

## ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN RECUBRIMIENTO DE $Al_2O_3-TiO_2$ A PARTIR TRES MÉTODOS DE MEDIDA

*Claudia Palacio<sup>1,2\*</sup>, Tatiana Tabares<sup>3</sup>, Guillermo Angarita<sup>4</sup>, Fabio Vargas<sup>5</sup>, Hélène Ageorges<sup>6</sup>,  
Didier Chicot<sup>7</sup>, Mircea Voda<sup>8</sup>*

1 MSc. Profesor Asociado, Universidad Eafit, Medellín, Colombia.

2 Cdt. Dr. Ciencias, Universidad de Limoges, Francia.

3 Estudiante Ingeniería Física, Universidad Eafit, Medellín, Colombia.

4 Ingeniero de Materiales, Asistente de Investigación, Universidad Eafit, Medellín, Colombia.

5 DSc. Profesor Asociado, Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.

6 DSc. Profesor, Universidad de Limoges, France.

7 DSc. Professor Laboratoire de Mécanique de Lille, Universidad de Lille I, IUT Lille, France.

8 "Politehnica" University of Timisoara, Mechanical Faculty, Timisoara, Romania.

\* Contacto: cpalac12@eafit.edu.co

### RESUMEN

El presente estudio se enfoca en la determinación de propiedades mecánicas de un recubrimiento de  $Al_2O_3 - TiO_2$  elaborado mediante proyección térmica por plasma. Se emplearon los métodos de la huella residual [1], de Oliver – Pharr [2-4] y de indentación con taladro de banco instrumentado para correlacionar la carga aplicada con la respuesta del recubrimiento a fin de establecer algunas de sus propiedades mecánicas tales como la dureza, el módulo de Young y la tenacidad a la fractura sobre la superficie del recubrimiento. Los resultados obtenidos indican que el método de indentación con taladro de banco instrumentado es promisorio para la determinación de las propiedades mecánicas de recubrimientos cerámicos elaborados por proyección térmica.

**Palabras clave:** *Recubrimientos cerámicos, propiedades mecánicas, Dureza, módulo de Young, Tenacidad a la fractura, Indentación, Proyección térmica*

### ABSTRACT

This research is focused on the determination of mechanical properties of an  $Al_2O_3 - TiO_2$  thermal sprayed coating. For this purpose, it was carried out tests by methods like residual indentations [1], Oliver – Pharr [2-4] and indentations by a drill equipped with load and displacement sensors. It allowed determining ratios between applied load on the coating and its mechanical properties as hardness, Young's modulus and toughness. Results exhibited that the method implemented by the drill equipment is promising to know mechanical properties of thermal spray ceramic coatings.

**Keywords:** *Ceramic coatings, Mechanical properties, Hardness, Young's modulus, Toughness, Indentation, Thermal spray*

## 1 INTRODUCCIÓN

Las propiedades mecánicas de los recubrimientos cerámicos elaborados por proyección térmica se determinan por medio de pruebas de indentación, ya sea a través de la medición de la huella residual que deja el indentador al penetrar al material con una carga dada [1] o mediante la construcción de curvas de histéresis de carga – descarga en función de la profundidad de penetración, lo que es conocido como el método de Oliver -Pharr [2-4]. La utilización de estos métodos implica que la muestra sea cuidadosamente preparada y de rutinas de ensayo que con frecuencia resultan poco prácticas para la industria y que terminan siendo ensayos destructivos. Por lo anterior, resulta interesante conducir investigaciones tendientes a desarrollar nuevos métodos de medida más simples que ayuden a obtener resultados reproducibles y que sean útiles ya sea en operaciones de control de calidad de recubrimientos cerámicos o para comparación de la rigidez y propiedades mecánicas de los materiales [5-8]. En este trabajo se presentan los primeros resultados obtenidos en la búsqueda de un método de medida de las propiedades mecánicas de recubrimientos cerámicos depositados mediante proyección térmica y se espera que dichos resultados sirvan de base para el desarrollo de una metodología que permita determinar las propiedades de forma no destructiva o semi-destructiva.

## 2 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Este estudio se realizó sobre recubrimientos de  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$  elaborados por proyección térmica por plasma, a partir del polvo de la marca comercial Saint Gobain referencia 107, el cual está constituido por alúmina con 13% en peso de titanía y con una distribución de tamaño de partícula ( $d_{10}$ -  $d_{90}$ ) entre 5 y 30  $\mu\text{m}$ . Previo a la elaboración de los recubrimientos, los sustratos de acero al carbono AISI 1040 fueron preparados superficialmente mediante chorro abrasivo con partículas de corindón hasta lograr rugosidades promedio ( $R_a$ ) superiores a 5  $\mu\text{m}$  buscando mejorar el anclaje de las partículas proyectadas al sustrato; posteriormente, se sometieron a un baño de ultrasonido con acetona a fin de eliminar residuos de la preparación superficial y contaminantes orgánicos. El recubrimiento de  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$  se elaboró utilizando una antorcha de plasma Sulzer-Metco F4, en la que se empleó una mezcla de 45 l/min de Argón y 15 l/min de hidrógeno para formar el plasma, el cual fue utilizado para precalentar el sustrato hasta una temperatura de 300°C y para posteriormente calentar y proyectar las partículas hacia el sustrato a razón de 30 g/min desde una distancia de 10 cm, obteniendo un espesor de recubrimiento de  $1056 \pm 13 \mu\text{m}$ . La superficie del recubrimiento elaborado fue desbastada y pulida hasta obtener rugosidades ( $R_a$ ) inferiores a 0.1  $\mu\text{m}$ , para posteriormente determinar sus propiedades mecánicas mediante indentación por tres métodos de medida: **i)** huella residual; **ii)** curva característica por el método de Oliver – Pharr; y **iii)** indentación con un taladro de banco instrumentado.

Las indentaciones llevadas a cabo para calcular las propiedades mecánicas del recubrimiento a partir de la huella residual fueron realizadas utilizando un micro-durómetro marca Wilson Instruments modelo 401MVD, con indentadores Vickers y Knoop. La dureza Vickers fue realizada aplicando una fuerza de 5N durante 15s siguiendo el procedimiento señalado en la norma ASTM C1327-08 [1] y sus valores fueron útiles también en la determinación de la tenacidad a la fractura, mientras que las indentaciones Knoop permitieron calcular el módulo de

Young, para lo cual también se aplicó una fuerza de 5 N durante 15s [6]. Por su parte el método de Oliver-Pharr fue aplicado utilizando un micro-durómetro marca Micro-Hardness Tester (MHT) 2-107 de CSM Instruments; con fuerza máxima de 0.1N a 10N aplicadas a una velocidad de carga y descarga del doble del pico de carga por min (N/min) sosteniendo dichas cargas durante 15s. Por su parte, el método de la perforación mecánica se realizó utilizando un taladro instrumentado para indentar la superficie de las muestras con brocas de acero HSS de 21/64” de diámetro (codificada como B.HSS.), así como dos brocas de diferente geometría con punta de carburo de tungsteno de diámetro 20/64” que son comerciales y normalmente se utilizan en aplicaciones de mampostería (la codificada como B.M.) y para perforar vidrio y cerámica (la codificada como B.V.). El ensayo se realizó de manera similar al método de Oliver – Pharr aplicando una carga ascendente sobre las brocas hasta un valor máximo de 140 N y 270 N midiendo la profundidad de penetración de la broca correspondiente a cada carga, para luego descargar de manera progresiva hasta obtener una curva de histéresis. Los ensayos cuya carga máxima fue de 140 N se realizaron con el fin de evaluar los parámetros relacionados con la dureza del recubrimiento mientras que los llevados a cabo a 270 N se hicieron para evaluar aquellos relacionados con la tenacidad a la fractura, aprovechando que a dicha carga se produjeron grietas en el recubrimiento.

La huella residual producida a partir de micro-indentación Vickers sobre las muestras de recubrimiento, fue utilizada para calcular la dureza a partir de la ecuación (1) y la tenacidad a la fractura a partir de la ecuación (2). El cálculo de la tenacidad a la fractura requiere de la determinación del módulo de Young (E), el cual se puede calcular mediante la ecuación (3), pero éste a su vez requiere conocer la dureza Knoop del material, para lo cual se realiza el ensayo de dureza Knoop y se calcula mediante la ecuación (4).

$$H_v = \frac{1854.4 * P}{d^2} \quad (1)$$

Donde P es la carga dada en gf y d es la diagonal de la huella producida por la indentación en  $\mu\text{m}$  para obtener valores de  $H_v$  en GPa.

$$K_c = 0.0016 \left( \frac{E}{H_v} \right)^{0.5} \left( \frac{P}{c^{3/2}} \right) \quad (2)$$

Siendo E el módulo de Young en GPa,  $H_v$  la dureza Vickers dada en GPa, P la carga aplicada en N, c es la longitud de la fisura radial producida por indentación Vickers y medida desde el centro de la huella en mm y  $K_c$  corresponde a la tenacidad a la fractura dada en  $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ .

$$E = \frac{-\alpha * H_k}{\frac{a'}{c} - \frac{b'}{a}} \quad (3)$$

Donde  $\alpha$  es una constante (0.45),  $H_k$  es la dureza Knoop dada en Pa,  $a'$  y  $b'$  son las longitudes de la diagonal mayor y menor de la huella producida por la indentación y  $a/b = 7.11$ .

La dureza Knoop se determina mediante la siguiente ecuación:

$$H_k = \frac{(1 \times 10^6 P)^2}{0.07028 a' b'} \quad (4)$$

Donde P está dada en kg,  $a'$  y  $b'$  en  $\mu\text{m}$  y  $H_k$  en Pa.

Asimismo, el método Oliver – Pharr (curva de histéresis característica) [2] también permitió determinar la dureza y el módulo de Young de las muestras.

Por su parte, el método de perforación mecánica se empleó para establecer relaciones entre la respuesta del material frente a la indentación producida por la broca y el conjunto de propiedades mecánicas superficiales del recubrimiento como dureza y módulo de Young dentro de un mismo ensayo.

### 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

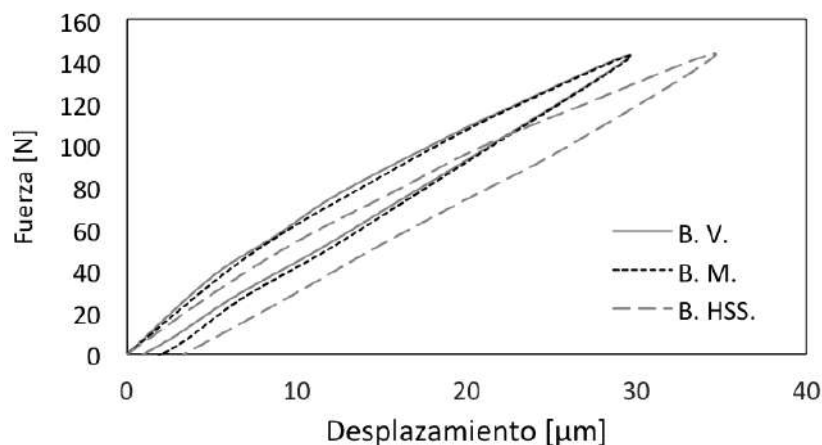
Las propiedades mecánicas del recubrimiento calculadas a partir del promedio de 20 indentaciones Vickers y Knoop (para el método de la huella residual) y a partir del promedio de 5 indentaciones realizadas con el método de Oliver y Pharr son mostradas en la siguiente tabla:

**Tabla 1.** Propiedades mecánicas de los recubrimientos de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  obtenidas a partir de los métodos de la huella residual [1] y Oliver – Pharr [2].

MÉTODO	Hv [GPa]	E [GPa]	Kc [ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ]
Huella residual a 5N	$13.45 \pm 0.105$	$120 \pm 46$	$1.81 \pm 0.47^1$
Oliver – Pharr a 5N	$13.46 \pm 0.582$	$62.63 \pm 10.54$	No aplica

<sup>1</sup> Valor medido a 3N.

Por su parte, los promedios de tres indentaciones realizadas en la superficie del recubrimiento con tres brocas diferentes, utilizando el taladro de banco instrumentado, son mostrados en la siguiente figura, en la que se relaciona la fuerza aplicada a la broca con el desplazamiento de la punta de la broca en el interior del recubrimiento.



**Figura 1.** Relación entre la profundidad de indentación (desplazamiento) en función de la carga aplicada de aproximadamente 140 N.

Dado que la indentación realizada utilizando el taladro de banco instrumentado aún no posee un modelo matemático que permita correlacionar las propiedades mecánicas del recubrimiento con los factores asociados a la mecánica del contacto entre la broca y la superficie del recubrimiento cerámico, ni los asociados a la geometría del indentador (que en este caso corresponde a la geometría de la punta de cada una de las brocas empleadas en los ensayos), se tomó como

parámetro de medida la relación  $P/h^2$ , que representa el esfuerzo que experimenta la zona del contacto entre la punta de la broca y la superficie del recubrimiento. En dicha relación  $P$  corresponde a la fuerza máxima aplicada y  $h$  representa la profundidad máxima de penetración. Los valores de  $P/h^2$  medidos a partir del ensayo de indentación en el taladro de banco y los calculados empleando el método de Oliver – Pharr [2] son mostrados en la Tabla 2. Asimismo, en la Tabla 2 se presenta el porcentaje de recuperación elástica aparente (REA) para las indentaciones realizadas con el taladro de banco instrumentado, el cual fue calculado a partir de la ecuación (5):

$$REA = \frac{A_{mp} - A_r}{A_{mp}} \cdot 100 \quad (5)$$

$A_{mp}$  corresponde al área máxima proyectada medida sobre la sección transversal del modelo geométrico de la broca a la profundidad máxima medida, por lo que se asume que no existió deformación elástica de los materiales en contacto y  $A_r$  corresponde al área de la huella residual después de la indentación, el cual fue medido mediante análisis digital de imágenes tomadas en un microscopio óptico.

Con el fin de determinar el comportamiento frente a la propagación de grietas, se estableció una relación  $P/c$ , siendo  $P$  la máxima carga aplicada (aproximadamente 270 N para el ensayo en el taladro de banco instrumentado y 3 N para el realizado por microindentación Vickers) y  $c$  la longitud de la grieta medida desde el centro de la huella residual producida. Los resultados obtenidos son mostrados en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Comparación de los resultados de los ensayos de indentación en taladro de banco instrumentado con los obtenidos a partir de la huella residual [1] y el método de Oliver-Pharr [2].

Método de Indentación		$P/h^2$ [ $N/\mu m^2$ ]	REA [%]	$P/c$ [ $N/\mu m$ ] <sup>3</sup>
Taladro de Banco Instrumentado <sup>2</sup>	B.V.	$0.16 \pm 0.01$	$84 \pm 2$	$0.61 \pm 0.03$
	B.M.	$0.16 \pm 0.01$	$92 \pm 5$	--
	B.HSS.	$0.12 \pm 0.01$	No medible	--
Huella Residual		--	--	$0.16 \pm 0.03$
Oliver – Pharr		$0.17 \pm 0.005$	--	--

<sup>2</sup> Valores promedio determinados a partir de 3 indentaciones para cada broca.

<sup>3</sup> Calculada a partir de 6 indentaciones obtenidas con una carga de aproximadamente 270 N.

De los resultados mostrados en la tabla anterior se pudo establecer que las relaciones  $P/h^2$  calculadas para las indentaciones realizadas en el taladro de banco instrumentado utilizando las brocas B.V. y B.M. son similares a la calculada a partir de las indentaciones llevadas a cabo por el método de Oliver – Pharr, lo cual indica que el método de indentación con taladro de banco instrumentado puede ser útil en la determinación de la dureza de los recubrimientos. En el caso de la broca HSS la relación  $P/h^2$  fue menor debido a que el valor de  $h$  fue superior al esperado, dado que además de penetrar en el recubrimiento la broca se deforma elásticamente a causa de que su dureza es menor que la de éste.

El porcentaje de recuperación elástica aparente del recubrimiento (REA), medido a partir de la diferencia entre el área de la huella residual y la calculada a partir del modelo geométrico de la

broca para la profundidad máxima aparente obtenida en las pruebas llevadas a cabo con el taladro de banco instrumentado, puede ser usado como un parámetro conducente a determinar el módulo de Young del recubrimiento.

El menor porcentaje de recuperación elástica aparente obtenido para las indentaciones realizadas con la broca para vidrio y cerámica (B.V.) permite establecer que de los tres tipos de broca evaluados, este es el más adecuado para determinar la elasticidad del recubrimiento, por cuanto la huella residual que se produce en él, es más fácil de medir mediante microscopía óptica. Por su parte, no fue posible medir el área de la huella residual obtenida para el ensayo realizado con la broca HSS, ya que a la carga máxima aplicada (aproximadamente 140 N) la broca no logra penetrar lo suficiente al recubrimiento, a pesar del alto valor de desplazamiento medido (aproximadamente 35  $\mu\text{m}$ , ver Figura 1). Lo anterior indica que buena parte del desplazamiento medido corresponde a deformación elástica de la broca y que su penetración en el recubrimiento es mínima debido a la menor dureza del acero HSS respecto a la del recubrimiento de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ .

La relación P/c obtenida a partir de las indentaciones realizadas con el taladro de banco instrumentado es mayor que la obtenida mediante microindentación Vickers, lo cual es producto de las diferencias geométricas entre el indentador Vickers y la punta de la broca para vidrio usada, lo que le confiere valores de energía diferentes al recubrimiento y por lo tanto, la longitud de la grieta propagada es diferente. No obstante, los resultados obtenidos entre las medidas realizadas en el taladro son bastante reproducibles como lo refleja la baja desviación estándar.

#### **4 CONCLUSIONES**

El ensayo de indentación en el taladro de banco instrumentado permite establecer relaciones entre la carga aplicada y algunas características propias de la respuesta mecánica del recubrimiento evaluado, tales como el desplazamiento de la punta de la broca y la longitud máxima de las grietas producidas, las cuales son acordes con las mismas relaciones establecidas para las indentaciones realizadas por el método de Oliver-Pharr y para el de la huella residual, por lo que el método de indentación en el taladro de banco instrumentado es promisorio para la medida confiable, fácil y rápida de propiedades mecánicas tales como la dureza, la respuesta elástica y la tenacidad a la fractura de recubrimientos cerámicos elaborados mediante proyección térmica.

Entre los tres tipos de broca estudiadas, la utilizada para vidrio y cerámica (B.V.) es la más adecuada para realizar las indentaciones en el taladro de banco instrumentado, ya que gracias a su geometría y dureza, la penetración del recubrimiento se lleva a cabo con menor deformación elástica en él o en la broca misma.

#### **5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. ASTM International. ASTM C1327-08 Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics. West Conshohocken, USA, 8 pp., 2008.

2. 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.*, Vol. 7, N° 6, pp. 1564-1583, 1992.
3. Chicot, D., Hage, I., Demarecaux, P., Lesage, J. ; “Elastic properties determination from indentation tests”, *Surface and Coatings Technology* 81, 269-274, 1996.
4. Chicot, D., Mercier, D.; “Improvement in depth-sensing indentation to calculate the universal hardness on the entire loading curve”, *Mechanics of Materials* 40, 171–182, 2008.
5. Palacio, C.C.; Ageorges, H.; Vargas, F.; Díaz, A.F.; “Effect of the mechanical properties on drilling resistance of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  coatings manufactured by atmospheric plasma spraying”, *Surface and Coatings Technology*, Volume 220, pp. 144–148, 2013.
6. Vargas, F. *Élaboration de couches céramiques épaisses à structures micrométriques et nanométriques par projections thermiques pour des applications tribologiques*. Tesis doctoral. Faculté de Sciences, Université de Limoges, Limoges (France). 170 pp. 2010.
7. Mauvoisin, G.; Chagneau F.; “Quantitative measurement of the hardness profile on carbonitriding steel by the hole drilling method”, *Measurement*, Volume 25, pp. 291–298, 1999.
8. Mauvoisin, G., Bartier, O., El Abdi, R., Nayebi, A.; Influence of material properties on the drilling thrust to hardness ratio, *International Journal of Machine Tools & Manufacture* 43 825–832, 2003.