^3 \cdot \psi} \right] \quad [13]$$

Finalmente, sustituyendo B, por su valor, en [9] tenemos la expresión analítica del factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ , para la configuración particular del ensayo de doble torsión:

$$K_I = \frac{W_m}{T^2} \cdot \left[ \frac{3(1 + \nu)}{\psi \cdot W} \right]^{\frac{1}{2}} \cdot P = H \cdot P \quad [14]$$

Se ve claramente como la expresión de  $K_I$ , es independiente

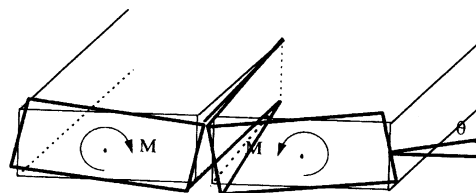


Figura 5. Representación esquemática de la deformación sufrida por la probeta al ser sometida a una carga.  $M$ , momento,  $\theta$ , ángulo de giro.

de la longitud de la grieta. Como se menciona anteriormente, esta es la principal ventaja que ofrece la DT con respecto a los otros métodos de ensayo.

Con relación a este aspecto, Chevalier *et al.* (17,18) han demostrado experimentalmente una variación significativa del factor de intensidad de tensiones, del orden de un 20%, dentro de la región de comportamiento lineal de la probeta, al aumentar la longitud de grieta observada. En dicho estudio, realizado con un material cerámico de circona (3Y-TZP), proponen una corrección a la expresión analítica tradicional del factor de intensidad de tensiones en Modo I, para este tipo de geometría, que tiene en cuenta esta variación. Esta corrección se recoge en la siguiente expresión:

$$K_{I\text{Corr}} = H \cdot P \left( \frac{a}{a_0} \right)^{m/k} \quad [15]$$

en la cual  $a_0$  es la longitud inicial (entalla), ver figura 3,  $a$  es la longitud de la grieta en cada instante (entalla más fisura), y  $m$  y  $k$  son constantes que dependen del material y de la geometría (18,20,21). Por lo tanto, si se quiere obtener valores precisos de los parámetros que gobiernan el crecimiento subcrítico de grieta debe aplicarse esta corrección al cálculo de  $K_I$  en DT.

Un valor de  $m = 6$  y  $k = 32$  ha sido calculado experimentalmente por dichos autores en el mencionado material de 3Y-TZP (18), a partir de una serie de ensayos de medida de la flexibilidad y de relajación<sup>iii</sup> sucesivos sobre la misma probeta. Experiencias realizadas posteriormente con materiales cerámicos de PZT (20) y alumina (21), empleando la misma geometría, han confirmado la validez de la razón  $m/k$  para esto dos materiales. Chevalier *et al.* consideran que el valor de la razón  $m/k$  depende de la geometría y puede ser empleado para otros materiales cerámicos o no cerámicos de igual geometría. Siendo recomendable realizar las verificaciones oportunas antes de trabajar con un material nuevo (18).

En un trabajo aparecido recientemente, Ciccotti (22) confirma la necesidad de introducir correcciones a la expresión analítica tradicional, para este tipo de geometría, del factor de intensidad de tensiones. Este autor encuentra variaciones en el valor de  $K_I$  de hasta un 40% en su estudio realizado mediante análisis de elementos finitos.

Es de resaltar que el cálculo de  $K_{I\text{Corr}}$  ([15]) durante el ensayo de DT requiere el conocimiento de la longitud de la grieta en cada momento del ensayo, la cual no se puede medir directamente en numerosos casos experimentales. La longitud de la grieta, en cada instante, puede ser calculada teniendo pre-

sente la siguiente relación, ver [2]:

$$Y_{(\text{Constante})} = C_{(a)} \cdot P = C_{(a_f)} \cdot P_f \quad [16]$$

en la que «y» es la deformación registrada durante el ensayo de relajación;  $C_{(a)}$  indica el valor de C para un valor dado de longitud de grieta (a);  $C_{(a_f)}$  indica la flexibilidad medida en función de la grieta final ( $a_f$ ); P la carga aplicada en el instante en que la grieta tiene el valor a; y  $P_f$  la carga final del ensayo. Sustituyendo C por su valor en la expresión [2] ( $C = B a + D$ ) o ( $C = B a_f + D$ ) según el caso, se obtiene fácilmente el valor de la grieta en cada instante, a:

$$a = \frac{\left( \frac{P_f \cdot (B \cdot a_f + D)}{P} - D \right)}{B} \quad [17]$$

Concluimos aquí el apartado dedicado al análisis y la discusión de la expresión analítica de  $K_I$  para la configuración particular del ensayo de DT, pasando a continuación a comentar el método de trabajo experimental y las condiciones en las cuales los datos obtenidos son válidos.

### 3. METODO DE TRABAJO EXPERIMENTAL. ENSAYO DE RELAJACION

El ensayo de relajación consiste en someter, rápidamente, a una carga relativamente elevada (próxima a la de rotura) una muestra previamente prefisurada. La propagación de esta fisura o grieta da lugar a una disminución o relajación de la carga que soporta la muestra. Descrito en la literatura científica por Williams y Evans (8), se fundamenta en la relación existente entre la velocidad de crecimiento de grieta, V, y la relajación de la carga aplicada con el tiempo ( $dP / dt$ ), o velocidad de relajación. Este concepto se recoge en la siguiente expresión:

$$V = \frac{da}{dt} = - \frac{P_{i,f}}{P^2} \cdot \left[ a_{i,f} + \frac{D}{B} \right] \cdot \left( \frac{dP}{dt} \right) \quad [18]$$

en la que P indica la carga registrada en cada instante del ensayo; t es el tiempo;  $P_i$  y  $P_f$  denotan la carga al inicio y al final del citado ensayo respectivamente; y  $a_i$  y  $a_f$  la longitud de la grieta inicial y final. Es decir, a la hora de calcular V se pueden usar los valores de estos parámetros medidos iniciales o finales. Es importante resaltar que es recomendable trabajar con los valores finales, ya que siempre puede haber una propagación de la longitud inicial de la grieta durante la aplicación de la carga hasta el comienzo del ensayo.

Representando el valor de V [18] frente al valor de  $K_I$  [14] o  $K_{I \text{ corr}}$  [15], para cada instante, se obtiene el diagrama V- $K_I$ , representado esquemáticamente en la figura 1.

Una descripción general del modus operandi en el ensayo de relajación se expone seguidamente. Se hace especial énfasis en las condiciones que tienen que ser observadas para que un ensayo sea válido, ya que pequeños errores conducen a una gran dispersión de resultados.

#### 3.1. Consideraciones sobre la geometría y la superficie de la probeta

Se pueden emplear diferentes geometrías de probeta y de puntos de apoyo en esta técnica (12). En la figura 3 se recogía

una configuración apropiada. Pletka *et al.* (12) recomiendan un espesor, T, de muestra menor de la doceava parte de la anchura, W, y una relación entre la longitud de la probeta, L, y su anchura mayor a 2. Unas dimensiones ampliamente utilizadas (9,12,18) se exponen a continuación:  $2 \times 20 \times 40$  mm;  $6 \times 2 \times 25 \times 75$  mm. Aunque existe una gran variedad y ninguna norma oficial al respecto.

Durante largo tiempo ha sido una tendencia general mecanizar una ranura, o surco, en el centro y a lo largo de la cara sometida a tracción, o en ambas caras, con la intención de guiar la grieta por el eje central de la muestra y evitar posibles desviaciones. Sin embargo, se ha visto que dichas muescas introducen una concentración de tensiones no deseable (23), que da lugar a una incertidumbre adicional en el análisis del factor de intensidad de tensiones. Lo mejor es eliminar dichos surcos, ya que usando muestras de espesor adecuado y siendo cuidadosos en la alineación de la probeta con respecto a los puntos de apoyo y la carga no son necesarios.

Así mismo, la muestra ha de estar pulida por ambas caras para eliminar posibles defectos en su superficie provenientes del mecanizado, si bien la cara sometida a compresión requiere de un pulido menos exhaustivo. La cara sometida a tracción ha de ser pulida, normalmente, a 1 mm, para poder medir con precisión la longitud de la grieta.

#### 3.2. Entalla y prefisura

Antes de realizar cualquier ensayo de DT sobre una muestra es necesario introducir una fisura previa, ya que de lo contrario el factor de intensidad de tensiones obtenido en el cálculo será demasiado grande (12). Existen diferentes procedimientos para realizar la prefisuración, pero cualquiera de ellos requiere mecanizar previamente una entalla en la probeta (figura 3). La finalidad de esta entalla es evitar los efectos de los bordes de la probeta, descritos en el apartado anterior ([3]), y la de la prefisura simular una grieta "natural". Para una muestra de dimensiones  $2 \times 20 \times 40$  mm, una dimensión ampliamente utilizada para la entalla es  $\sim 10$  mm de longitud por 0,3 de espesor, y para la prefisura entre 2 y 3 mm. Aunque nuevamente no se dispone de una normativa.

Un método sencillo de introducir la prefisura es someter muy lentamente la muestra a una carga creciente en el equipo de ensayos mecánicos, por ejemplo a  $5 \cdot 10^{-3}$  mm/min, hasta que se percibe que la fisuración del material ha tenido lugar por un descenso rápido de la carga registrada.

#### 3.3. Ensayo de relajación

Una vez prefisurada la muestra, y medida con exactitud la longitud de dicha prefisura en la cara sometida a tracción (generalmente mediante el uso de un microscopio óptico), se somete la probeta rápidamente a una carga P. Empleando para ello una velocidad de movimiento del pistón de la máquina de ensayos mecánicos entre 0,25 y 0,50 mm/min. La carga P ha de ser relativamente elevada para producir la propagación de la grieta, pero inferior a la carga necesaria para producir la rotura catastrófica del material. Una vez alcanzada la carga P que se ha considerado oportuna, se detiene el movimiento del pistón. La propagación de la fisura dará lugar a una disminución de la carga, que se registrará, en función del tiempo. Una ilustración del tipo de registro que se obtiene

se muestra en la figura 6. En condiciones normales, un ensayo puede durar unos 15 - 20 minutos, si bien este tiempo puede variar considerablemente en función del material estudiado. El ensayo, por lo tanto, se ha de parar cuando no se observe disminución de la carga, o bien se considere, según la experiencia, que la grieta ha crecido lo suficiente. Siempre intentando evitar que la longitud final de la grieta entre en la zona no válida de la probeta ([3]). Cuando el ensayo se considera terminado, se descarga rápidamente la muestra de la carga remanente y se procede a medir, lo más precisamente posible, en un microscopio óptico la longitud de la grieta final en la cara que ha estado sometida a tracción (con una resolución igual o mayor a  $\pm 2 \mu\text{m}$ , teniendo presente la dificultad intrínseca de definir los límites físicos de una grieta).

Tomando el valor registrado de  $P$  en cada instante, y calculando el correspondiente a  $dP/dt$ , se obtiene  $V$  a partir de la ecuación [18], y el valor  $K_I$  utilizando la ecuación [14] o [15], según el criterio del investigador. Representando  $V$  frente a  $K_I$ , para cada instante, se obtiene el diagrama  $V-K_I$ . En la figura 7 se muestra la curva obtenida experimentalmente con un material de alúmina - circona. Se pueden observar claramente las regiones mencionadas en la figura 1.

Como se ha mencionado anteriormente, la longitud de la grieta debe ser medida con precisión, antes y después del ensayo en la cara sometida a tracción. En este sentido puede ayudar la utilización de un tinte que penetre en la grieta resaltando el contorno de esta. En ocasiones es difícil definir su límite incluso usando este tinte (muestras porosas, etc.). En este sentido, una alternativa posible para conocer el valor de esta longitud, es realizar un calibrado previo de la flexibilidad del material versus longitud de grieta, usando para ello muestras idénticas del mismo material con diferentes longitudes de entalla. Una vez hecho esto, la longitud de grieta presente en una probeta determinada del material puede ser conocida midiendo su flexibilidad experimentalmente.

### 3.4. Ruido de fondo: relajación de carga debida al equipo y la instalación de medida

Especial mención merecen las posibles interferencias en los datos obtenidos que puede producir la relajación de carga del sistema experimental de medida durante el ensayo de relajación. Existen diferentes técnicas para intentar minimizar este ruido de fondo (12). En nuestra opinión, una forma de operar sencilla consiste en registrar la relajación sufrida en el tiempo por el conjunto, hasta que esta cese, cuando es sometido a una carga similar a la de partida o ligeramente inferior. Para ello se emplea una muestra muy rígida de un material cualquiera. El registro obtenido se sustrae a los datos medidos en los ensayos.

Mediante la técnica de DT - ensayo de relajación pueden medirse propagaciones estables de grietas en un amplio intervalo de velocidades, de  $10^{-7}$  a  $10^{-2}$  m/s. No obstante, con un adecuado control de la temperatura ambiental se puede extender este intervalo de medida hasta  $10^{-8}$ ,  $10^{-9}$  m/s (12). A velocidades inferiores hay que recurrir a otro tipo de ensayos, como los realizados a carga constante (24,25).

La medida de  $V$  mediante ensayos de carga constante usando la configuración de la DT tiene la ventaja de poder medir velocidades de propagación muy lentas (26), disfrutando de la cuasi-independencia de  $K_I$  con respecto a la extensión de la grieta, ampliamente discutida con anterioridad. En este tipo de ensayos, la muestra es sometida a diferentes cargas estáti-

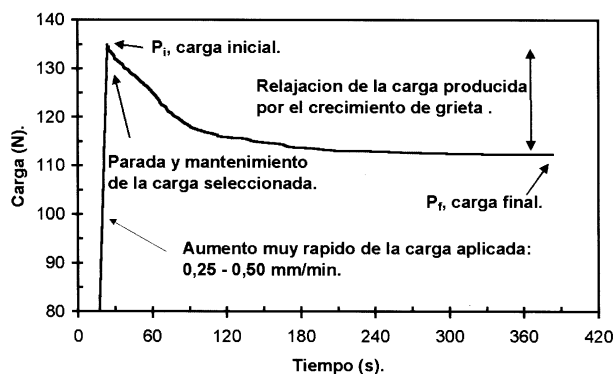


Figura 6. Registro experimental obtenido durante un ensayo de relajación realizado sobre una probeta de doble torsión de  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ .

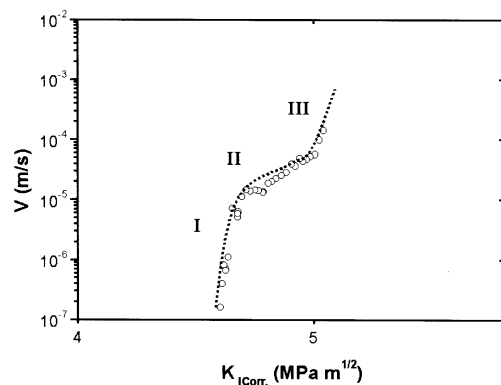


Figura 7. Diagramas experimentales  $V-K_I$  obtenidos con probetas de un material de alúmina - circona. Obsérvese como se diferencian las tres regiones mencionadas en la figura 1.

cas durante un tiempo determinado ( $\Delta t$ ). Para cada carga empleada (que se correlaciona con un  $K_I$  impuesto) se ha de medir el  $\Delta a$  producido, obteniendo  $V$  como la razón  $V = \Delta a / \Delta t$ .

Finalmente, con la técnica de la  $\Delta T$  se pueden hacer también experiencias de fatiga cíclica, las cuales tienen la ventaja de proporcionar una comparación directa con los datos obtenidos en ensayos de fatiga estática antes mencionados. En este tipo de ensayos las muestras son sometidas a carga sinusoidal entre una  $P_{\min}$  y una  $P_{\max}$  durante un tiempo determinado.

## 4. CONSIDERACIONES FINALES

A lo largo del presente trabajo se han puesto de relieve alguno de los aspectos que más influyen a la hora de evaluar el crecimiento subcrítico de grieta en un material cerámico usando la técnica de doble torsión y el ensayo de relajación. Se han discutido los aspectos ventajosos que posee esta técnica, frente otras configuraciones de medida más convencionales. Se ha puesto de manifiesto como la principal ventaja que ofrece la doble torsión con respecto a los otros métodos de ensayo (la independencia del factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ , con respecto a la longitud de grieta) no se cumple completamente

y se recoge la corrección propuesta en la bibliografía a la expresión original. Por otro lado se ha examinado el método de trabajo experimental, ensayo de relajación de carga, recapitulando las recomendaciones más importantes a tener presentes si se quieren obtener datos válidos.

Todo lo expuesto contribuye a disponer de un conocimiento adecuado y actualizado de la técnica en materiales cerámicos. Sin embargo, es de resaltar que aun son necesarias futuras investigaciones antes de que la doble torsión pueda ser aceptada como un método de medida normalizado.

## AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al Dr. J. F. Bartolomé, del ICMC de Madrid (CSIC), su lectura crítica del manuscrito, así como por sus observaciones, que han sido de gran utilidad. Igualmente al Prof. G. Fantozzi del INSA-Lyon, y al Dr. R. Torrecillas, del INCAR de Oviedo (CSIC), por sus comentarios. Finalmente, a M. Schehl y L. A. Díaz, del INCAR, por su inestimable ayuda durante la preparación de las composiciones y muestras de alumina – circona, figuras 4, 6 y 7, que esperamos den fruto a futuros trabajos.

A.H. De Aza desea agradecer al Ministerio de Educación y Cultura Español la concesión de una beca en el extranjero (PF 98 05271356).

## NOTAS

- i. A excepción de los materiales que presentan un marcado comportamiento de tipo *Curva R*, es decir, si el material presenta un aumento de la resistencia a la propagación de grieta según esta aumenta de tamaño, al poseer este algún mecanismo de reforzamiento.
- ii. En un material cerámico el Modo I de fractura es el más común, de ahí  $K_I$ .
- iii. Este tipo de ensayo se explica ampliamente más adelante.

## BIBLIOGRAFÍA

1. D. William y Jr. Callister, "Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales". Editorial Reverté, S. A. Barcelona. Vol. I. pp. 459. 1995.
2. R. Torrecillas y J. S. Moya, "Mecánica de Fractura en Materiales Cerámicos Frágiles. I: Principios Fundamentales. Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr. 27 (1988) 3. pp. 123 – 135.
3. R. Torrecillas y J. S. Moya, "Mecánica de Fractura en Materiales Cerámicos Frágiles. II: Propagación Subcrítica de Grieta." Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr. 28 (1989) 4. pp. 275 – 283.
4. E. M. Rockar and B. J. Plekta, "Fracture Mechanics of Alumina in a Simulated Biological Environment" in Fracture Mechanics of Ceramics, 1978, Vol. 4, New York – London: Plenum Press, p.p. 725 – 735.
5. J. A. Kies, A. B. Clark, In proceeding of the 2<sup>nd</sup> International Conference on Fracture, Brighton, April 1968, Ed. Chapman and Hall, London 1969, pp. 483 – 491.
6. J. O. Outwater *et al.*, In Fracture Toughness and Slow-Stable Cracking, ASTM STP 559, 1974, pp. 127 – 138.
7. E. R. Fuller Jr., "An Evaluation of Double Torsion Testing – Analysis" in Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials, Proceeding of the 11<sup>th</sup> Symposium of Fracture Mechanics, Part II, ASTM STP 678, S. W. Freiman, Ed. American Society for Testing and Materials, 1979, pp. 3 – 19.
8. D. P. Williams, A. G. Evans, "A simple Method for Studying Slow Crack Growth" Journal of Testing and Evaluation, 1973, Vol. 1, No. 4, pp. 264 – 270.
9. M. E. Ebrahimi, J. Chevalier G. Fantozzi, "Slow Crack – Growth Behaviour of Alumina Ceramics" J Mater. Res., Vol. 15, No 1, Jan 2000, pp. 142 – 147.
10. D. K. Shetty, A. V. Virkar and Harward M. B., "Crack Front Shape Corrections for Crack Velocities in Double Torsion Specimens". J. Am. Ceram. Soc. Discussions and Notes, 1979, Vol. 62, No. 5 – 6, pp. 307 – 309.
11. J. C. Pollet, S. J. Burns, "Crack Velocity Correction Factor for the Crack-Front Shape in Double Torsion Specimen" J. Am. Ceram. Soc. Discussion and Notes, 1979, Vol. 62, No. 7 – 8, pp. 426 – 427.
12. B. J. Plekta, E. R. Fuller, B. G. Koepke, "An Evaluation of Double Torsion Testing – Experimental" in Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials, Proceeding of the 11<sup>th</sup> Symposium of Fracture Mechanics, Part II, ASTM STP 678, S. W. Freiman, Ed. American Society for Testing and Materials, 1979, pp. 19 – 38.
13. K. R. Mc Kinney, H. L. Smith, "Method of Studying Subcritical Cracking of Opaque Materials". J. Am. Ceram. Soc. 1973, Vol. 56, No. 1, pp. 30-32.
14. D. L. Shetty, A. V. Virkar, "Determination of the Useful Range of Crack Lengths in Double Torsion Specimens". J. Am. Ceram Soc., 1978, Vol. 61, No. 1-2, pp. 93-94.
15. G. G. Trantina, " Stress Analysis of Double-Torsion Specimen", J. Am. Ceram. Soc., 1977, Vol. 60, No. 7-8, pp. 338-341.
16. E. G. Evans, "A Method for Evaluating the Time-dependent Failure Characteristics of Brittle Materials and its Application to Polycrystalline Alumina". J. Mater. Sci., 7, pp. 1137-1146 (1972).
17. J. Chevalier "Etude de la propagation des fissures dans une zircone 3Y-TZP pour applications biomédicales". These. Institut National des Sciences Appliquees de Lyon (INSA). pp. 161. 1996.
18. J. Chevalier *et al.* "Double-Torsion Testing a 3Y-TZP Ceramic" Ceramic International 22 (1996) pp. 171-177.
19. S. Timoshenko, J. N. Goodier, Theory of Elasticity, Ed. Mc Graw – Hill, New York, 1951.
20. E. M. Bourin, H. Tanaka, J. Chevalier, M. Gabbay, G. Fantozzi, "Internal Friction and Subcritical Crack Growth in Piezoelectric PZT Ceramic". Proceedings of the 6<sup>th</sup> Japan International Sample Symposium, Oct. 26-29, 187-192. 1999.
21. M. E. Ebrahimi, "Crack Growth Resistance of Alumina Ceramics" PhD Thesis. Institut National des Sciences Appliquees de Lyon (INSA). pp. 120. 2000.
22. M. Ciccotti, "Realistic Finite-Element Model for the Double-Torsion Loading Configuration" J. Am. Ceram. Soc., 83 [11] 2737-44 (2000).
23. C. G. Annis, J. S. Cargill, Fracture Mechanics of Ceramics, R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman, and F. F. Lange, Eds., Plenum Press, New York, Vol. 4, 1978, pp. 737-744.
24. M. Matsui, T. Soma, I. Oda, Fracture Mechanics of ceramics, Vol. 4, R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman, and F. F. Lange, Eds., Plenum Press, New York, 1978, pp. 711-724.
25. T. Fett, D. Munz, "Determination of  $v$ - $K_I$  Curves by a Modified Evaluation of Lifetime Measurements in Static Bending Test". J. Am. Ceram. Soc., 68 [8] C-213 – C-215 (1985).
26. J. Chevalier, C. Ollagnon, G. Fantozzi, "Subcritical Crack Propagation in 3Y-TZP Ceramics: Static and Cyclic Fatigue". J. Am. Ceram. Soc., 82 [11] 3129-38 (1999).

Recibido: 20.06.00

Aceptado: 15.12.00