

TÉCNICAS DE INDENTACIÓN: MEDICIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS EN CERÁMICAS

INDENTATION TECHNIQUES: MECHANICAL PROPERTIES MEASUREMENT OF CERAMICS

JUAN MANUEL MEZA

Universidad Pontificia Bolivariana- Medellín.: jmmmeza@upb.edu.co

CESAR A. CHAVES

Grupo Ciencia y Tecnología de Materiales. Universidad Nacional de Colombia - Medellín.

JUAN MANUEL VÉLEZ

Grupo Ciencia y Tecnología de Materiales. Universidad Nacional de Colombia - Medellín.

Recibido para revisar 18 de Agosto de 2004, aceptado 28 de Febrero de 2005, versión final 5 de Diciembre de 2005

RESUMEN: Las técnicas de indentación poseen una gran versatilidad que permite evaluar propiedades mecánicas en volúmenes inferiores a $0.001 \mu\text{m}^3$, hasta volúmenes del orden de los mm^3 , útil tanto en materiales compuestos como en volumen. Este artículo hace una revisión general de los fundamentos de éstas técnicas. También se muestran algunas de las dificultades que surgen cuando éstas son aplicadas a la medición de propiedades mecánicas de materiales cerámicos, tales como su dureza tenacidad a la fractura, módulo de elasticidad y adherencia de capas cerámicas en sustratos metálicos. Para esto se utilizan algunos materiales cerámicos en volumen como alúmina Al_2O_3 , Titanato de Bario BaTiO_3 y capas TiN depositadas sobre acero M2.

PALABRAS CLAVE: *Propiedades mecánicas, cerámicas, indentación.*

ABSTRACT: Indentation techniques offer a wide spread possibilities to measure mechanical properties in small volumes ranged from $0.001 \mu\text{m}^3$, to volumes of several mm^3 , useful in both bulk and in composite materials. This paper discuss some of the fundamentals of the indentation theory and shows some important draw falls when indentation techniques are utilized to evaluate mechanical properties of ceramic materials. Among the properties are hardness, fracture toughness, elastic modulus and film adherence to substrate. To achieve it, bulk ceramic materials as Al_2O_3 , Barium Titanate BaTiO_3 and TiN films deposited onto M2 tool steel were used as a case study.

KEY WORDS: Mechanical properties, ceramics, Indentation.

1. INTRODUCCIÓN

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

Independientemente de su composición y estructura estos son frágiles, pero muchos de

ellos son ampliamente utilizados en aplicaciones en donde se requiere alta dureza, resistencia al desgaste y otras propiedades en un amplio intervalo de temperaturas.

Sin embargo, la incapacidad del material para deformarse plásticamente antes del agrietamiento, propiedad conocida como fragilidad que depende de propiedades como el módulo de Young (E), la dureza (H) y tenacidad a la fractura (K_{1C}) (Quinn 1997), ha frenado su posibilidad de aplicación. Todas estas propiedades se pueden determinar a

través de *técnicas de indentación*. Sin embargo, el uso correcto de éstas requiere conocer sus limitaciones para así evitar interpretaciones erróneas. En este artículo se discuten los fundamentos de las técnicas de Indentación sin pretender hacer una revisión bibliográfica exhaustiva ya que la misma se puede hallar en algunas de las referencias citadas. También se muestran algunas aplicaciones concretas en recubrimientos y cerámicos en volumen, materiales como el BaTiO₃, Al₂O₃, TiN-M2, seleccionados por que presentan aplicaciones en áreas de interés como la microelectrónica, aplicaciones estructurales y herramientas de corte (resistencia al desgaste) respectivamente.

2. LA TÉCNICA DE INDENTACIÓN

2.1 Fundamentos

Esta técnica fue implementada por Brinell hacia los años 1900. Los trabajos de Tabor D 1952 y 1984 muestran de manera clara todo el estado del arte de esta técnica aplicada al estudio de la dureza de los materiales metálicos.

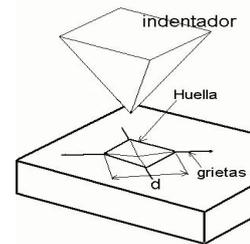
El ensayo de indentación, consiste en presionar un indentador sobre la superficie dejando una impresión sobre el material como se muestra en la figura 1. Dependiendo de la carga máxima aplicada y de la geometría de la huella dejada se puede obtener el valor de la dureza que no es más que la presión de contacto media durante la carga máxima, esto equivale a *definirla* como la resistencia de un material a ser deformado permanentemente. Hoy en día uno de los indentadores más utilizados es el tipo Vickers y por tanto nos centraremos en éste.

Típicamente, para cargas de entre 15gr y 2 Kg el ensayo es conocido como *ensayo de microindentación* en el cual el área de contacto proyectada se mide después de retirado el indentador, así la dureza se calculará según su definición y la figura 1 como

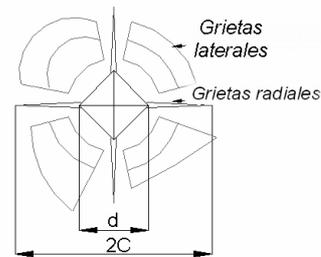
$$H = 2 \frac{P_{\max}}{d^2} \quad (1)$$

Nótese que esta definición supone que la diagonal d de la indentación no cambia durante la descarga, simplificación no válida pero que no produce errores significativos en materiales con poca recuperación elástica. Sin embargo, esto debe ser tenido en cuenta particularmente a bajas cargas y materiales altamente elásticos.

a)



b)



c)

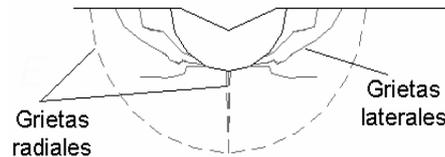


Figura 1. Huella en forma piramidal producida al aplicar una carga sobre un material frágil a través de un indentador Vickers. a) Se muestran grietas radiales en los vértices de la indentación y la longitud de la diagonal “d”. b) vista en planta. c) corte a través de la diagonal.

Figure 1. A schematic of a Vickers imprint left in brittle materials. a) Radial cracks at vertices and diagonal “d” length are shown. b) top view. c) Through diagonal section.

Algunos equipos para la medida de esta propiedad permiten registrar la carga y los desplazamientos durante la aplicación de la carga y la descarga, lo que permite obtener otras propiedades mecánicas. El ensayo así realizado es conocido como *ensayo de dureza instrumentado o nanoindentación*. Las cargas

utilizadas oscilan entre 1µN y 300 mN (30 gr). La resolución de estos equipos es de unos 0.2 µN en la carga y 2 nm en los desplazamientos.

Los ensayos de dureza instrumentada fueron desarrollados para evitar medir el área de contacto dado que a los valores de carga empleados la medida de las diagonales es una tarea difícil. Los primeros trabajos se realizaron de manera sistemática hacia finales de los años 70 (Frohlich et al 1977) y durante inicios de la década de los ochenta (Newey 1982, Pethica et al 1983, Loubet et al 1986), dando lugar a un simposio sobre el tema (Blau P. Lawn B, 1984). No fue si no hasta el año 1986 cuando Doerner y Nix realizaron un trabajo más comprensivo, trabajo que posteriormente fue mejorado por Oliver y Pharr en 1992, quienes propusieron un método para la interpretación de los ensayos de nanoindentación, método que hasta hoy en día es el más utilizado. Vale la pena mencionar que existen varias revisiones sobre este tema y a las que el lector deberá remitirse Fisher A. C. 2000, VanLandingham M. 2003, Oliver W. et al 2004.

En los ensayos de indentación instrumentada, el área de contacto es inferida a partir de los datos de carga y desplazamiento y de la geometría del indentador empleado. La curva carga contra desplazamiento ($P-h$) obtenida, permite calcular la dureza, el módulo de Young, entre otras propiedades. En la figura 2 se muestra una curva $P-h$ típica de un ensayo de nanoindentación así como los parámetros más importantes para la obtención del área de contacto a carga máxima (figura 2a y 2b) y la medición de la dureza y el módulo de elasticidad. Una breve descripción de estos parámetros, tal y como fueron desarrollados por Oliver y Pharr 1992, se muestra a continuación:

La rigidez del sistema S , en la cual intervienen tanto la rigidez de la máquina como del contacto. Por conveniencia se utiliza el inverso de S , *rigidez inversa*, que se representa por el símbolo C (del inglés compliance) y que tiene dos componentes: C_f ,

relacionada con la máquina y C_s relacionada con la probeta, modeladas como dos resortes en serie su relación es:

$$\frac{dh}{dP} = \frac{1}{S} = C = C_f + C_s \quad (2)$$

Con este valor se calcula la altura de contacto:

$$h_c = h_m - 0.75 \frac{P_m}{S} \quad (3)$$

Luego si la geometría del indentador es perfecta el área de contacto se calcula como:

$$A_c = 24.5h_c^2 \quad (4)$$

Sin embargo, los indentadores siempre presentan desviaciones en el ángulo de tallado y tienen alguna redondez en su punta lo que obliga a corregir esta ecuación para lo cual existen varias técnicas (Oliver et al 2004, Antunes J. et al 2002), entre las más utilizadas está la de Oliver y Pharr que además de proveer conocer la geometría del indentador permite obtener la complianza de la máquina.

Conocida el área de contacto se puede calcular la dureza del material como:

$$H = \frac{P_m}{A_c} \quad (5)$$

Definido el módulo de elasticidad reducido como

$$\frac{1}{E^*} = \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right]_{delindentador} + \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right]_{delmaterialindentado}$$

se puede calcular el valor del módulo de elasticidad del material indentado a través de la ecuación:

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{dP}{dh} \frac{1}{\sqrt{A_c}} \quad (6)$$

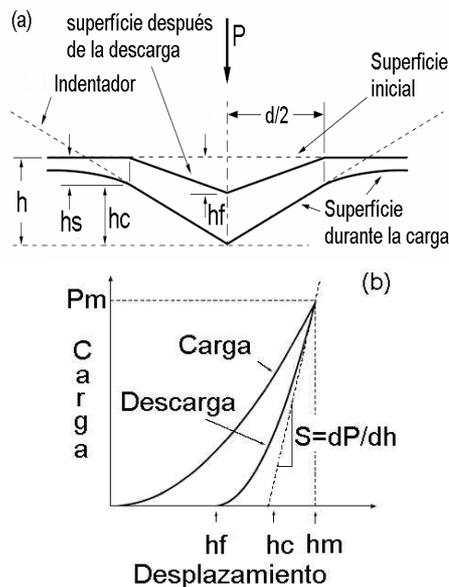


Figura 2. (a) Perfil de una huella producida por un indentador Vickers (durante y después de la aplicación de la carga) (b) Curva de carga - desplazamiento producida durante el contacto, P_m : corresponde a la carga máxima, h_m : a la penetración máxima, h_f : a la profundidad final de la huella o profundidad residual, S : es la tangente a la curva de descarga (rigidez), h_c : a la profundidad de contacto lograda durante la aplicación de la carga máxima, h_s : es la altura por encima de la de contacto con respecto a la superficie de la muestra.

Figure 2. a) A Schematic of Vickers imprint profile during and after load applying. b) A Schematic load-depth indenter displacement data, P_m : maximum load, h_m : maximum depth, h_f : final depth, S : unload slope or stiffness, h_c : contact depth at maximum load, h_s : depth between surface and contact depth.

La teoría desarrollada para el cálculo de dureza mediante ensayos de nanoindentación supone que el material es idealmente elastoplástico y que el material se hunde alrededor del indentador como se muestra en las figuras 2a y 3a (Oliver y Pharr 1992). Afortunadamente, los materiales cerámicos tienden a presentar éste hundimiento y no hay apilamiento alrededor de la indentación como sucede en los materiales rígidos plásticos, en los cuales la técnica produce grandes errores (Bolshakov et al 1998).

Nótese que las ecuaciones 3 y 4 proveen el área de contacto durante la carga máxima. Sin

embargo, es de esperarse, debido a que hay una recuperación elástica durante la descarga, que la huella cambie de geometría. En estas condiciones la dureza calculada a través de técnicas de nanoindentación, aún cuando se cumpla la condición de hundimiento, será diferente a la dureza calculada a través de la medición del área de contacto después de retirada la carga, que es comúnmente utilizada en ensayos de micro y macroindentación.

Por otra parte, las técnicas de micro y macroindentación, también son susceptibles de error en la medición del área proyectada. Por ejemplo, en la figura 3a en la que se esquematiza la indentación en un material elasto-plástico (con relaciones E/H bajos e índices de endurecimiento mayores que cero), el material bajo la zona endurecida por deformación actúa como un colchón permitiendo el hundimiento y formando una "huella en forma de alfiler", dado que el material está más restringido para fluir en los vértices, hacia el centro se espera mayor hundimiento, por lo tanto el área de contacto real será la que está dada por los bordes de la indentación y no por sus diagonales. Por otra parte, en la figura 3b en la que se esquematiza la indentación en un material rígido-plástico (con relaciones E/H altos e índices de endurecimiento iguales a cero), la rigidez del material obliga al material a fluir hacia los lados del indentador produciendo apilamiento "huella en forma de barril", por lo tanto el área de contacto correcta está dada por el borde de la indentación, y no por las diagonales de la indentación. Esto mismo parece ser cierto para materiales con mucha recuperación elástica, aunque en la literatura se encuentran algunas ambigüedades (Oliver et al 1992, Oliver et al 2004).

En la figura 4 se muestra un gráfico típico de dureza con el aumento de la carga para materiales cerámicos en volumen y capas duras sobre sustratos blandos. Se nota que para cargas altas se obtiene un valor constante de dureza, sin embargo a medida que se disminuye la carga en la región de microindentación la dureza comienza a aumentar. Este fenómeno es debido a una

combinación de efectos tales como la generación de grietas, fricción en la interfase indentador/muestra, recuperación elástica, entre otros (Quinn J. et al 1998). Es importante anotar, que en muchos casos el agrietamiento, inclusive a cargas moderadas, es tan extensivo, que los bordes de la indentación no pueden ser definidos con claridad. Actualmente existen normas como la ASTM C1327-99, que define cuales son los patrones adecuados o permisibles.

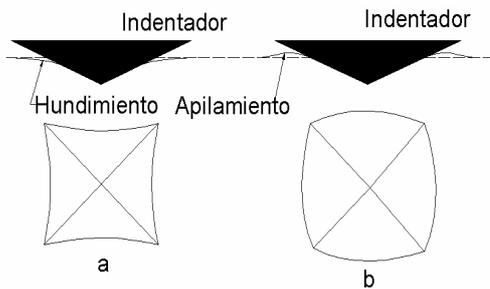


Figura 3. Patrones de deformación elasto-plástica por contacto. a). Materiales ideales elasto-plásticos “huella en forma de alfiler” típica de materiales con relaciones E/H bajas e índice de endurecimiento mayor a cero. b) Materiales rígido-plásticos, “huella en forma de barril” típica de materiales con relaciones E/H altas e índice de endurecimiento igual a cero.

Figure 3. Elasto-plastic contact patterns. a) Ideal elasto-plastic behavior corresponding to low E/H ratios and non zero hardening index materials (pincushion shaped imprint), b) rigid-plastic behavior corresponding to high E/H ratios and zero hardening index materials (barrel shaped imprints.)

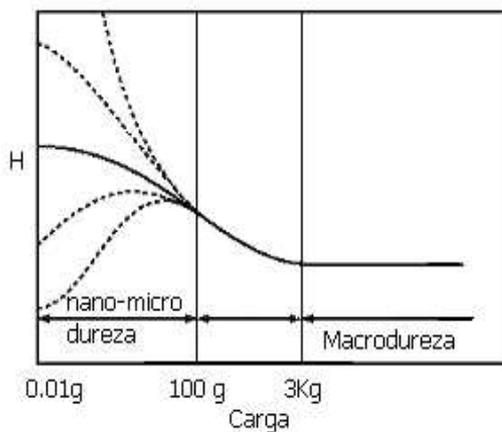


Figura 4. Variación de la dureza al disminuir el tamaño de la huella (o la carga) de indentación en materiales cerámicos en volumen.

Figure 4. A schematic of hardness Vs load dependence in bulk ceramic materials.

Finalmente a cargas consideradas de nanoindentación la dureza puede continuar aumentando o volver a disminuir, las razones para esto todavía están en discusión, y parece haber un efecto combinado o único de la microestructura y/o topografía del material estudiado; además de esto la geometría del indentador es muy importante ya que si este es muy redondeado se inducen presiones de contacto pequeñas comparadas con las de indentadores con punta perfecta, lo que reduce la cantidad de material deformado plásticamente y por lo tanto disminuye el valor de dureza medido (Bouzakis K. 2003, Nix W. 1998, Meza J. M. 2004).

Debido a esto, los valores de dureza obtenidos serán afectados por diferentes fenómenos de deformación plástica, agrietamiento, geometría del indentador utilizado y topografía de la superficie indentada. Adicionalmente, el área utilizada para el cálculo de la propiedad es definida por quien está empleando la técnica, por ejemplo puede escogerse el área real o proyectada de contacto después de descarga (dureza Vickers “Hv” o dureza “H” respectivamente) o el área de contacto a carga máxima (dureza en nanoindentación H_{op}) o el área derivada de la profundidad máxima (dureza martens H_M), etc., luego la dureza no es estrictamente una propiedad. Sin embargo, muchos autores comparan erróneamente la dureza H_{op} con H, lo que según lo discutido anteriormente no siempre es válido.

2.2. Agrietamiento producido durante el contacto, medición de k_{Ic} y adherencia

Los materiales cerámicos son frágiles, tienden a sufrir agrietamiento cuando son sometidos a contacto con otros cuerpos. Los patrones de agrietamiento producidos pueden ser utilizados para la medición de la tenacidad a la fractura y la adhesión de capas cerámicas.

La mecánica de la fractura de estos procesos puede ser consultada en las referencias (Lawn et al 1975, Meza J. M. 2004, 2001).

Las grietas producidas en cerámicos en volumen por la indentación Vickers generan un patrón como el mostrado en la figura 1, además de otros tipos de grietas llamadas laterales y cónicas (Hagan J. T., 1979). Desarrollos de mecánica de fractura elástica y contacto elastoplástico han conducido a establecer que la tenacidad a la fractura de cerámicas en volumen puede ser calculada a través de la siguiente ecuación (Evans & Charles 1976, Anstis et al. 1981):

$$K_{IC} = 0.016 \left(\frac{E}{H} \right)^{0.5} \frac{P}{C^{3/2}} \quad (7)$$

En donde C es la longitud de la grieta radial medida en la superficie desde el vértice de la indentación hasta el final de ésta grieta. Cabe anotar que tanto las grietas laterales como las cónicas pueden interferir en la medición de K_{IC} (Pharr G. M. et al 1994). Se debe tener en cuenta que la dureza utilizada en la deducción de la ecuación 7 es la correspondiente a la zona de macroindentación (Fig. 4) o dureza constante y es definida como P/Area proyectada. Hay una gran cantidad de situaciones en las que esta ecuación produce errores, a saber: materiales con valores de E/H muy diferentes de 25, relaciones C/d menores a 1.5, materiales con crecimiento subcrítico de grieta, materiales con esfuerzos residuales, una discusión extensa sobre estas limitaciones se puede hallar en Meza J. M. 2001.

En la figura 5 se muestra los patrones superficiales típicos encontrados en la literatura para sistemas capa-sustrato.

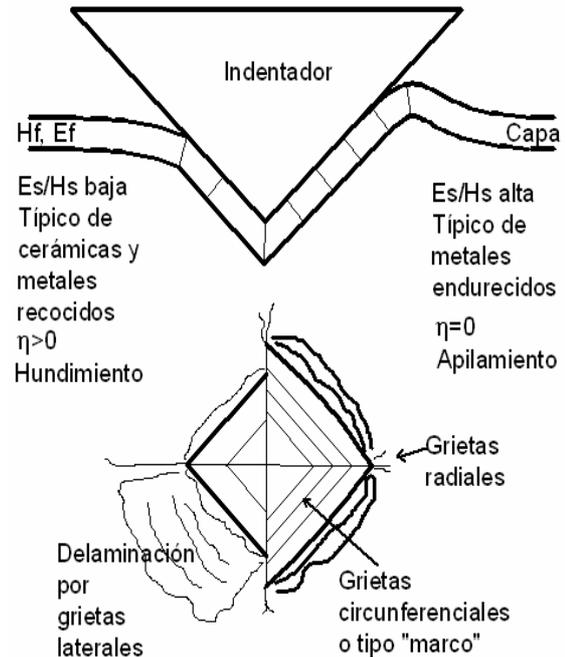


Figura 5. Algunos tipos de grietas producidos durante la indentación con indentadores piramidales de capas cerámicas sobre sustratos “blandos”. Dependiendo de las características de deformación elastoplástica se producen las diferencias mostradas.

Figure 5. Schematic of some crack patterns left in hard coatings onto soft substrates by a pyramidal indenter. Different patterns are shown according to elasto-plastic materials behavior.

Los distintos tipos de grietas generados han conducido a diferentes modelos de medición de K_{IC} en la interfase capa sustrato (que se puede interpretar como una medida de adherencia); por ejemplo las grietas laterales han sido utilizadas para medir la adherencia de capas cerámicas de ZnO sobre Si (Chiang et al 1982) y en capas de Carbón amorfo sobre silicio (Li X et al 1997). Pharr et al 1994 encontraron que para algunos capas cerámicas a cargas bajas, típicas de nanoindentación, y usando indentadores tipo esquina de cubo, que producen esfuerzos mucho mayores que un indentador Vickers a la misma profundidad, se pueden generar grietas radiales como las mostradas en la figura 5. Con esto se evita la influencia del sustrato y se puede medir K_{IC} de la capa. Como se puede ver los diversos patrones necesariamente generan modelos diferentes de mecánica de la fractura, por lo

que no se ha logrado un consenso para medir las propiedades de tenacidad a la fractura de la capa y de la interfase capa-sustrato (Meza J M 2004).

Por otro lado, las huellas obtenidas con indentadores cónicos (Rockwell C), producen patrones similares a los mostrados en la figura 5, dada la simetría éste indentador, esos patrones y el apilamiento son más homogéneos que los producidos por indentación Vickers.

Cuando los materiales sustrato utilizados para la deposición de una capa son metálicos, el sistema generalmente presenta apilamiento en el borde de la indentación, esto genera esfuerzos de tensión radiales y circunferenciales además de una gran presión lateral que obligan a un desprendimiento de la capa más notorio que en el caso de indentadores piramidales, razón por la cual los indentadores tipo Rockwell C se muestran más propicios para la caracterización de la adherencia de la capa al sustrato.

3. APLICACIONES

3.1. Materiales y métodos

Los materiales utilizados fueron Titanato: de Bario obtenido por reacción en estado sólido (ver detalles de fabricación en Meza J. M 2001), Nitruro de Titanio depositado sobre acero M2 por medio de deposición física de vapor (ver detalles de fabricación en Meza J. M 2004) y Alúmina comercial de 99% de pureza.

Para realizar las indentaciones se utilizaron los siguientes equipos: un microdurómetro *Buehler MM3* con capacidad de entre 10mN y 20N, equipado con pirámide Vickers y un microscópio de hasta 1000X, con reglilla calibrada para las mediciones. Un durómetro marca *Buehler VM7* con capacidad de entre 10N y 500N, equipado con pirámides Vickers y cono *Rockwell C* de diámetro 0,2mm en la punta y un microscópio de 400X, con reglilla calibrada para las mediciones) y otro equipo *Wolpert* con punta Rockwell C con capacidad

de entre 150N y 2500N. También se utilizó un nanoindentador *Fischercope H100V* con pirámide Vickers con capacidad de entre 0.4mN y 1000 mN.

Las imágenes se obtuvieron en: Microscópio óptico *Olympus PME 3*, que está conectado a través de una cámara CCD a un analizador de imagen *Leyca Q500IW*, microscopio electrónico de barrido *MEB JEOL 5900LV* Microscópio de fuerza atómica *MFA multitask system Auto Probe CP*.

3.2. Nanoindentación

En la figura 6a se muestra dos curvas P-h para una muestra de alúmina de 99% de pureza, la flecha señala un evento de penetración espontánea “*pop in*” del indentador, que generalmente está asociado a agrietamiento del material. En la Figura 6b se muestra la variación de la dureza con la carga aplicada para cargas típicas de nanoindentación. A 10 mN la diagonal inferida de los datos es de aproximadamente 0,7 μm , esta dimensión dada la poca profundidad de la huella, es difícil de medir con instrumentos como microscopio de barrido (MEB) por lo cual la técnica de nanoindentación es muy útil en estos casos. Note como esta figura tiene el comportamiento antes descrito en la figura 4, en este caso la disminución de dureza a cargas inferiores a 20 mN se debe a un efecto combinado de la redondez de la punta del indentador utilizado y de la rugosidad de la muestra examinada (Meza J M. 2004). A cargas mayores a 20 mN la dureza disminuye con la carga, efecto del tamaño de la indentación (ISE). Algunos equipos de nanoindentación tienen acoplados módulos de emisión acústica que permiten detectar los primeros agrietamientos, e inclusive el tipo de grieta que se produce, lo cual es de mucha utilidad para establecer la mecánica de la fractura de los materiales.

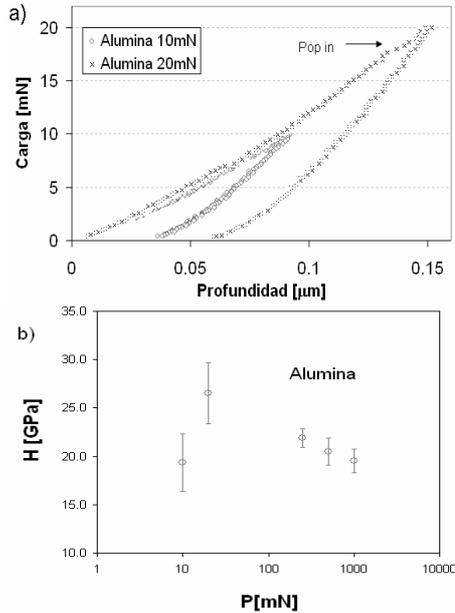


Figura 6. a) Curvas P-h a 10 y 20 mN para alúmina, b) Variación de la dureza (obtenida por nanoindentación) con la carga aplicada para alúmina de alta pureza. Las barras representan 2 desviaciones estándar.

Figure 6. a) P-h plots obtained for alumina at 10 and 20 mN, b) nanoindentation hardness Vs load plot for alumina. The error bars are two standard deviations in length.

Las figuras 7 y 8 muestran los resultados de indentaciones Vickers hechas en un sistema capa TiN de 3µm de espesor sobre sustrato metálico de acero M2, la dureza fue evaluada para cargas comprendidas entre 5mN y 150 Kg.

La figura 7 compara curvas P-h obtenidas para el material con y sin recubrimiento, claramente se ve el efecto “endurecedor de la capa” (menor penetración del indentador en el sistema TiN-M2 que en el sustrato solo a la misma carga máxima), el cual a medida que se aumenta la carga se va perdiendo.

La figura 8 muestra la variación de la dureza con la penetración relativa del indentador (profundidad máxima sobre el espesor de la capa). La región R1 mostrada en la figura 8 corresponde a la zona en donde la dureza puede continuar aumentando o volver a disminuir, como ya se dijo en la sección 3 las razones para esto todavía están en discusión, y

parece haber un efecto combinado tanto de la microestructura y topografía del material estudiado como de la geometría del indentador empleado.

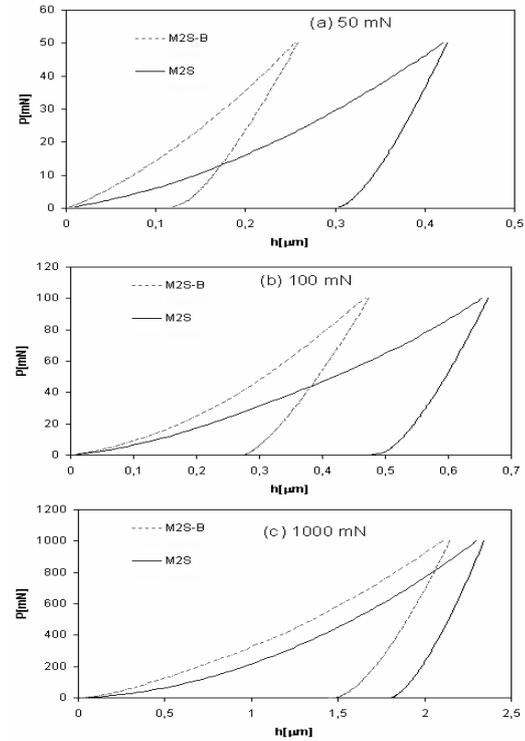


Figura 7. Curvas P-h a diferentes cargas para un sistema TiN/M2, a) corresponde al región R2 Fig 8, b-c) a las regiones R3 y R4 respectivamente. M2S-B: probeta recubierta con TiN, M2S: acero M2 sin recubrir.

Figure 7. P-h plots at different load levels obtained for a TiN/M2 system, a) corresponds to R2 region in Fig. 8, b-c) corresponds to R3 and R4 respectively. M2S-B: TiN-M2 system, M2S: uncovered M2 substrate.

Generalmente las propiedades correspondientes solo a la capa, sin influencia del sustrato, se obtienen para profundidades de indentación inferiores a 1/10 de la capa (Korkunsky A et al 1998). Sin embargo, para el sistema estudiado se encontró que la profundidad debe ser mayor a 4/100 e inferior a 7/100, o un valor RID de entre 0.04 y 0.07, esto para evitar los problemas de la región R1 y de la región R3 en donde ya comienza un agrietamiento más marcado y la influencia del sustrato. De esta manera, en la región R2 se pueden evaluar propiedades de la capa sin

tener influencia de estos efectos antes mencionados. Sin embargo, ya se observa la presencia de grietas en forma de escalón de corte iguales (Bhowmick S. 2003) que los mostrados para la región R3 en la figura 9. Así los valores de dureza y módulo de elasticidad para la capa fueron de 25 GPa y 400 GPa respectivamente, que coincide con los reportados en la literatura (Korkunsky A. M. 1998)

3.3 Microindentación y macroindentación

La región R3 de la figura 8 corresponde a cargas de microindentación en la cual se detecta fácilmente agrietamiento en la superficie de la capa cerámica como se muestra en la figura 9. Estas evolucionan, hasta que en la región R4, correspondiente a cargas de macroindentación, se tiene un agrietamiento extensivo y como se muestra en la figura 10 se producen las primeras grietas radiales en los vértices de la indentación que son promovidas por la recuperación elástica del sustrato, por otro lado el apilamiento promueve la generación de grietas circulares GC. Sin embargo, debido a la influencia del sustrato en la generación de las grietas radiales, la ecuación 7 para medición de K_{IC} en materiales en volumen no puede ser aplicada (Meza J. M. 2004).

En los sistemas TiN/M2 los patrones generados por las grietas laterales no corresponden a los propuestos por Li X. et al., 1999 y Chiang et al. 1982, para evaluar la adherencia de la capa al sustrato y por eso no pueden ser utilizadas para tal propósito. Sin embargo, las indentaciones Rockwell C producen descascaramiento de la capa conocido en la literatura como *Spalling* (figura 11), éste permite establecer las cargas críticas a las cuales el sustrato pierde adherencia. En el sistema estudiado esta carga fue de 60 Kg, que coincide con los valores reportados para sistemas similares pero obtenidos por rayado de la capa (Brasimet 2003).

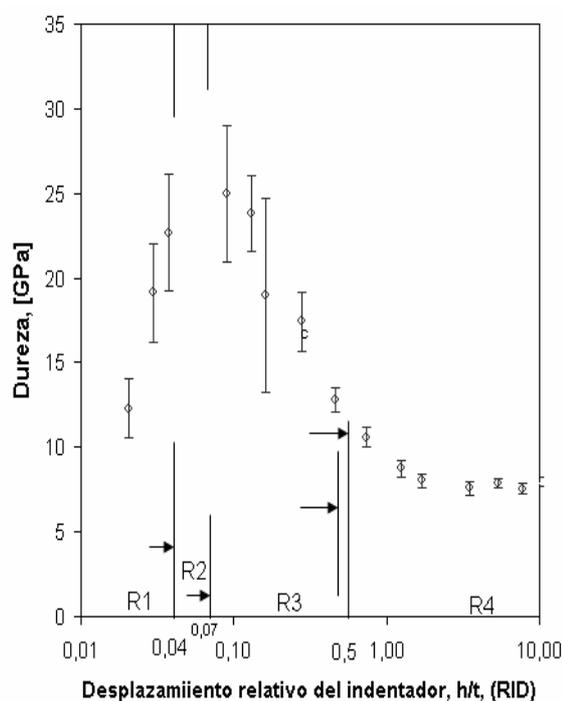


Figura 8. Variación de la dureza con el desplazamiento relativo del indentador (RID) para un sistema TiN-M2 de 3 μ m de espesor de capa. h es la profundidad máxima y t el espesor de la capa.

Figure 8. Hardness Vs relative indenter displacement (RID) plot obtained for TiN (3 μ m thickness) onto M2 steel system. h : maximum depth, t : film' thickness. The error bars are two standard deviations in length.

La figura 11 muestra un indentación realizada en BaTiO₃ (en volúmen) a 1 Kg, claramente se observan las grietas radiales que emanan de los vértices de la indentación las que permiten calcular la tenacidad a la fractura de estos materiales, sin embargo previamente se debe conocer el módulo de elasticidad lo cual se hizo por medio de nanoindentación. El valor de K_{IC} obtenido fue de 0.85 MPa \sqrt{m} , que coincide con los reportados en la literatura (Cook R. F. et al 1983) .

Existen otras aplicaciones en las que son útiles los indentadores esféricos. Aprovechando que a medida que aumenta la carga la geometría de contacto no se mantiene constante y esto permite definir la deformación relativa como el diámetro de la huella dejada sobre el diámetro del indentador, así se pueden obtener

curvas esfuerzo deformación relativa de las que se puede obtener información sobre el índice de endurecimiento y determinación del límite de fluencia en materiales cerámicos, lo que no es sencillo mediante ensayos de tracción. A éste respecto se puede consultar sobre la mecánica de la fractura de contacto hertziano los trabajos de Frank y Lawn 1967 y sobre aplicaciones los trabajos de Lawn B. R 1998, y Swain M. V. 1998.

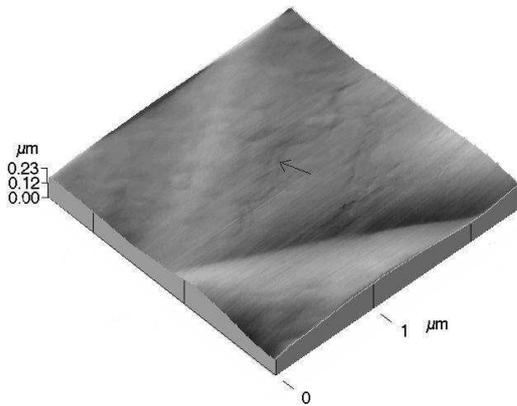


Figura 9. Imagen MFA, de indentación hecha 250 mN (región R3) sobre una capa TiN de 3μm de espesor sobre acero M2, la flecha señala grietas tipo escalón de corte.

Figure 9. AFM image shown the imprint left by a 250 mN Vickers indentation on Ti-M2 system, arrow points to shear step crack.

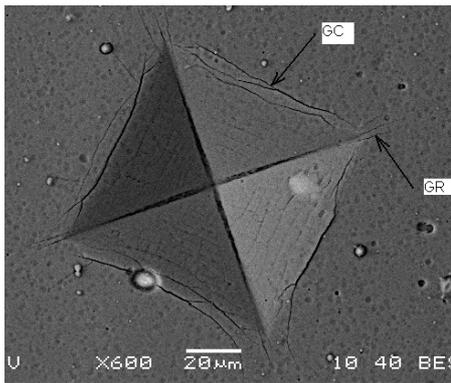


Figura 10. Imagen MEB de indentación hecha 5kg (región R4) sobre una capa TiN de 3μm de espesor sobre acero M2, la flechas señalan grietas tipo GC “circunferenciales o tipo marco” y tipo GR “radiales”.

Figure 10. SEM image shown the imprint left by a 50 Kg Vickers indentation on Ti-M2 system, arrows points to circumferential or frame crack (GC) and radial cracks (GR).

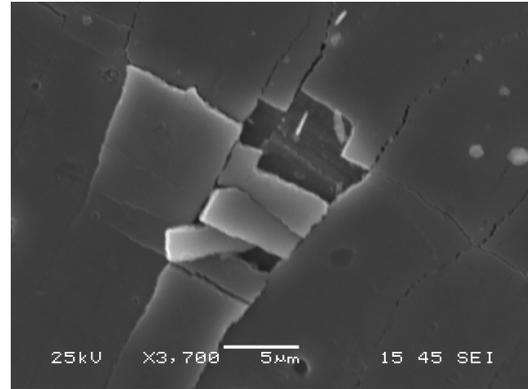


Figura 11. Imagen MEB de indentación Rockwell C hecha sobre una capa TiN aplicada en acero M2 a 60 Kg. Se muestra un descascaramiento en el borde de la indentación

Figure 11. SEM image shown the imprint left by a 60 Kg. Rockwell indentation on Ti-M2 system. Delamination occurs at the imprint edge.

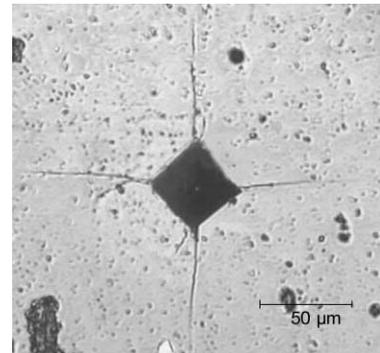


Figura 12. Micrografía indentación Vickers a 1Kg hecha sobre BaTiO₃, grietas radiales son claramente visibles.

Figure 12. Micrograph shown the imprint left by a 1 Kg. Vickers indentation in BaTiO₃ bulk ceramic. Radial cracks are clearly visible.

4. CONCLUSIONES

Las técnicas de indentación son una gran herramienta para la medición de las propiedades mecánicas de materiales

cerámicos, en particular de su dureza, tenacidad a la fractura y modulo de elasticidad. Para esto es necesario combinar el uso de varios tipos de equipos que permitan la aplicación cargas muy bajas conocidas como cargas de nanoindentación hasta cargas altas o de macroindentación, además de esto es necesario el uso de distintos tipos de geometría de indentadores dependiendo de las propiedades que se quieran medir. Sin embargo, la interpretación de los resultados debe ser cuidadosa ya que los diversos modelos para el cálculo de estas propiedades, son válidos sólo bajo ciertas condiciones.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue parcialmente financiado por el *Instituto Colombiano para las Ciencias COLCIENCIAS* bajo contrato RC 596-2002 código 118-08-12746, y por la Dirección de Investigaciones de la Universidad Nacional de Colombia- Medellín **DIME** bajo contrato 030805560. Los autores agraden la contribución de **BRASIMET** unidad de Santo Amaro, São Paulo-Brasil, por proveer las capas *PVAPVD* y al laboratorio de fenómenos de superficie de la Escuela politécnica de la Universidad de São Paulo, por permitir el uso de su laboratorio.

REFERENCIAS

- [1] ASTM C 1327-99, "Standard Test Method for Vickers indentation hardness of Advanced Ceramics," Annual book of ASTM Standards, **Vol 14.02**, (1999)
- [2] ANSTIS G. R., CHANTIKUL P., LAWN B. R., "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct crack Measurement," J. Am. Ceram. Soc., **64** [9], 533-38, (1981).
- [3] ANTUNES J., CAVALEIRO A., MENEZES L., SIMÕES M., FERNÁNDEZ J., "Ultra-Microhardness testing Procedure UIT Vickers Indenter," Surf. Coat. Tech, **149**, 27-35, (2002).
- [4] BHOWMICK S., KALE A. N., JAYARAM V., BISWAS S. K., "Contact damage in TiN coating on steel," Thin Solid Films., **436**, 250-258, (2003).
- [5] BOLSHAKOV, A., PHARR, G.M. "Influences of pile up on the measurement of mechanical properties by load an depth sensing indentation techniques," J. Mater. Res., **13** [4], 1049-1058, (1998).
- [6] BOUZAKIS K. D., MICHAIDILIS N., HADJIYIANNIS S., SKORDARIS, ERKENS G., "The effect of specimen roughness and indenter tip geometry on the determination accuracy of thin hard coatings stress-strain laws by nanoindentation," Mater. Charact., **49**, 149-156, (2003).
- [7] Brasimet. División *DUROTIN*. Catálogo de productos. (2003)
- [8] COOK R. F., FREIMAN S. W., LAWN B. R., POHANKA R. C., "Fracture of ferroelectric ceramics," ferroelectrics., **50** [1-4], 267-272, (1983).
- [9] CHIANG S. S., MARSHALL D. B., EVANS A. G., "A simple method for adhesion measurements," en: Surface and interfaces in ceramics and ceramics-metals system. Ed Pask, J. A., and A. G. Evans. Plenum press, New York. 603-617, (1981).
- [10] DOERNER, M.F., NIX, W.C, "A method for interpreting the data depth-sensing indentation instruments,". J. Mater. Res., **1** [4], 601-609, (1986).
- [11] EVANS A. G., CHARLES E. E., "Fracture Toughness determination by indentation," J. Amer Cerm. Soc., **59** [7-8], 371-372, (1976).
- [12] FISCHER-CRIPPS A.C., "A review of analysis methods for sub-micron indentation testing,". Vacuum, **58**, 569-585, (2000).
- [13] FRANK, F. C., LAWN, B. R., "On the theory of Hertzian fracture," Proc. Roy. Soc. Lond., **A299**, 291-306, (1967)
- [14] HAGAN, J. T., "Micromechanims of crack nucleation during indentation," J. Mat. Sci., **14** [12], 2975-2980, (1979).
- [15] KORSUNSKY A. M., MCGURK M. R., BULL S. J., PAGE T., "On the

- hardness of coated systems,” Surf. Coat. Tech.,* **99**, 171-183, (1998).
- [16] LAWN, B. R., WILSHAW, T. R., “*Indentation fracture: Principles and applications,*” *J. Mater. Sci.,* **10** [6], 1049-1081, (1975).
- [17] LAWN, B. R., “*Indentation of Cermics With Spheres: A Century After Hertz,*” *J. Am. Ceram. Soc.,* **81** [8], 1977-1994, (1998).
- [18] LI XIANDONG, DIAO D., BHUSHAN B., “*Fracture mechanisms of thin amorphous carbon films in nanonindentation,*” *Acta Met.,* **45** [11], 4453-4461, (1997).
- [19] LOUBET J., GEORGES J., MEILLE G., “*Vickers Indentation Curves of elastoplastic Materials,*” In: Blau P. J., Lawn B.R. (Eds.), *Microindentation Techniques in Materials science an Engineering ASTM STP 889*, American Society for testing and Materials, Philadelphia, PA, p. 72-89, (1986)
- [20] MEZA, J. M., “*Tenacidad a la Fractura en Cerámicos,*” Tesis de grado. Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín. Septiembre de 2001
- [21] MEZA J M. “*Técnicas de indentación aplicadas al estudio de propiedades mecánicas de recubrimientos cerámicos de TiN,*” Tesis de maestría Universidad Nacional de Colombia. Mayo de 2004.
- [22] NEWAY D., WILKINS M. A., POLLOCK H. M., “*An ultra-low load penetration hardness tester,*” *J. Phys. E. Sci. Instrum.,* **15**, 119-122, (1982)
- [23] NIX W. N., “*Elastic an plastic properties of thin films on substrates: nanoindentation techniques,*” *Mater. Sci. Eng.,* **A234-236**, 37-44, (1997).
- [24] 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** [6], 1564-1583, (1992).
- [25] OLIVER, W. C., G.M. PHARR, “*Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,*” *J. Mater. Res.,* **19**, 3-20, (2004).
- [26] PETHICA J.B, HUTCHINGS R., OLIVER W.C., “*Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm,*” *Philosophical Magazine, A* **48** [4], 593-606, (1983).
- [27] PHARR G. M., HARDING D. S., OLIVER W. C., “*Measurement of fracture toughness in thin films and small volumes using nanoindentation methods,*” *Materials Research Society Symposium Proceedings, Materials Research Society Fall Meeting*, 449-461, (1994).
- [28] QUINN, J. B., QUINN, G. D., “*Indentation Brittleness of Ceramics: a Fresh Approach,*” *J. Mater. Sci.,* **32**, 4331-4346, (1997).
- [29] SWAIN M. V., “*Mechanical property characterization of small volumes of brittle materials with spherical tipped indenters,*” *Mater. Surf. Eng.,* **A 253**, 160-166, (1998).
- [30] TABOR, D., “*The hardness of Metals,*” Clarendon Press. Oxford, (1951).
- [31] TABOR D., “*Indentation: Hardness and Its Measurement: Some Cautionary*

Comments,” In: Blau P. J., Lawn B.R. (Eds.), *Microindentation Techniques in Materials science an Engineering* ASTM STP 889, American Society for testing and Materials, Philadelphia, PA, p. 129-159, (1986)

[32] VANLANDINGHAM M. R., “*Review of instrumented indentation,*” *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol*, **108**, 249-265, (2003)